

Technische Universität München
Lehrstuhl für Umformtechnik und Gießereiwesen

**Aluminiumfasern als flexibles Einsatzmaterial für die teilflüssige
Formgebung**

Lars Maaß

Vollständiger Abdruck der von der Fakultät für Maschinenwesen der Technischen Universität
München zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.)

genehmigten Dissertation.

Vorsitzender: Prof. Dr.-Ing. Wolfram Volk
Prüfer der Dissertation: 1. Prof. Dr.-Ing. Hartmut Hoffmann
2. Prof. Dr.-Ing. Karsten Stahl

Die Dissertation wurde am 19. März 2018 bei der Technischen Universität München
eingereicht und durch die Fakultät für Maschinenwesen am 18. Februar 2019 angenommen.

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand im Rahmen meiner Tätigkeit bei den Bayerischen Motoren Werken in München in der Innovationsabteilung für Umformtechnik.

Meinem Mentor, Herrn Norbert Donath, gilt dabei ganz besonderer Dank. Er hat mich neben der Ideenfindung auch bei der Durchführung der Versuche sehr unterstützt. Ohne sein Engagement wäre diese Arbeit nicht zustande gekommen und auch nicht realisierbar gewesen. Über den beruflichen Kontakt hinaus hat sich eine große Freundschaft entwickelt.

Ebenso möchte ich mich herzlich bei meinem Doktorvater, Herrn Prof. i.R. Dr.-Ing. Hartmut Hoffmann, für die Betreuung der Arbeit und die vielen Anregungen bedanken. Natürlich danke ich auch Herrn Prof. Dr.-Ing. Wolfram Volk, Ordinarius des Lehrstuhls für Umformtechnik und Gießereiwesen an der Technischen Universität München. Durch die konstruktiven Gespräche mit diesen Herren wurde meine Perspektive erweitert und die Arbeit hat dadurch stark an Qualität gewonnen. Ich danke Ihnen für die ihre Zeit und ihr Vertrauen.

Weiterhin möchte meine Frau Saskia hervorheben, denn die private Unterstützung ist ebenso wichtig wie die fachliche. Die Erstellung dieser Arbeit vereinnahmte einen großen Teil der partnerschaftlichen Freizeit und mein Frau hat ihre Bedürfnisse den meinen untergeordnet. Dafür möchte ich ihr noch einmal in aller Deutlichkeit danken!

Außerdem gilt es alle Beteiligten des Projektes zu erwähnen, die mit ihrer Zeit und Hilfe tatkräftig dazu beigetragen haben, Vorschritte zu erzielen. So sind meine Kollegen Armin Berger und Ulrich Schmid zu nennen, die beim finalen Layout der Arbeit wichtiges Feedback gegeben haben. Meine ehemaligen Vorgesetzten Dr.-Ing. Josef Meinhardt sowie Dr.-Ing. Frank Ebert haben mir den notwendigen Freiraum gegeben, um das Projekt zielorientiert zu gestalten. Die Herren Boris Bevc, Dietmar Opel und Robert Lindacher waren jederzeit zur Stelle, wenn es Herausforderungen bei der Umsetzung der Ideen gab. Außerdem haben die Absolventen Christopher Clemens, Kilian Eger, Andreas Grüner, Roland Geyer, Johannes Knöchel und Joachim Knöchel einen entscheidenden Beitrag in der Umsetzung spezifischer Teilgebiete geleistet.

Es war eine tolle, erfahrungsreiche Zeit und daher nochmals vielen Dank an alle!

München, im März 2019

Kurzfassung

Die Forschungen der letzten Jahre beschäftigen sich neben den Neuentwicklungen von Werkstoffen auch mit den Weiterentwicklungen von Fertigungsverfahren. Dabei überlagern sich zunehmend ökonomische und ökologische Aspekte. Die semi-solid Formgebungsverfahren verarbeiten Werkstoffe im teilflüssigen Zustand und kombinieren die Vorteile von geringeren Energiebedarf mit guten Bauteileigenschaften. Dennoch unterliegen auch diese Verfahren – trotz der Verwendung eines speziellen Vormaterials mit globulitischem Gefüge – einigen Einschränkungen. So sind großflächige, dünne Bauteile aufgrund zunehmender Segregation der Phasenbestandteile nicht herstellbar.

An diesem Punkt wurde der Ansatz getätigt, ein flexibles Einsatzmaterial zu verwenden, das bereits großflächig in das Werkzeug eingelegt werden kann. Durch eine geringe Umformung könnte die Segregation vermieden und somit die Herstellung großer, dünner Bauteile realisiert werden. Das Material besteht aus einzelnen Aluminiumfasern, die zu Fasermatten verdichtet und vorkonfektioniert werden. Die Fasermatten sind steif genug um sich gut handhaben zu lassen und flexibel genug um sich an die Werkzeugform anzulegen. Die Faser- und Mattenherstellung ist ein industrialisiertes Verfahren und der Werkstoff ist frei am Markt verfügbar.

Während der Formgebung im teilflüssigen Zustand ist eine exakte Temperaturführung erforderlich, um die Phasenverteilung im Werkstück einzustellen. Nach der Eruiierung potentieller Heizmethoden wurde ein generatives Fertigungsverfahren genutzt, um Heizleiter in ein Plattenwerkzeug einzubringen und somit eine sehr homogene Temperaturverteilung zu realisieren. Aus dem Werkzeugkonzept wurde der angestrebte Formgebungsprozess unter Verwendung des neuen Einsatzmaterials abgeleitet, der sich am konventionellen Thixoschmieden orientiert.

Aufgrund der faserigen Form bietet das Halbzeug eine vergrößerte Oberfläche, auf der sich natürliche und prozessbedingte Aluminiumoxide bilden können. Um den Einfluss dieser Oxide auf die Prozessparameter der teilflüssigen Formgebung zu bewerten, wurden unterschiedliche Fasergrößen (fein und grob) verwendet und analysiert. Die Analyse mittels Transmissions-Elektronen-Mikroskop konnte zunächst keine natürlichen Oxide auf den Fasern nachweisen. Nach der Temperierung bei 620 °C konnten unterschiedlich dicke Oxidschichten detektiert werden, wobei feine Fasern eine dickere Oxidschicht ausprägen als grobe Fasern. Mit Hilfe der geometrischen Daten und der Kenntnisse über die Volumenänderung infolge einer Oxidation, konnten die faserabhängigen Oxidanteile berechnet werden. Feine Fasern erzeugen in einem Vergleichsvolumen wiederum eine größere Oberfläche als grobe Fasern. Daher weisen die Proben aus feinen Fasern bis zu vierfach höhere Oxidanteile auf. Die Oxidmengen sind mit weniger als 0,2% bei beiden Fasertypen allerdings sehr gering.

Der Einfluss der Oxide auf die Viskosität wurde in rheologischen Messungen untersucht. Die inerten Oxide erhöhen bei gegebener Temperatur den Festphasenanteil und damit die Viskosität. Zusätzlich haben die chemisch stabilen Oxide eine irreversible Wirkung auf den inneren Strukturabbau des Fluids unter Scherbeanspruchung. Damit kann die Ausgangsviskosität nach einer Regenerationsphase nicht wiederhergestellt werden und folglich muss von einem unvollständigen thixotropen Fließverhalten gesprochen werden. Weiterhin zeigen thermodynamische Simulationen (ThermoCalc) und thermische Analysen (DSC) die Veränderung der Schmelztemperatur – aufgrund der zusätzlichen Oxide – um maximal 3 Kelvin. Die Schwankungen der Legierungszusammensetzung haben mit einer Veränderung von 10 Kelvin einen deutlich größeren Einfluss.

Nachdem der Einfluss der Oxide auf die Prozessparameter der teilflüssigen Formgebung gering ist, wurde davon ausgegangen, dass die inerten aber sehr dünnen, spröden Oxide während einer Formgebung aufbrechen und sich die Fasern über die Vermischung der Flüssigphase miteinander verbinden. Dazu wurden Formgebungsversuche unter Variation der Formgebungstemperatur, sowie des Formgebungsdruckes durchgeführt. Infolge der Druckbeanspruchung im Werkzeugspalt zeigt das Material jedoch ein eingeschränktes Fließverhalten, welches durch Segregation geprägt ist. Die besten Ergebnisse werden im Flüssigphasenbereich zwischen 26 - 35% erreicht, was mit der Angabe bei konventionellen Thixoschmiedeversuchen (Wolf, 2004, S. 74) übereinstimmt. Die durchgängige Oxidschicht auf den Faseroberflächen beeinflusst die gleichmäßige Verbindung der Fasern untereinander, was erst durch die Formgebungsversuche ersichtlich wurde. Ein Festigkeitswert von 157 MPa konnte trotz Optimierungsmaßnahmen, wie die Verwendung einer Schutzgasatmosphäre oder eine zusätzliche Wärmebehandlung, nicht überschritten werden.

Um die Materialperformance zu verbessern, müssen die Oxide während der Formgebung global aufgebrochen werden. Ein angepasster neuer Prozess, bei dem die Oxide auch einer Schubbelastung ausgesetzt sind wurde bereits erstellt und wird Inhalt weiterer, notwendiger Untersuchungen sein.

Abstract

In addition to new developments of materials, research in the last years also focused on further developing manufacturing processes. Thereby, economic and ecological aspects overlap increasingly. The semi-solid shaping processes manufacture materials in semi-solid state and combine the advantages of lower energy costs with good component properties. Despite of using a special pre-material with globulitic structure, these methods are also liable to some limitations. Thus, large-area and thin components cannot be produced due to increasing segregation of the phase constituents.

At this point, the approach has been made to use a flexible feedstock which can already be inserted extensively in the tool. Due to the low forming, segregation could be avoided and the production of large, thin-walled parts could be implemented. The new material consists of individual aluminum fibers that can be compacted and prefabricated into fiber mats. The fiber and mat production is an industrialized process and the material is freely available on the market. Furthermore, these fiber mats are stiff enough to be easily handled and flexible enough to cling to the mold.

During shaping in the semi-solid state an exact temperature control is required to adjust the phase distribution in the workpiece. After determining potential heating methods, a generative manufacturing method has been used to introduce heat conductors in a sheet mold and thus to realize a very homogeneous temperature distribution. From the tooling concept the desired molding process – using the new feedstock – has been derived, which is based on the conventional thixoforging.

Due to the fibrous shape the pre-product provides an increased surface area on which natural and process-related alumina may form. To evaluate the influence of these oxides on the process parameters of the semi-solid molding, different fiber sizes were used (fine and coarse) and analyzed. The analysis with an electron transmission microscope could not verify any native oxides on the fibers initially. After tempering at 620°C different thick oxide layers could be detected, with fine fibers minting a thicker oxide layer than coarse fibers. By means of geometric data and knowledge of the volume change due to oxidation, the fiber addicted oxide fractions could be calculated. Within a comparable volume however, fine fibers produce a larger inner surface than coarse fibers and therefore, the samples of fine fibers exhibit up to four times greater oxide fractions. The oxides amounts with less than 0.2% are very low in both fiber types.

The effect of the oxides on the viscosity was examined using rheological measurements. The inert oxides increase the solid phase proportion and thus viscosity at a given temperature. In

addition, chemically stable oxides have an irreversible effect on the internal structure degradation of the fluid under shear stress. Hence, the initial viscosity cannot be restored after a regeneration phase and therefore needs to be considered as incomplete thixotropic flow behavior. Furthermore, thermodynamic simulations (ThermoCalc) and thermal analysis (DSC) show the change of the melting temperature, based on the additional oxides, to a maximum of 3 Kelvin. The variations of the alloy composition have a significantly greater impact with a change of 10 Kelvin.

Since the effect of the oxides on the process parameters of the semi-solid shaping is low, it was assumed that the inert but very thin, brittle oxides will easily break while shaping and connect the fibers by the mixing of the liquid phase. For that, molding experiments were carried out with variation of the mold temperature and the molding pressure. As a result of compressive stress in the mold gap the material demonstrates very limited flow properties, which is dominated by segregation. The best results are achieved in the liquid phase range between 26 - 35%, what coincides with the indication for conventional thixoforging attempts (Wolf, 2004, p. 74). The continuous oxide layer on the fiber surfaces influences the evenly bonding of the fibers to each other, which was noticed with the shaping trails first. A strength value of 157MPa could not be exceeded, despite of optimization measures such as the use of a shield gas atmosphere or an additional heat treatment.

In order to improve the material performance, the oxides need to be broken globally while shaping. An adapted new process, in which the oxides are also loaded with shear stress, has already been prepared and will be the subject of further, necessary investigations.

Inhaltsverzeichnis

Verzeichnis der Kurzzeichen und Abkürzungen	IX
1 Einleitung.....	1
2 Stand der Technik	3
2.1 Rheologische Zusammenhänge.....	3
2.2 Thixotropes Verhalten	6
2.3 Morphologieänderung	9
2.4 Fließparameter	12
2.5 Segregation	13
2.6 Mushy State	14
2.7 Materialstauchung	15
2.8 Konventionelle Thixoformprozesse	19
2.8.1 Vormaterial.....	19
2.8.2 Erwärmungsmethoden.....	20
2.8.3 Formgebung.....	21
2.8.4 Vorteile der semi-solid Verfahren	22
2.9 Prozessparameter.....	22
2.9.1 Temperatur	23
2.9.2 Fließspannung.....	24
2.9.3 Umformgeschwindigkeit und Scherrate.....	25
2.9.4 Morphologie	26
3 Aluminium	26
3.1 Schmelzintervall.....	26
3.2 Oxidation von Aluminium.....	28
3.3 Aufbau der Oxidschicht von Aluminium-Magnesium-Legierungen	30
3.4 Suspension	33
4 Ziel der Arbeit	35
5 Werkzeug.....	37
5.1 Heizmethoden	37
5.2 Werkzeugkonstruktion.....	41
5.3 Kalibrierung	45
5.4 Fehlerbetrachtung.....	48
5.5 Prozessablauf	50

6 Einsatzmaterial.....	52
6.1 Faservermessung	54
6.1.1 Ondulation	56
6.2 Volumenveränderung durch Oxidation	57
6.2.1 Oxidschichtdicke und Oxidanteil.....	62
6.3 Einfluss des Oxides	66
6.3.1 Chemische Analyse des Einsatzmaterials	67
6.3.2 Schmelzintervall mittels ThermoCalc.....	68
6.3.3 Einfluss der Legierungszusammensetzung.....	69
6.3.4 Simulation zum Einfluss der Oxide	71
6.3.5 Sensitivität der Legierungszusammensetzung.....	73
6.3.6 Differential Scanning Calorimetry.....	74
6.4 Rheologische Untersuchung	77
6.4.1 Versuchskörper	78
6.4.2 Rheologische Messungen	79
6.4.3 Fehlerbetrachtung	83
7 Formgebungsversuche.....	84
7.1 Probenvorbereitung	84
7.2 Versuchsreihen	85
7.3 Einflussparameter Formgebungstemperatur	86
7.3.1 Alternierender Schichtaufbau.....	86
7.3.2 Unidirektionaler Schichtaufbau.....	90
7.3.3 Diskussion	93
7.4 Einflussparameter Formgebungsdruck.....	94
7.4.1 Feine Fasern.....	94
7.4.2 Grobe Fasern.....	96
7.4.3 Bruchflächenanalyse	97
7.4.4 Diskussion	98
7.5 Segregation	101
7.5.1 Analyse Schmelzaustritt.....	104
7.5.2 Diskussion	106
7.6 Anisotropie.....	108
7.7 Schutzatmosphäre.....	111
7.8 Wärmebehandlung.....	115
7.8.1 Porosität.....	117
7.8.2 Diskussion	120

8 Zusammenfassung und Ausblick	122
9 Quellen	126
Abbildungsverzeichnis	135
Tabellenverzeichnis	140
Verzeichnis betreuter Studienarbeiten	143
A Anhang.....	144
A - 6.1 Auswertung der Fasern im Anlieferungszustand.....	144
A - 6.1.1 Ergebnisse zur Längenmessungen von ondulierten Einzelfasern	144
A - 6.2 Betrachtung der geometrischen Verhältnisse in der Oxidschicht.....	146
A - 6.2.1 Berechnung der Dichte der chemischen Elemente und Verbindungen...	146
A - 6.2.2 Berechnung der Veränderung der Volumina infolge der Oxidation	150
A - 6.2.3 Überlagerung der Oxidanteile von Aluminium-und Magnesiumoxid.....	152
A - 6.2.4 Ergebnisse der Vermessung der Oxidschicht nach Erwärmung	154
A - 6.2.5 Berechnung Oxidanteil	155
A - 6.3 Ergebnisse zur Berechnung der Phasenverteilung mit ThermoCalc	158
A - 6.4 Ergebnisse zur Berechnung der Phasenverteilung mittels ThermoCalc	159
A - 6.5 Ergebnisse zur Berechnung der Phasenverteilung mittels ThermoCalc	160
A - 6.6 Rheologische Messungen	160

Verzeichnis der Kurzzeichen und Abkürzungen

Formelzeichen	Einheit	Bedeutung
γ	[/]	Scherwinkel
$\dot{\gamma}$	[1/s]	Scherrate
$\dot{\gamma}_m$	[1/s]	mittlere Scherrate
σ	[/]	Standardabweichung
ϵ	[1/($\Omega \cdot m$)]	elektrische Leitfähigkeit
$\dot{\epsilon}$	[1/s]	Formänderungsgeschwindigkeit
$\dot{\epsilon}_\epsilon$	[1/s]	Formänderungsgeschwindigkeit in Abhängigkeit der Formänderung (an einer bestimmten Stelle)
η	[Pa · s]	Scherviskosität
η_0	[Pa · s]	Ausgangsviskosität
η_{app}	[Pa · s]	scheinbare Viskosität
λ	[W/(K · m)]	thermische Leitfähigkeit
ν	[mm ² /s]	kinematische Viskosität
ρ	[g/cm ³]	Dichte des Elements/der Verbindung
τ	[N/mm]	Schubspannung
φ	[/]	Umformgrad
$\dot{\varphi}$	[1/s]	Umformgeschwindigkeit
a	[nm]	Gitterkonstante
c	[nm]	Gitterkonstante
c_0	[/]	Ausgangskonzentration
c_L	[/]	Liquiduskonzentration im Gleichgewicht
c_S	[/]	Soliduskonzentration im Gleichgewicht
$f()$	[/]	Funktion (von)
f_L	[/]	Flüssigphasenanteil (Liquidus)
f_S	[/]	Festphasenanteil (Solidus)
h	[mm]	Schichtdicke
h_0	[mm]	Ausgangsschichtdicke
$h(t)$	[mm]	Schichtdicke zum Zeitpunkt t
k	[/]	Verteilungskoeffizient
k_w	[N/mm ²]	Formänderungswiderstand
\dot{Q}_x	[W]	Wärmestrom an Stelle x
r	[/]	Raumkoordinate
s	[/]	Standardabweichung

t	[s]	Zeit
\underline{u}	[/]	Geschwindigkeitstensor
v	[m/s]	Geschwindigkeit
v_f	[m/s]	Vorschubgeschwindigkeit
v_r	[m/s]	Radialgeschwindigkeit
v_w	[m/s]	Werkzeuggeschwindigkeit
v_z	[m/s]	Vertikalgeschwindigkeit
w	[%]	Volumenanteil
w_A	[%]	Massegehalt der Komponente A in der Legierung
x_A	[%]	Atomgehalt der Komponente A in der Legierung
z	[/]	Raumkoordinate
A	[mm ²]	Fläche
C	[/]	Kontiguität
D	[μ m]	Korngröße
$F(t)$	[N]	Kraft
F_D	[N]	Druckkraft
H	[mm]	Probenhöhe
M	[g/mol]	Molare Masse
M_X	[g/mol]	molare Masse des jeweiligen Elements/ der jeweiligen Verbindung
R	[mm]	Radius
T	[°C]	Temperatur
T_E	[°C]	eutektische Temperatur
T_M	[°C]	Schmelztemperatur des reinen Metalls
T_S	[°C]	Schmelztemperatur (Solidus) der Legierung im Gleichgewichtszustand
T_L	[°C]	Erstarrungstemperatur (Liquidus) der Legierung im Gleichgewichtszustand
U	[m]	Umfang
V_{EZ_X}	[m ³]	Volumen der Einheitszelle des jeweiligen Elements
V_R	[/]	Pilling-Bedworth-Verhältnis
\emptyset	[mm]	Durchmesser
∇	[/]	Nabla Operator
$\partial(x)$	[/]	partiell Differential von x
$d(x)$	[/]	absolutes Differential von x

Konstanten	Einheit	Bedeutung	
u	[kg]	atomare Masse	$1 \text{ u} = 1,660538921 \cdot 10^{-27} \text{ kg}$
π	[/]	Kreiszahl pi	$\pi = 3,1415926$
Å	[m]	Ångström	$1 \text{ Å} = 1 \cdot 10^{-10} \text{ m}$
L	$[(W \cdot \Omega)/K^2]$	Lorenz-Konstante	$L = 2,45 \cdot 10^{-8} \frac{W \cdot \Omega}{K^2}$

Abkürzung	Bedeutung
ccp	cubic closed packed
fcc	face centered cubic
hcp	hexagonal closed packed
CO ₂	Kohlenstoffdioxid
CSR	Controlled Shear Rate
DSC	Differential Scanning Calorimetry
EZ	Elementarzelle
EBM	Einbettmittel
EELS	Electron Energy Loss Spectroscopy
EFTEM	Energy Filtering Transmission Electron Microscopy
EDX	Energy Dispersive X-ray Spectroscopy
ICP – OES	inductively coupled plasma optical emission spectrometry
LSG	Lösungsglühen
PID	proportional-integral-derivative controller
PRM	particle reinforced metals
SG	Schutzgas
STABW	Standardabweichung
TEM	Transmission Electron Microscopy
T6	Warmauslagern (10 Stunden bei 155 °C)
OT	Oberer Totpunkt
UT	Unterer Totpunkt
WU	Warmumformung

1 Einleitung

Die Entwicklungen in der Automobilindustrie unterliegen immer stärkeren ökologischen Restriktionen. Dabei sind die Energieeffizienz während der Produktion und die CO₂ Emissionen bei der Verwendung des Fahrzeuges ein wesentlicher Aspekt. Trotz des gestiegenen Umweltbewusstseins der Kunden nehmen auch deren Wünsche hinsichtlich Ausstattung und Fahrerassistenzsysteme zu. Außerdem verschärfen sich die marktspezifischen und gesetzlichen Anforderungen (z.B. Euro NCAP, US NCAP) an die Fahrzeugsicherheit bzw. den Unfallschutz. Automobile unterliegen damit dem Trend immer größer und schwerer zu werden. In der Automobilindustrie wird daher kontinuierlich nach Optimierungswegen gesucht, um allen Anforderungen gerecht zu werden und zusätzliches Gewichtsreduktionspotential aufzuzeigen. In der Karosserieentwicklung stehen die Auswahl, die Auslegung und der Einsatz von verschiedenen Werkstoffen im Vordergrund. Konventionelle Metalllegierungen aus Eisen oder Aluminium werden optimiert und ergänzen sich gegenseitig. Es werden auch die Vor- und Nachteile neuer Materialien diskutiert. Der seit Jahren bekannte Verbundwerkstoff CFK wurde aufgrund der Kostennachteile in den letzten Jahren lediglich in der Luft- und Raumfahrtindustrie sowie im exklusiven Sportwagenbau industriell genutzt. Mit dem BMW i3 und BMW i8 wird dieses Material erstmals auch großserientechnisch in der Automobilindustrie eingesetzt. Neben der Umsetzung von klassischen, etablierten Verbundwerkstoffen wird auch an neuen Verbundwerkstoffen geforscht. Für Verbundwerkstoffe mit metallischer Matrix (MMC) konnte bisher noch kein Verfahren gefunden werden, dass die Grundlage für den Einsatz einer industriellen Nutzung bildet.

Neben der Neuentwicklung von Werkstoffen bietet auch die Weiterentwicklung konventioneller Werkstoffe Potentiale. So werden hoch- und höchstfeste Stähle bereits seit Jahren im Karosseriebau verwendet. Allerdings können auch diese wichtigen Entwicklungen nicht alle Erwartungen erfüllen. Topologieoptimierungen führen zu Tailored Properties der Bauteile und zu hochkomplexen Fertigungsverfahren. In der jüngsten Vergangenheit wurden Wärmebehandlungen an Karosseriebauteilen vorgenommen, um die Formbarkeit des Grundmaterials nicht einzuschränken und die Festigkeit im Nachhinein dennoch zu erreichen. Aktuell wird in einer Leichtbaukarosserie ein Materialmix aus metallischen, wärmebehandelten und nicht-metallischen Werkstoffen sowie Verbundwerkstoffe verschiedener Art eingesetzt.

Neben den klassischen Um- und Urformverfahren können auch hybride Fertigungsverfahren genutzt werden, um komplexe Bauteile herzustellen. Dabei sind die semi-solid Verfahren, die Werkstoffe im teilflüssigen Zustand verarbeiten als wichtiges Verfahren zu nennen. Diese Verfahren konnten sich wegen spezifischer Verfahrensanforderungen noch nicht großtechnisch durchsetzen. Dennoch bieten sie die Möglichkeit zur Umsetzung von Bauteilen mit guten

mechanischen Eigenschaften und komplexen Geometrien. Die thermische und mechanische Werkzeugbelastung ist bei diesen Verfahren geringer als bei klassischen Gieß- bzw. Schmiedeverfahren. Diese Formgebungsverfahren – speziell das Thixoschmieden – sind die Grundlage für die Verwendung eines neuen, flexiblen Ausgangsmaterials aus Aluminiumfasern. Das neuartige Einsatzmaterial bietet die Möglichkeit bereits großflächig in die Werkzeugform eingelegt zu werden und somit die Fließwege zu reduzieren. Damit könnten erstmals große, dünnwandige Bauteile mittels teilflüssiger Formgebung hergestellt werden. Allerdings weisen die Aluminiumfasermatten eine stark vergrößerte Oberfläche auf (Maaß et al., 2014, S. 10) und schleppen somit Oxide ins Gefüge ein. Es gilt zu überprüfen, welche Auswirkungen diese zusätzlichen Oxide auf die Prozessparameter für die teilflüssige Formgebung haben. Sollten sich die Fasern zu einem Bauteil mit homogenen Gefüge formen lassen, so ist auch die Herstellung eines metallischen Verbundwerkstoffes denkbar, denn die Fasermatten lassen sich stapeln und werden für die Formgebung nicht vollständig verflüssigt. Verstärkungsmaterialien können zwischen den Einzelschichten positioniert werden und behalten die Position auch während der Formgebung bei. Durch eine gezielte Schichtzusammenstellung sind lokale Wanddickenunterschiede im Bauteil ebenso möglich (Maaß et al., 2014, S. 5).

2 Stand der Technik

Die semi-solid Verfahren beschreiben alle Verfahren, die Materialien im teilflüssigen Zustand verarbeiten. Dabei wird zunächst nicht das spezifische Fließverhalten des Werkstoffes (z.B. rheopex oder thixotrop) unterschieden (vgl. Kap. 2.1). Das semi-solid Metal Processing (SSM) verbindet als Hybridherstellungsmethode die Elemente des Urformens mit denen des Umformens (Heußen, 1997, S. 9). Ob es sich um ein Ur- oder Umformverfahren handelt, entscheidet letztendlich der Flüssigphasenanteil und das Vergleichsverfahren mit konventionellen Methoden (Klocke, König, 2006, S. 288). Für die korrekte Verfahrensbezeichnung wird dem jeweiligen Ur- oder Umformverfahrens die Vorsilbe „thixo“ oder „rheo“ vorangestellt (z.B. Thixoschmieden, Rheogießen).

Für die semi-solid Verfahren kommen nur Legierungen in Frage, die ein ausgeprägtes Zweiphasengebiet aufweisen. Es müssen mindestens zwei Phasen unterschiedlicher Solidustemperatur im Werkstoff vorhanden sein, weshalb reine Metalle und eutektische Legierungszusammensetzungen nicht geeignet sind. Die Formgebungstemperatur liegt innerhalb des Zweiphasengebiets, d.h. zwischen Solidus- und Liquidus- Temperatur der Legierung. (Uggowitzner, Gullo, Wahlen, 2000, S. 97) Aufgrund der unterschiedlichen Schmelztemperaturen der Legierungsbestandteile kann sich dieser halbfeste Zustand einstellen. Bei der Erwärmung der Legierung in den teilflüssigen Zustand schmilzt zunächst die Phase mit der niedrigsten Schmelztemperatur auf. Die Verflüssigung der Matrix beginnt zuerst an den Korngrenzen (Heußen, 1997, S. 8). Die feste Phase besteht daher aus einzelnen Körnern, die nicht vollständig aufgeschmolzen worden und durch die Aufschmelzung an den Korngrenzen voneinander getrennt sind (Kiuchi, 1989, S. 289). Durch die Verflüssigung der Korngrenzen sind die interkristallinen Bindungskräfte sehr gering und das Material kann einfach getrennt werden. Umgekehrt lassen sich zwei Metalle im semi-solid Zustand einfach verbinden, da sich die Flüssigphasen beider Metalle miteinander vermischen und während der Unterkühlung verbinden. (Heußen, 1997, S. 65ff.)

2.1 Rheologische Zusammenhänge

Die Rheologie befasst sich sowohl mit dem Fließverhalten von Flüssigkeiten, als auch mit dem Deformationsverhalten von Festkörpern. Für die Beschreibung von flüssigen Werkstoffen werden Deformationsgrößen wie die Viskosität η verwendet. Die Viskosität η beschreibt einen inneren Widerstand, der beim Fließen eines Werkstoffes auftritt. Diese Widerstände sind auf Molekularkräfte innerhalb des Materials zurückzuführen, die die Bewegung von Teilchen untereinander beeinflussen. Eine hohe Viskosität beschreibt große Widerstände und somit ein zähes Verhalten. Die Viskosität ist allerdings keine reine Stoffkonstante und muss aus

Messgrößen der stationären bzw. instationären Scherströmung bestimmt werden. (Neudenberger, 2001, S. 14ff.)

Für die Berechnung der Viskosität ist die Scherrate $\dot{\gamma}$ und die anliegende Schubspannung τ erforderlich:

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad \text{Gleichung 2.1}$$

Diese Größen werden mit dem Zweiplattenmodell (vgl. Abbildung 2.1) veranschaulicht, bei dem eine bewegliche Platte gegenüber einer feststehenden Platte vorschoben wird und der Raum zwischen den Platten mit einem fließfähigen Stoff gefüllt ist (Heußen, 1997, S. 33).

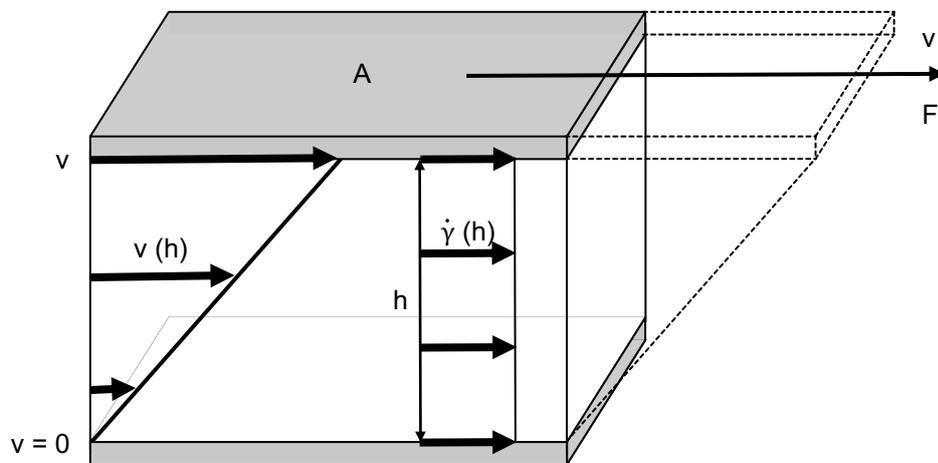


Abbildung 2.1: Beschreibung der Schichtscherrung mit den Größen der Fließgeschwindigkeit $v(h)$ und Scherrate $\dot{\gamma}(h)$ im Scherspalt des Zwei-Platten-Modells (Mezger, 2010, S. 23ff.)

Die Scherrate $\dot{\gamma}(h)$ – auch Schergeschwindigkeit genannt – ergibt sich formal aus der zeitlichen Ableitung des Scherwinkels γ . Alternativ lässt sich Scherrate $\dot{\gamma}$ nach kurzer Rechnung aus der Geschwindigkeitsdifferenz zwischen zwei benachbarten Strömungsschichten (vgl. Abbildung 2.2) ermitteln (Schramm, 1981, S. 6):

$$\dot{\gamma}(h) = \frac{d\gamma}{dt} = \dots = \frac{dv}{dh} \quad \text{Gleichung 2.2}$$

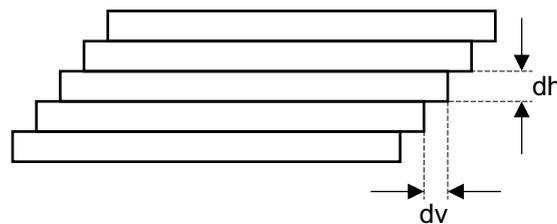


Abbildung 2.2: Ebene, laminare Schichtströmung einer Flüssigkeit (Mezger, 2010, S. 24)

Damit dieses Modell ein reines Scherfließen beschreibt, bei dem die Fluidschichten aneinander abgleiten, müssen folgende Annahmen erfüllt sein (Heußen, 1997, S. 33):

- I. Das Fluid hat an beiden Platten (in Falle des Zwei-Platten-Modells) Wandhaftung¹, d.h. es rutscht oder gleitet nicht.
- II. Es liegt eine laminare Fließbedingung, d.h. Schichtströmung vor und es tritt keine turbulente Strömung (z.B. Wirbel) auf.

Damit lässt sich die Scherrate $\dot{\gamma}$ aus den konstanten Geschwindigkeitsdifferenzen ($dv = \text{const.}$) sowie den gleichen Dicken ($dh = \text{const.}$) benachbarter Schichten umformulieren:

$$\dot{\gamma} = \frac{dv}{dh} = \text{const.} = \frac{v}{h} \quad \text{Gleichung 2.3}$$

Die Viskosität η entspricht dem Quotienten aus Schubspannung τ und Scherrate $\dot{\gamma}$ (vgl. Gleichung 2.1). Ist dieser Quotient konstant, wird von der Scherviskosität gesprochen, was für newtonsche idealviskose Fluide zutrifft. In diesem Fall ist die Viskosität unabhängig von der Größe und Dauer der Scherbelastung. Verändert sich der Quotient hingegen, so wird von der scheinbaren Viskosität η_{app} gesprochen.

$$\eta_{\text{app}} = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \neq \text{const.} \quad \text{Gleichung 2.4}$$

Die trifft bei scherverdünnendem und scherverdickendem Verhalten im Allgemeinen² zu (Mezger, 2010, S. 28 – 40). Werden weitere Materialeigenschaften, wie die Dichte in die Berechnung der Viskosität einbezogen, kann weiterhin zwischen dynamischer und kinematischer Viskosität unterschieden werden. Auf diese differenzierte Unterscheidung wird nicht weiter eingegangen.

Typischerweise wird das charakteristische Verhalten der Fluide anhand von Fließ- oder Viskositätskurven dargestellt. Die dargestellten Kurven werden bei einer konstanten Temperatur und einem variablen Scherratenprofil $\dot{\gamma}(t)$ erstellt, woraus die typischen Verläufe korreliert werden (vgl. Abbildung 2.3).

¹ Die Haftbedingung ergibt sich aus den Randbedingungen der Navier-Stokes-Gleichung für die reibungsbehaftete Strömung: $v(h=0) = 0$ und $v(h=h_{\text{max}}) = 0$

² Bei scherverdünnendem und scherverdickendem Verhalten muss korrekterweise zwischen zeitunabhängigem und zeitabhängigem, scherverdünnendem bzw. scherverdickendem Verhalten unterschieden werden. Diese Unterscheidung hat allerdings keine weiteren Auswirkungen auf die Bezeichnung der scheinbaren Viskosität η_{app} .

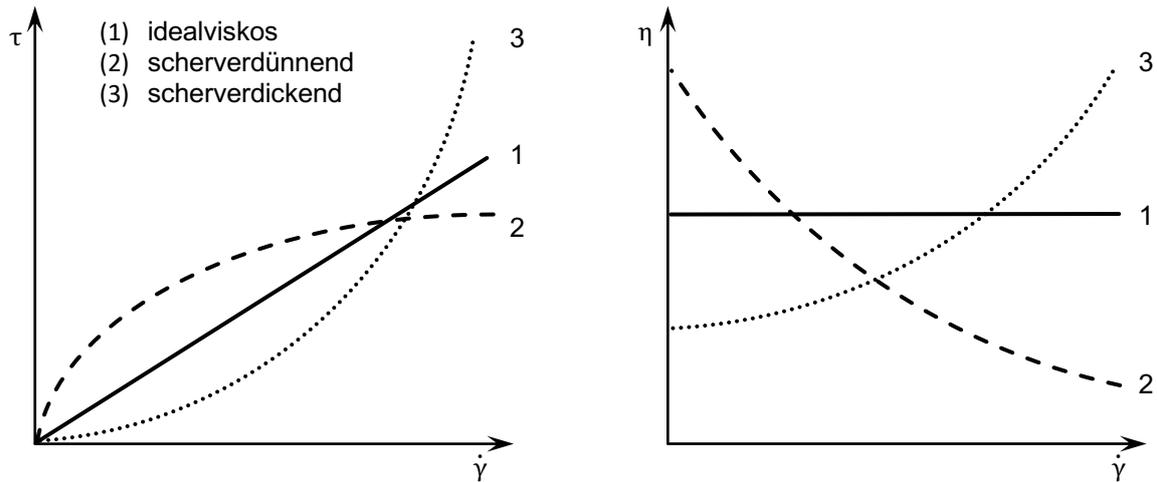


Abbildung 2.3: Rheologischen Verläufe von Fluiden als Fließkurve (links) und Viskositätskurve (rechts) (nach (Mezger, 2010, S. 37))

Fluide, die eine zeitunabhängige und scherratenabhängige Viskosität aufweisen, bezeichnet man als strukturviskos oder pseudoplastisch. Dieses Verhalten trifft auf viele Emulsionen oder Suspensionen zu. (Schramm, 1981, S. 13)

2.2 Thixotropes Verhalten

Unter Thixotropie versteht man ein zeitabhängiges und scherverdünnendes Verhalten. Aufgrund eines inneren Strukturabbaus verringert sich die Viskosität η_{app} bei konstanter Scherrate. Das Phänomen der Thixotropie unterscheidet sich daher klar von einem zeitunabhängigen, scherverdünnenden Verhalten (shear thinning, strukturviskos), bei dem die Viskosität nur aufgrund der Scherbelastungszunahme abnimmt. (Mezger 2010, S. 40 – 75) Bei thixotropen Werkstoffen ist neben den unterschiedlich schmelzenden Phasenbestandteilen, die zur Bildung von fester und flüssiger Phase führen, auch die Ausbildung eines räumlichen Netzwerks im unbelasteten Zustand eigenschaftsbestimmend. Zunächst orientieren sich die in der Suspension enthaltenen Festphasenpartikel im Ruhezustand regellos und die Festphase bildet sogenannte Korncluster (Überstrukturen), die das räumliche Skelettnetzwerk (Abbildung 2.4) darstellen. (Uggowitz, Gullo, Wahlen, 2000, S. 95)

Die damit verbundene, hohe Viskosität im unbelasteten Zustand ist ein wesentliches Merkmal von thixotropen Werkstoffen (Modigell, Koke, 1999, S. 17). Die Suspension kann im unbelasteten Zustand als Festkörper beschrieben werden (Uggowitz, Gullo, Wahlen, 2000, S. 96). In einer Suspension mit dendritischer Festphase bildet sich das Skelettnetzwerk bereits ab einem Festphasenanteil von 20% aus (Joly, Mehrabian, 1976, S. 1393). Die Formstabilität des Einsatzmaterials – ohne Belastung – ist für die praktische Anwendung entscheidend, denn ist der Flüssigphasenanteil so hoch, dass kein zusammenhängendes Netzwerk gebildet werden kann (vgl. Abbildung 2.4), so kann das Material bereits unter dem Schwerkrafteinfluss zu fließen beginnen (Kiuchi, 1989, S. 295).

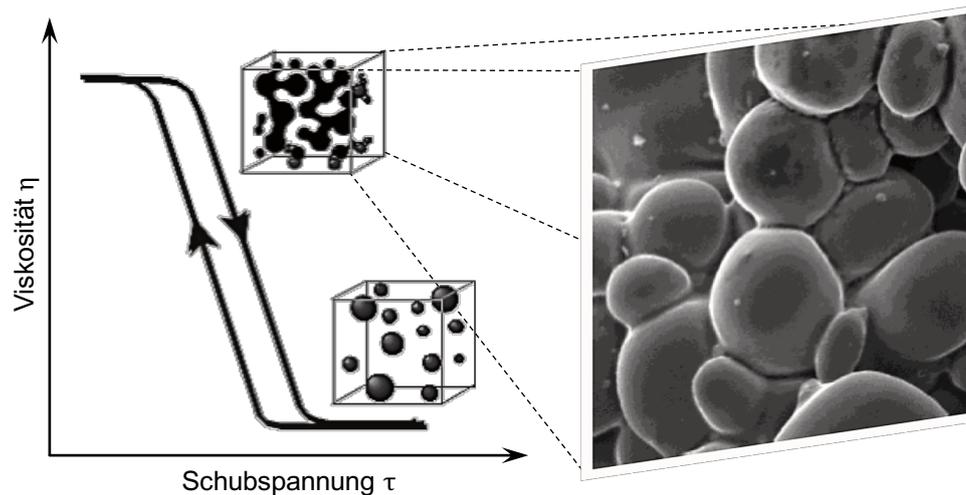


Abbildung 2.4: Festphasenskelett durch Agglomeration der Körner (nach (Uggowitzer, Gullo, Wahlen, 2000, S. 96))

Das thixotrope Verhalten ist von den Mechanismen im Fluid abhängig (Heußen, 1997, S. 104). „Zum Zeitpunkt der Formgebung muss der Werkstoff als eine fest-flüssig (!) Suspension mit geringer Viskosität vorliegen“ (Uggowitzer, Gullo, Wahlen, 2000, S. 95). Durch Initiierung der Schubspannung τ , d.h. bei Belastung, werden die Agglomerate aufgebrochen, die eingeschlossene Flüssigphase freigesetzt und die Festphasenbestandteile bewegt. Dadurch entsteht eine fließfähige Suspension, in der die Festphasenbestandteile durch flüssige Matrixphase umgeben sind. Gleiten, Rotation sowie Translation sind die wirkenden Mechanismen der Partikel innerhalb der Suspension (vgl. Abbildung 2.5). (Joly, Mehrabian, 1976, S. 1416)

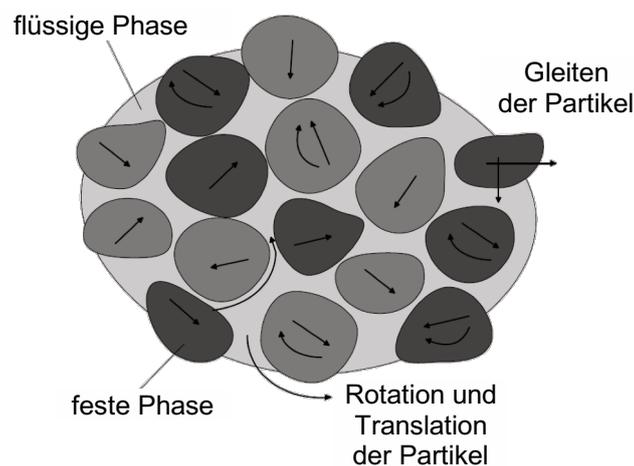


Abbildung 2.5: Verformungsmechanismen innerhalb des teilflüssigen Materials während der Fließbewegung (Klocke, König, 2006, S. 286)

Durch zunehmende Scherbewegung orientieren sich die deagglomerierenden³ Partikel in Fließrichtung und der Fließwiderstand sinkt (Joly, Mehrabian, 1976, S. 1416). Das Aufbrechen

³ Die Höhe von Agglomeration und Deagglomeration ist abhängig von der Verteilung der Fest- und Flüssigphase.

der Agglomerate erfordert die größte Kraft während des gesamten Formgebungsprozesses (Schramm, 1981, S. 17) und der Fließwiderstand steigt bei Scherbeanspruchung zunächst an, bevor der Viskositätsabfall eintritt (Kiuchi, Kopp, 2002, S. 661). Die Deagglomeration erfolgt aufgrund von Diffusionsprozessen zeitverzögert (Wolf, 2004, S. 14). Wird die Scherung über eine endlich lange Zeit aufrecht erhalten, so stellt sich nach anfänglichem steilen Abfall der Viskosität ein Gleichgewicht aus Agglomeration und Deagglomeration ein (Weipert et al., 1993, S. 77). Ist dieser Zustand erreicht, so ändert sich die Viskosität nicht weiter, was als „state steady“ bezeichnet wird (Neudenberger, 2001, S. 19). Bis zu diesem stationären Zustand sinkt die Viskosität aufgrund des inneren Strukturabbaus (Heußen, 1997, S. 66).

Nach Abklingen der Scherbeanspruchung bildet sich die ursprüngliche Viskosität zeitverzögert wieder aus, d.h. das thixotrope Fließverhalten ist ein reversibler Vorgang (Abbildung 2.6). Die Viskosität ist auch eine Funktion der Temperatur und somit eine Funktion des Fest- bzw. Flüssigphasenanteils. Mit steigendem Flüssigphasenanteil sinkt die Viskosität und somit die zum Fließen notwendige Schubkraft. Die Höhe der endgültig vorliegenden Viskosität ist daher von dem Festphasenanteil, der Scherrate und der Zeit abhängig: $\eta = f(f_s, \dot{\gamma}, t)$. (Flemings, 1991, S. 960)

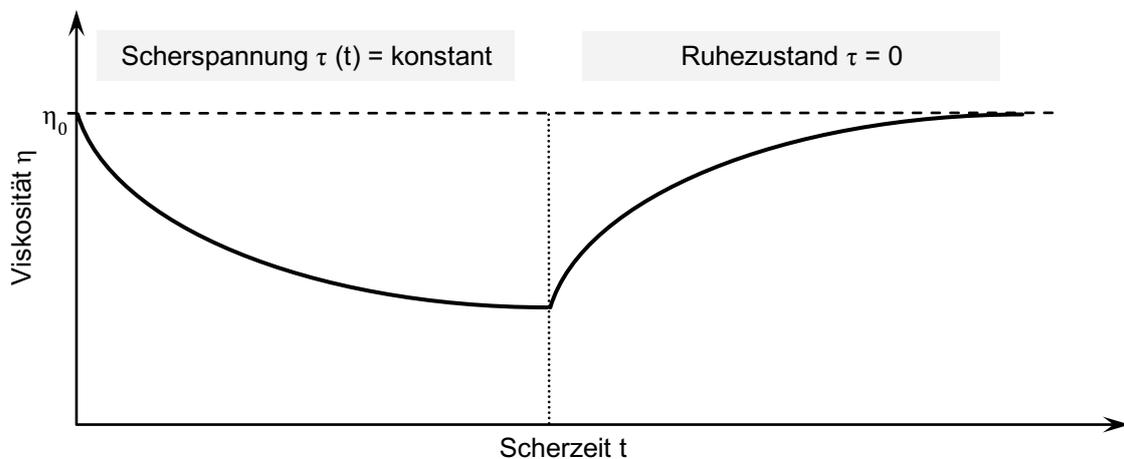


Abbildung 2.6: Thixotroper Viskositätsverlauf bei Belastung und Entlastung des Fluids (Doege, Behrens, 2007, S. 685)

Als Voraussetzung für die korrekte Bezeichnung der Thixotropie müssen sich die ursprünglichen Viskositätswerte nach Beendigung der Scherbelastung und einer endlich langen Ruhephase wieder einstellen. Sollte dies nicht der Fall sein, ist die Bezeichnung eines unvollständigen, thixotropen Verhaltens konkreter. Gründe dafür können ein bleibender Strukturabbau des Fluids während der Scherbelastungsphase sein. (Mezger, 2010, S. 75 – 76) Metallische Suspensionen verhalten sich ab einem Festphasenanteil von mehr als 30% thixotrop (Joly, Mehrabian, 1976, S. 1410).

2.3 Morphologieänderung

Die rheologischen Eigenschaften sind neben dem temperaturabhängigen Festphasenanteil auch von der Festphasengestalt und Festphasengröße abhängig (Modigell, Koke, 2001, S. 53). Aus dem flüssigen Zustand erstarrte Metalle weisen ein dendritisches Gefüge auf. Die ausgebildete, verästelte Form ist auf Diffusion (Mikroseigerungen an der Erstarrungsfront) und thermische Vorgänge (lokale Unterkühlung und Wärmeabfuhr) während der Erstarrung zurückzuführen, bei der die Reduzierung der Oberflächenenergie die Triebkraft ist (Kurz, Fisher, 1992, S. 63). Im unbelasteten Zustand bilden sowohl das globulitische als auch das dendritische Gefüge halsartige Überstrukturen (vgl. Abbildung 2.4) aus. Die Dendritenarme verhaken sich während des Agglomerierens ineinander, was die hohe Viskosität bei Scherbeginn erklärt. (Flemings, 1991, S. 963) Die Initialscherrung muss diese Überstrukturen aufbrechen, um das Abgleiten der Partikel zu ermöglichen. Zu Beginn der Formgebung muss daher eine Fließgrenze überwunden werden. Nachdem die Überstrukturen aufgebrochen wurden, hängt das weitere Fließverhalten und die daraus resultierende Viskosität von Formfaktoren der Festphase ab. (Modigell, Koke, 2001, S. 54) Die von Flüssigphase umgebenen Dendriten unterliegen während des Fließens verschiedenen Mechanismen, was zu einer Morphologieänderung führt (Flemings, 1991, S. 963). Diese Vorgänge werden von JENNING (Jenning, 2009) sehr übersichtlich dargestellt:

I. Deformation und Fragmentierung

Durch initiierte Scherkräfte unterliegen die Dendriten einer Belastung infolge des strömenden Fluids und der Kollisionen mit anderen Dendriten. Da die geometrischen Querschnitte an einem einzelnen Dendriten aufgrund des Kristallwachstums nicht homogen sind, führt die mechanische Belastung innerhalb des Dendrits zu lokalen Spannungsüberhöhungen. (Doherty, Lee, Feest 1984, S. 183) Dort können Risse entstehen und die Dendritenarme brechen (Abbildung 2.7). Verstärkt wird der Prozess durch ein Abschmelzen an den hochbelasteten Stellen. (Flemings, 1991, S. 960 – 963)

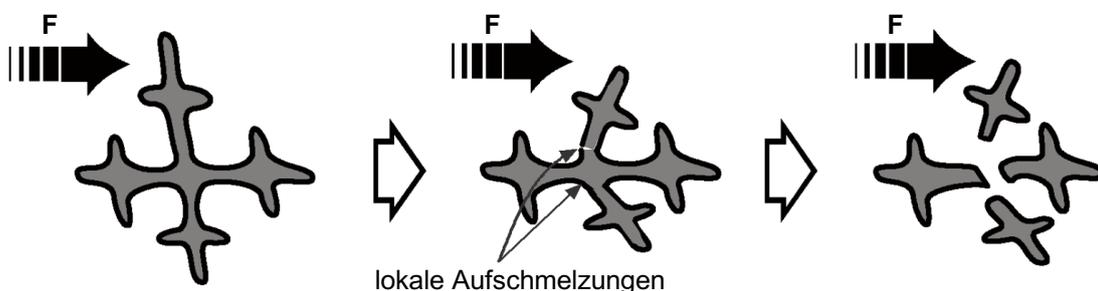


Abbildung 2.7: Fragmentierung der dendritischen Struktur (Jenning, 2009, S. 16)

II. Verrunden und Ostwaldreifung

Infolge der anhaltenden Strömungsbewegung mit abrasiven Mechanismen werden die Fragmente recht schnell verrundet (Sahm, Egry, Volkmann, 1999, S. 258ff.). Dabei

gleicht die Scherbewegung lokale Temperatur- und Konzentrationsunterschiede aus, was ein einebnendes Abschmelzen der Fragmente begünstigt (Wu, Wu, Xiao, 2004, S. 3519ff.), deren Oberfläche den energetisch günstigeren Zustand eines Globulits (Abbildung 2.8) einnehmen (Ostwald, 1900, S. 503).

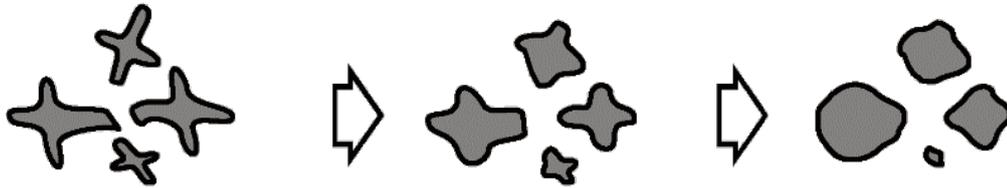


Abbildung 2.8: Verrunden und Ostwaldreifung der Fragmente (Jenning, 2009, S. 16)

III. Vergrößerung und Verkleinerung

Durch die anhaltende Scherbewegung kollidieren auch bereits verrundete Fragmente und agglomerieren (vgl. Abbildung 2.9). Anschließend kann eine Koaleszenz erfolgen, bei der die Fragmente, wie beim Flüssigphasensintern über verschiedene Stadien miteinander verschmelzen. (Wan, Sahm, 1990, S. 2367ff.) Durch parallel ablaufende Vergrößerung und Verkleinerungsprozesse stellt sich zeitabhängig die tatsächliche Partikelgröße ein (Doherty, Lee, Feest, 1984, S. 183).

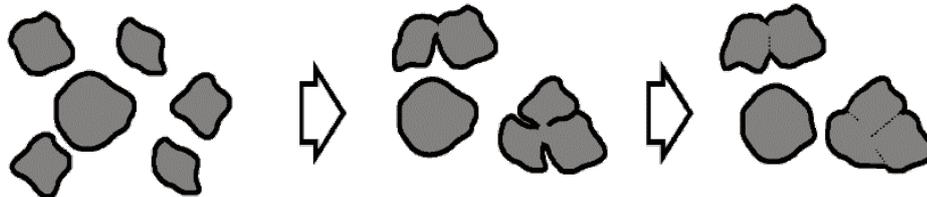


Abbildung 2.9: Kollision und Koaleszenz einzelner Fragmente (Jenning, 2009, S. 17)

Nach der Verschmelzung unterliegen auch die verschmolzenen Partikel der mechanischen Belastung, durch die Versetzungen innerhalb des Fragmentes entstehen. Bei nun anschließenden Umkristallisationsprozessen, die durch die Temperatur gefördert werden, können Großwinkelkorngrenzen entstehen, deren Energie größer als die Phasengrenzflächenenergie ist, an denen die flüssige Schmelze selektiv angreift (Abbildung 2.10) und die Partikel aufschmilzt bzw. zerkleinert. (Wan, 1991, S. 22, 48)

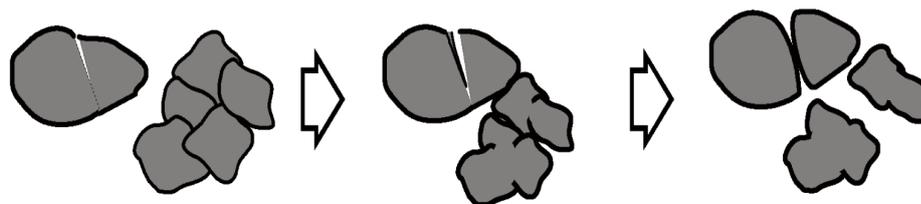


Abbildung 2.10: Partikelverkleinerung von verschmolzenen Fragmenten (Jenning, 2009, S. 18)

Die Evolution der Partikel kann über die verschiedenen Stadien der Belastung betrachtet werden (Abbildung 2.11). Die verschiedenen Stadien werden von bestimmten Vorgängen dominiert, die letztendlich die Partikelgröße bestimmen (Wan, 1991, S. 36ff.). Nach ausreichend langer Zeit pendelt sich ein Gleichgewicht zwischen vergrößernden und verkleinernden Prozessen ein, wodurch sich die vorherrschende Partikelgröße einstellt. Der exakte zeitliche Verlauf muss je nach Legierungssystem experimentell ermittelt werden (Joly, Mehrabian, 1976, S. 1401ff.).

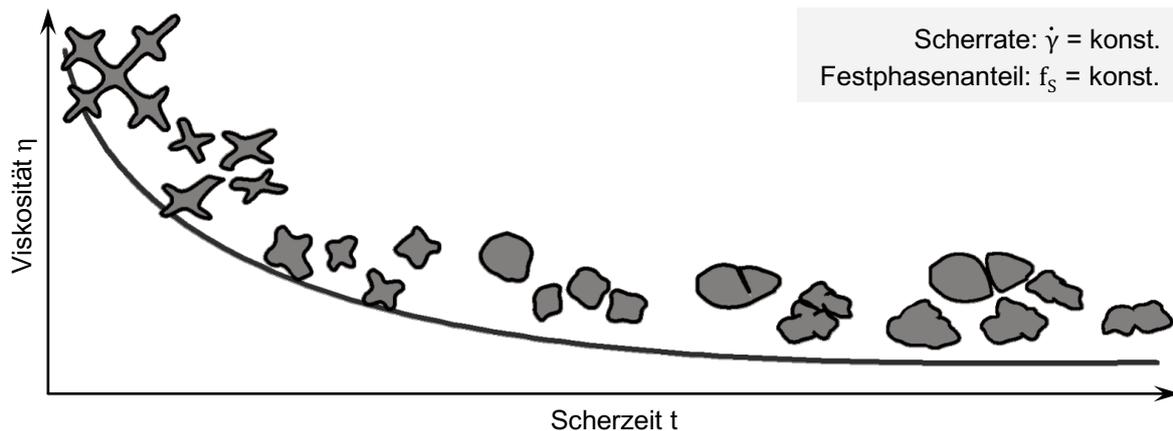


Abbildung 2.11: Die Evolution der Morphologie von Dendriten erklärt die Reduktion der Viskosität (Jenning, 2009, S. 20)

Eines der wesentlichen Merkmale des reinen thixotropen Fließverhaltens ist die reversible Einstellung der ursprünglichen Viskosität nach Beendigung der Scherung. Im Umkehrschluss heißt das, dass es während der Scherung/Strömung zu keiner merklichen Veränderung der Struktur kommen darf. Die beschriebene Morphologieänderung geht allerdings mit dem Strukturabbau einher und beschreibt somit das pseudoplastische⁴ Verhalten. Beide Phänomene sind scherratenabhängig und scherverdünnend. Allerdings ist das thixotrope Fließverhalten zeitabhängig und das pseudoplastische hingegen nicht. (Mezger, 2010, S. 40ff.)

Die Veränderung vom Dendrit zum Spheroid reduziert beim pseudoplastischen Verhalten irreversibel die Viskosität der Suspension (Joly, Mehrabian, 1976, S. 1405). Erst wenn der Dendrit aufgrund der Belastung eingerundet wurde, kann das Verhalten als reversibel und thixotrop beschrieben werden (Heußen, 1997, S. 44). Dieser Zustand wird bei der Vormaterialherstellung (vgl. Kapitel 2.8.1) herbeigeführt. Dabei bestimmt die Scherzeit die einstellende Teilchengröße und Teilchenform (Wan, 1991, S. 27). Weiterhin sinkt die Viskosität mit abnehmender Partikelgröße der Festphase (Joly, Mehrabian, 1976, S. 1413).

⁴ Das pseudoplastische Verhalten wird auch strukturviskoses Verhalten genannt.

2.4 Fließparameter

Die Fließspannung des Metalls nimmt im Allgemeinen mit steigender Temperatur ab. Dies wird bei der Warmumformung ausgenutzt (Kiuchi, 1989, S. 289). Die Temperatur bei klassischen Warmformverfahren liegt zwischen $0,5 - 0,8 T_s$.

Die Anwendung der semi-solid Technologien findet bei höheren Temperaturen im Bereich zwischen der Liquidus- und Solidus- Temperatur ($T_s < T < T_L$) statt. In diesem Bereich liegt eine ausgeprägte Gefügestruktur aus fester und flüssiger Phase vor, wodurch sich die Formgebungsmechanismen deutlich von denen im festen Zustand unterscheiden (Heußen 1997, S. 6). Durch die flüssige Phase zwischen den festen Partikeln, herrschen kaum bzw. keine Bindungskräfte zwischen den Partikeln. Aufgrund der Belastung während der Formgebung können die Partikel leicht aneinander abgleiten und somit in Translation bzw. Rotation versetzt werden (Abbildung 2.5), was die geringe Fließspannung begründet (Kiuchi 1989, S. 289). Die Fließspannung hängt von den Prozessparametern Phasenanteil, Belastungsgeschwindigkeit (Scherrate), Belastungsdauer sowie Partikelmorphologie ab (Heußen, 1997, S. 41).

Für die Beschreibung der Verformung des teilflüssigen Werkstoffes kommen sowohl die Fließspannung, als auch die Viskosität in Betracht (Abbildung 2.12). Durch das Vorhandensein der flüssigen Komponente haben die fluid-dynamischen Größen wie die Viskosität η oder die Scherrate $\dot{\gamma}$ eine größere Bedeutung (Heußen 1997, S. 76), da die strömende Flüssigphase für das Formgebungsverhalten des teilflüssigen Metalls eigenschaftsbestimmend ist (Kiuchi 1989, S. 294). Die Flüssigphase wird als newtonsches Fluid mit konstanter, temperaturabhängiger Viskosität betrachtet (Kiuchi, Kopp 2002, S. 661). Daher ist die Viskosität des teilflüssigen Metalls eine geeignete Kenngröße für die Beschreibung des thixotropen Werkstoffes.

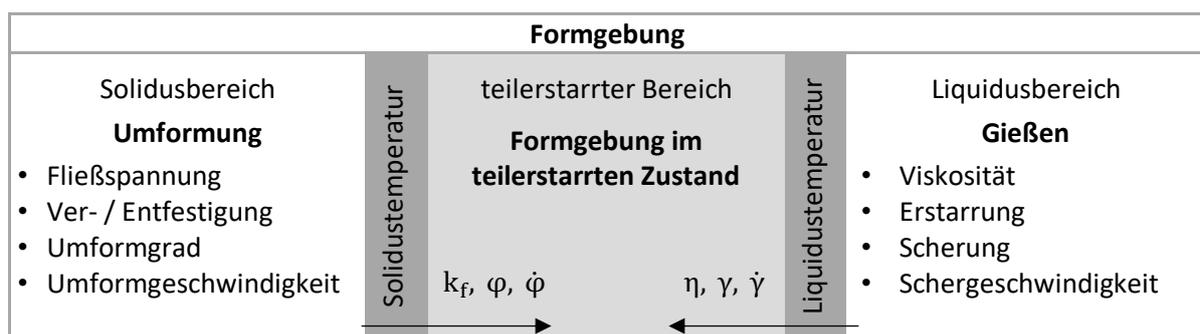


Abbildung 2.12: Größen zur Beschreibung eines thixotropen Werkstoffes (nach (Klocke, König 2006, S. 290))

Die Flüssigphase wirkt als Schmierfilm, was das Abgleiten der einzelnen Partikel untereinander erleichtert und zugleich die Reibung mit dem Werkzeug verringert. Bei Extrusionen von Aluminium-Kupfer-Legierungen mit unterschiedlichen Festphasenanteilen konnte der notwendige Formgebungsdruck durch die Senkung des Festphasenanteils von 100% auf 70% um 75% reduziert werden. Ab einem Flüssigphasenanteil von mehr als 30% ist der

erforderliche Extrusionsdruck einer thixotropen Aluminiumlegierung mit dem eines konventionellen aber reibungsfreien Heiextrusionsverfahrens vergleichbar (Kiuchi, 1989, S. 296ff.).

2.5 Segregation

Der Anteil an Festphase beeinflusst die Viskosität des erwärmten Materials. Durch einen höheren Festphasenanteil nimmt die Kontiguität zu, was sich durch einen erhöhten Widerstand bei der Formgebung widerspiegelt. Bei der thixotropen Formgebung kann Segregation auftreten, bei der die flüssige, eutektische Phase aus der Probe gepresst wird (vgl. Abbildung 2.13). (Secondé, Suéry 1984, S. 3998ff.)

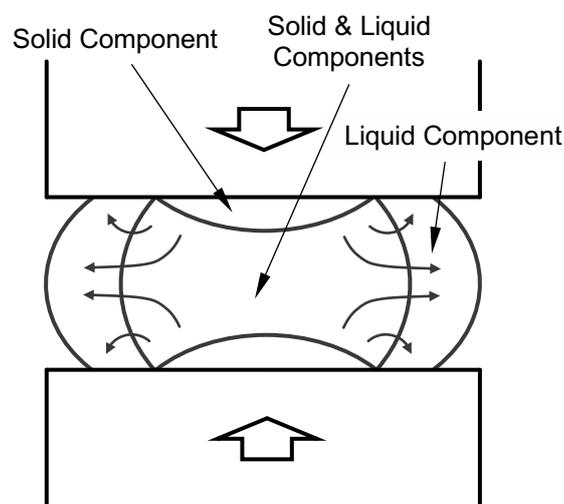


Abbildung 2.13: Schema zum Entmischungsverhalten während eines Kompressionsversuches (Kang, Choi, Kim 1999, S. 165)

Die Phasenseparation wird durch die Formung bedingt und kann sowohl global als auch lokal im Bauteil auftreten. Dies führt zu einer inhomogenen Legierungszusammensetzung und damit zu unterschiedlichen mechanischen Werkstoffeigenschaften (Kiuchi, Kopp, 2002, S. 661). Mit zunehmendem Grad der Umformung nimmt auch die Segregation zu (Neudenberger, 2001, S. 33). Dabei kommt es innerhalb der Proben zu unterschiedlichen Entmischungsgraden. Ausgehend von Probenmitte (starke Entmischung) nimmt die Entmischung Richtung Probenrand ab. (Neudenberger, 2001, S. 114)

Im festen Zustand unterscheidet sich das Kompressionsverhalten von dendritischen und nicht-dendritischen Strukturen nicht. Im halbfesten Zustand hingegen existiert ein unterschiedliches Fließverhalten beider Strukturen. (Secondé, Suéry, 1984, S. 3998ff.) Das Entmischungsverhalten ist auch von der Festphasenmorphologie abhängig. Bei Dendriten können sich die Dendritenarme während der Formgebung verhaken, was zum Herauspressen von Matrixschmelze aus dem Werkstück und somit zu Seigerungen im Material führt. (Heußen 1997, S. 44) Bei dendritischen Gefügen tritt Segregation sehr stark auf, bei globulitischen bzw. fein-

dendritischen Gefüge erst ab einem Umformgrad von 60% (Neudenberger, 2001, S. 36). Zentrale Erkenntnisse sind, dass eine Entmischung nicht über die Probehöhe festgestellt werden konnte (Neudenberger, 2001, S. 36) und dass beim Thixoschmieden nur geringe Segregation auftritt (Neudenberger, 2001, S. 114).

Durch die Verwendung einer Suspension mit geringerer Partikelgröße kann die Entmischungsneigung verringert werden, wobei der Kraftbedarf steigt. Zu begründen ist dies durch ebenfalls steigende Viskosität, die durch größere Reibungskräfte aufgrund der größeren inneren Oberfläche resultiert. (Achten 1995, S. 116) Weiterhin ist die Entmischung bei hohen Umformgeschwindigkeiten geringer als bei kleinen Umformgeschwindigkeiten, denn durch eine hohe Strömungsgeschwindigkeit steigen die Reibungseffekte und die flüssige Phase kann sich schwerer entmischen (Suéry, Flemings 1982, S. 1809ff.).

Bei externer Erwärmung können Abtropfverluste während der Überführung in das Werkzeug entstehen, die ebenfalls einen Einfluss auf die Legierungszusammensetzung des Bauteils haben können. Die Phänomene werden in (Noll, et al., 2000) bei Abtropfverlusten während der Aufheizphase beschrieben. Dort wurden Bolzen extern, induktiv erwärmt und aufgrund des Eigengewichts tritt bereits Flüssigphase aus, die als Abtropfverluste bezeichnet werden. Diese Verluste müssen bei der Berechnung der Formfüllung berücksichtigt werden.

Aktuelle Forschungen beschäftigen sich mit dem zeitabhängigen Rheoforging (time-dependent rheoforging), das sich in 3 Schritte unterteilt. Zunächst wird die Vorformung für die grobe Formfüllung mit einem Flüssigphasenanteil zwischen 40% und 60% durchgeführt. Dabei entstehen, je nach Umformgrad, Randbereiche mit anteiliger Segregation. Im zweiten Schritt verweilt die Formgebung am Ende der Vorformung (Haltezeit zwischen 0 - 8 s) und das Material kristallisiert unter Temperaturabnahme auch in den segregierten Randbereichen gleichmäßig. Anschließend erfolgt die finale Konturformung mit einem Flüssigphasenanteil zwischen 10% und 30%. (Meng, et al., 2014, S. 3044) Der Nachteil der Segregation wird durch eine Nachformung bei geringerem Festphasenanteil kompensiert.

2.6 Mushy State

Das Vorhandensein von flüssiger und fester Phase wird als mushy state bezeichnet (Kiuchi 1989, S. 289). Dabei wird nicht zwischen dem Fließverhalten oder den Kornformen (globulitisch/dendritisch) unterschieden. Demnach kann jedes halbflüssige Metall als „mushy metal“ bezeichnet werden. Der Unterschied zwischen einem allgemeinen mushy metal und einem spezifischen semi-solid metal besteht vorrangig im Fließverhalten. Auch das Gefüge des mushy metals schmilzt infolge von Erwärmung zunächst an den Korngrenzen auf. Dabei wird die verbleibende Festphase durch die Flüssigphase an den aufgeschmolzenen Korngrenzen separiert. Allerdings verhält sich ein mushy metal wie ein Klumpen, denn die Festphase ist

wenig an der Deformation des Fluids beteiligt (Abbildung 2.14). Das Fließverhalten ist stark durch die Flüssigphase geprägt und die Fließspannung ist linear abhängig vom Flüssigphasenanteil. Damit ist das Potential einer Segregation wesentlich höher als bei der Formung mit einem semi-solid metal. Das semi-solid metal weist aufgrund gezielter Vorbehandlungen zur Einstellung eines speziellen Gefüges auch ein spezielles nicht-newtonsches Fließverhalten auf. (Kiuchi, Kopp, 2002, S. 654)

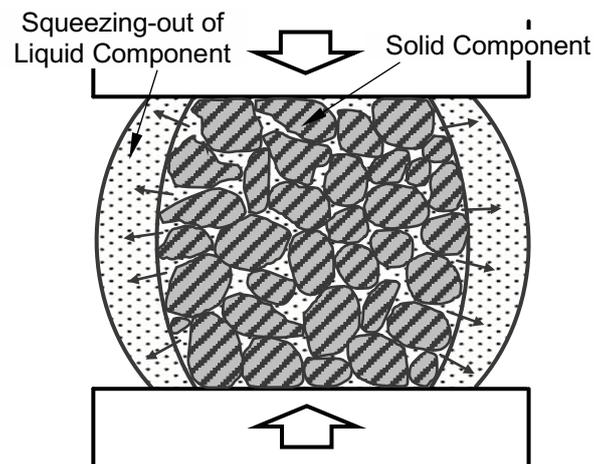


Abbildung 2.14: Fließverhalten der Flüssigphase im mushy state (Kiuchi, Kopp, 2002, S. 655)

Durch die Erwärmung sinkt der Festphasenanteil. Ab einem Festphasenanteil von 80 % ($f_s < 0,8$) lässt sich der Werkstoff leicht vorformen. Die flüssige Phase strömt durch die Freiräume zwischen den festen Phasenbestandteilen. Bei höheren Festphasenanteilen ($f_s > 0,8$) wird der Strömungswiderstand durch die geringeren Hohlräume erhöht. Hierbei kann es morphologieunabhängig zur Segregation kommen. (Kiuchi, 1989, S. 290) Die Segregation wird durch einen hohen Umformgrad verstärkt und es kann Porosität im Gefüge in Folge des Herausquetschens der flüssigen Phasen auftreten. Die Proben können dadurch aufbrechen. (Kang, Choi, Kim 1999, S. 164)

Bei einem zunehmenden Festphasenanteil von mehr als 40% nähert sich die Fließverhalten des semi-solid metals dem des mushy metals an. Ab 60% Festphasenanteil verhalten sich beide teilflüssige Metalle identisch, wie newtonsche Fluide. (Kiuchi, Kopp, 2002, S. 658)

2.7 Materialstauchung

Neben der Segregation müssen weitere Vorgänge im Material betrachtet werden. Durch die Werkzeugbewegung (Stößelabwärtsbewegung) werden Druckspannungen in das temperierte Material initiiert. Durch die Spannungen weicht das teilflüssige Material aus. Je nach Reibungszustand treten in der Suspension verschiedene Strömungszustände auf. Liegt keine Reibung zwischen dem Werkstoff und dem Werkzeug vor, so tritt eine reine Dehnströmung auf. Sind die Reibungseffekte nicht zu vernachlässigen, so existieren neben der Dehnströmung auch Scherströmungen, die berücksichtigt werden müssen. (Neudenberger, 2001, S. 24) Das

Material wird im Werkzeugspalt gequetscht und man kann i.a. von einer Quetschströmung sprechen. Für zylindrische Proben existieren dazu rechnerische Ansätze, die mit einem Zylinderstauchversuch einhergehen (Abbildung 2.17).

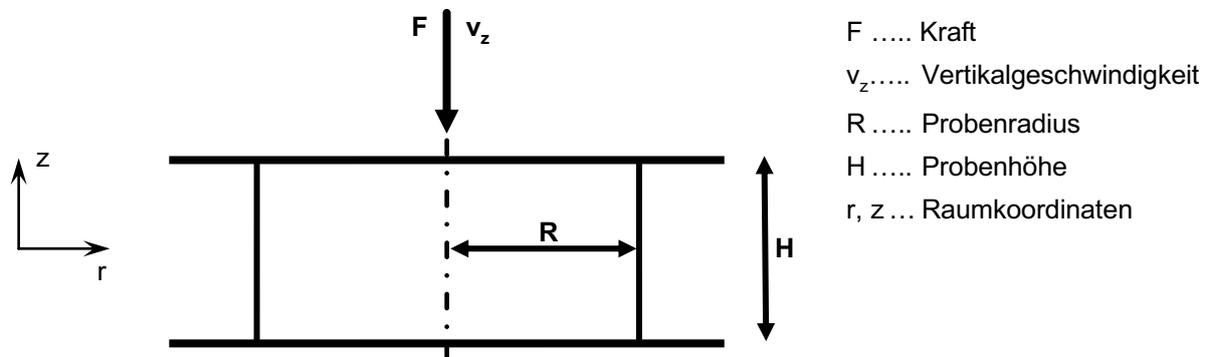


Abbildung 2.15: Quetschung einer zylindrischen Stauchprobe zwischen planparallelen Platten (Kopp, Wiegels 1998, S. 31)

Als Grundlage für die Berechnungen der fluidmechanischen Vorgänge gelten die Navier-Stokes- und Kontinuitätsgleichungen. Allerdings gilt die Navier-Stokes-Gleichung nur für newtonsche Fluide. Ebenso existiert für das Quetschen mit ebenen Platten keine exakte Lösung der Navier-Stokes-Gleichung, sondern lediglich näherungsweise Lösungen (Altmüller 2007, S. 5). Die Kontinuitätsgleichung hingegen repräsentiert die Masseerhaltung ohne Einschränkung der Fluidform:

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho \cdot \underline{u}) = 0 \quad \text{Gleichung 2.5}$$

Für inkompressible Stoffe gilt $\partial \rho / \partial t = 0$ und für die Auswertung sind die Geschwindigkeiten des Geschwindigkeitsvektors \underline{u} zu messen. Für die Auswertung des ebenen Zustandes $\underline{u} = (v_r, v_z)$ sind weitere Randbedingungen anzunehmen.

Für den *reibungsfreien* Zylinderstauchversuch kann die Vertikalgeschwindigkeit v_z im Materialfluss als lineare Funktion beschrieben werden (Kopp, Wiegels, 1998, S. 29ff.):

$$v_z(z) = -\frac{v_w}{h} \cdot z \quad \text{Gleichung 2.6}$$

Die Auswertung erfolgt unter Berücksichtigung folgender Randbedingungen:

- ❖ An der Kontaktfläche zum bewegten Oberwerkzeug nimmt das Material die Geschwindigkeit vom Werkzeug an: $v_z(z = h) = -v_w$
- ❖ Am stehenden Unterwerkzeug (Auflagefläche) nimmt das Material den Wert Null an: $v_z(z = 0) = 0$

Die Radialgeschwindigkeit v_r steigt ausgehend von der Zylinderachse linear nach außen ($r \rightarrow R$) an.

$$v_r(r) = v_w \cdot \frac{r}{2 \cdot h} \quad \text{Gleichung 2.7}$$

- ❖ In der Zylinderachse herrscht die Geschwindigkeit Null: $v_r(r = 0) = 0$
- ❖ Am äußeren Rand des symmetrischen Zylinders herrscht die maximale Geschwindigkeit:

$$v_r(r = R) = v_w \cdot \frac{R}{2 \cdot h} \quad \text{Gleichung 2.8}$$

Durch diese Beziehung folgt, dass die Schergeschwindigkeiten infolge der eingeleiteten Werkzeuggeschwindigkeit zum Rand hin zunehmen.

Beim *reibungsbefahenen* Zylinderstauchversuch hängen sowohl Vertikal- als auch Radialgeschwindigkeit von der Höhe z und dem Radius r ab – $v_z(z, r)$ und $v_r(z, r)$. Die Verläufe der Vertikal- und Radialgeschwindigkeiten überlagern sich und weisen einzeln betrachtet keinen linearen Verlauf mehr auf. (Kopp, Wiegels 1998, S. 31)

Bis zu einer Stempelgeschwindigkeit von 500 mm/s liegen auch bei Zylinderstauchversuchen laminare Strömungsbedingungen vor (Neudenberger 2001, S. 53ff.). Bei thixotropen Metallschmelzen wird im Allgemeinen von einer laminaren Formfüllung ausgegangen (Modigell, Koke 1999, S. 18).

Für die Vergleichbarkeit verschiedener Ergebnisse wird der Umformgrad φ und die Umformgeschwindigkeit $\dot{\varphi}$ benötigt. Der aktuelle Umformgrad lässt sich wie folgt berechnen (Heußen 1997, S. 83):

$$\varphi = \ln\left(\frac{h(t)}{h_0}\right) \quad \text{Gleichung 2.9}$$

$$\dot{\varphi} = \frac{d\varphi}{dt} \quad \text{Gleichung 2.10}$$

Ist die Umformgeschwindigkeit $\dot{\varphi}$ konstant, so lässt sich diese aus der Werkzeuggeschwindigkeit v_w und der aktuellen Höhe der Probe berechnen (Doege, Behrens, 2007, S. 88):

$$\dot{\varphi} = \frac{v_w}{h} \quad \text{Gleichung 2.11}$$

Die Formgebungsgeschwindigkeit hat direkten Einfluss auf die Scherrate und somit auf das Fließverhalten. Bei Messungen im Rheometer können annähernd stationäre Verhältnisse ($\dot{\gamma} =$

konst.) erzeugt werden, die bei praktischen Messungen nicht realisiert werden können. (Heußen 1997, S. 49)

Die Schergeschwindigkeit stellt ein Verhältnis zwischen einer Verschiebung und der Geschwindigkeit dieser Verschiebung her. Die Scherrate im Prozess möchte man entweder mit einer konstanten Stempel-/Werkzeuggeschwindigkeit oder mit einer konstanten Umformgeschwindigkeit realisieren. Problematisch erweist sich, dass das strömende Fluid meist nur an der direkten Kontaktfläche mit dem Werkzeug dessen Geschwindigkeit und Richtungssinn aufweist. (Neudenberger, 2001, S. 61)

Die Scherrate $\dot{\gamma}$ als wichtige Größe zur Beschreibung der Fließvorgänge kann in Abhängigkeit der Umformgeschwindigkeit $\dot{\phi}$ sowie der Geometrie beschrieben werden. Durch die Geometrieabhängigkeit der Scherrate ist diese sowohl über den Stauchweg als auch über die Proben Durchmesser nicht konstant. Beginnend mit dem Wert 0 nimmt die Scherrate zum Rand der Probe hin exponentiell zu und muss daher an jeder Stelle ausgewertet werden. In diesem Fall ergibt sich die mittlere Scherrate $\dot{\gamma}_m$ zu (Heußen, 1997, S. 40/78ff.):

$$\dot{\gamma}_m = 1/2 \cdot \sqrt{\frac{V}{\pi \cdot h^4}} \cdot \dot{\epsilon}_\epsilon \quad \text{Gleichung 2.12}$$

$$\text{mit} \quad \phi = \ln(1 + \epsilon) \quad \text{Gleichung 2.13}$$

Die mittlere Scherrate $\dot{\gamma}_m$ stellt in diesem Fall eine Berechnung zwischen newtonschen (lineares Verhalten bis zur Fließgrenze) und tatsächlichem, strukturviskosem Verhalten dar (Heußen 1997, S. 40). Die ermittelten Werte gelten streng genommen nur für den Zustand, bei dem die Versuche stattgefunden haben, d.h. nur unter Berücksichtigung der eingestellten Prozessparameter sowie den dabei vorliegenden Randbedingungen beim realen Versuch. (Heußen, 1997, S. 79)

Für die Berechnung der Viskosität η müssen die Größen Kraft, Weg und Zeit aufgezeichnet werden. Die Fließgeschwindigkeit in axialer Richtung v_z kann gegenüber der Fließgeschwindigkeit in radialer Richtung v_r vernachlässigt werden, wenn die Höhe H des Probenmaterials viel kleiner als der Radius R ist. Über weitere Annahmen der Randbedingungen kann daraus die Scherrate $\dot{\gamma}$ berechnet werden. (Neudenberger, 2001, S. 28ff.) Die gemessene Kraft $F(t)$ während des Versuches beinhaltet neben der ideellen Umformkraft auch die Reibungskraft und Scherkraft innerhalb der der Suspension. Die daraus ermittelte Spannung stellt den Fließwiderstand k_w dar (Heußen, 1997, S. 83):

$$k_w = \frac{F(t)}{A} \quad \text{Gleichung 2.14}$$

Eine Abhängigkeit des Fließwiderstandes k_w von der Umformgeschwindigkeit $\dot{\phi}$ deutet auf ein strukturviskoses Verhalten des Fluides hin (Heußen 1997, S. 122). Bei hohem Festphasenanteilen kann der Zylinderstauchversuch (entspricht dem Modell des Parallelplatten-Viskosimeters) verwendet werden, um die Viskosität eines Fluids zu bestimmen (Heußen, 1997, S. 36). Oberhalb von 40% Flüssigphasenanteil müssen Rotations- und Kapillarviskosimeter verwendet werden (Wolf, 2004, S. 16).

2.8 Konventionelle Thixoformprozesse

Die klassische, halbfeste Formgebung wird in folgende Schritte untergliedert (Neudenberger 2001, S. 6):

- ❖ Vormaterialherstellung (feedstock production)
- ❖ Wiedererwärmung bzw. Abkühlung in den semi-solid Bereich (heating or cooling)
- ❖ Formgebung (forming)

2.8.1 Vormaterial

Für die Einstellung des thixotropen Verhaltens ist eine niedrigschmelzende Matrix mit runden, gleichmäßig verteilten Feststoffpartikeln vorteilhaft (Mertens et al., 1997, S. 1). Je komplexer die geometrische Struktur der Partikel, desto stärker verhaken sich die agglomerierten Partikel miteinander (Modigell, Koke, 1999, S. 17). Ein teilflüssiges Metall mit globulitischen Festpartikeln weist eine geringere Viskosität auf, als ein vergleichbares halbflüssiges Metall mit dendritischen Festphasenbestandteilen. Bei einer dendritischen Struktur erfolgt die Formgebung unter Verhaken/Verformen von Dendriten, Abbrechen von Dendritenarmen sowie Verdrängung von Restschmelze (Heußen, 1997, S. 7). Dadurch steigt die Viskosität an (Achten 1995, S. 18) und die Gefahr einer Segregation steigt ebenfalls (Suéry, Flemings, 1982, S. 3999). Durch eine globulitische Form der festen Phasenbestandteile kann die flüssige Phase als Schmierfilm zwischen den einzelnen Partikeln besser wirken (Neudenberger, 2001, S. 6). Infolge dessen ist die notwendige Schubspannung zur Formgebung bei globulitischem Material geringer, welche durch die Anlagentechnik geliefert werden muss. Bei globulitischer Kornstruktur und einem Festphasenanteil von $f_s = 0,4$ ist der Kraftbedarf für eine Umformung um den Faktor 1000 geringer als bei dendritischer Struktur. (Flemings, 1991, S. 963) Der erforderliche Kraftbedarf kann als Kriterium nicht allein herangezogen werden, insbesondere weil die Vormaterialherstellung sehr kostenintensiv ist. Die globulitischen Ausgangsgefüge haben vielmehr einen Einfluss auf die physikalische Formgebung und die somit realisierbaren Formen. Durch die globulitische Struktur ist die innere Reibung gegenüber den dendritischen Körnern reduziert, was zu einem besseren Fließverhalten führt. (Achten, 1995, S. 18) Die Literatur fordert für das klassische Thixoforming daher im Allgemeinen eine Vormaterialherstellung, d.h. die Herstellung eines globulitischen Vormaterials.

Für die Herstellung eines globulitischen Ausgangsgefüges wird die Morphologieänderung der dendritischen Strukturen ausgenutzt (vgl. Kapitel 2.3). Dabei wird schmelzflüssiges Material mechanisch oder chemisch so beeinflusst, dass sich ein globulitisches Gefüge einstellt, welches dann auch während der Abkühlung gehalten werden muss. Mit Hilfe der mechanischen Methoden werden die Schmelzen entweder direkt (Rührer) oder indirekt (elektromagnetisches Rühren) in Bewegung gebracht. (Flemings, 1991, S. 974) Durch die Scherung wird das Fluid einer erzwungenen Konvektion ausgesetzt und neben der mechanischen Belastung der Partikel erfolgt eine Konzentrations- sowie Temperaturhomogenisierung im Material (Wan, 1991, S. 36). Die chemischen Methoden verwenden dafür spezielle Kornfeinungsmittel. Durch das Kornfeinungsmittel nimmt die Keimdichte zu und die dendritische Struktur kann nicht mehr vollständig ausgebildet werden (Doherty, Lee, Feest, 1984, S. 182). Der begrenzte Raum zwischen den Kristallen verhindert die Ausprägung von Dendritenarmen und es stellt sich je nach Zusatzmenge ein globulitisches oder fein dendritische Gefüge ein (Joly, Mehrabian, 1976, S. 1401). Für die detaillierte Beschreibung der einzelnen Verfahren zur Vormaterialherstellung wird auf die weiterführende Literatur verwiesen (z.B. (Neudenberger 2001)).

Bei den klassischen Thixoformprozessen wird das Vormaterial aus dem schmelzflüssigen Zustand vollständig erstarrt. Dabei wird die globulitische Gefügeform mit verschiedenen Methoden eingestellt und während der Erstarrung eingefroren. Das Vormaterial kann in Billet- oder Bolzenform angeliefert und gelagert werden. Für den Formgebungsprozess muss das globulitische Vormaterial in den entsprechenden Temperaturbereich wiedererwärmt werden. Bei den neueren Rheoprozessen wird das Vormaterial direkt aus der Schmelze heraus in den entsprechenden Temperaturbereich für die Formgebung überführt. Während der Abkühlung wird das globulitische Gefüge eingestellt und das Vormaterial muss nicht erneut erwärmt werden. Für diese Methode sind Erwärmungsanlagen in der Peripherie des Formgebungswerkzeuges erforderlich, da das Vormaterial nicht erstarrt und sofort verarbeitet wird. (Wan 1991, S. 24ff.)

2.8.2 Erwärmungsmethoden

Die Wiedererwärmung erfolgt beim Thixoforming unmittelbar vor dem Schritt der Formgebung. Mit zunehmender Haltezeit im teilflüssigen Zustand nimmt der Formfaktor ab und die mittlere Korngröße zu (Uggowitzner, Gullo, Wahlen, 2000, S. 100). Deswegen sollte die Erwärmung möglichst schnell erfolgen, um die Grobkornbildung aufgrund von langen Haltezeiten zu vermeiden und die Taktzeit des Prozesses gering zu halten. Des Weiteren muss die Erwärmung homogen im gesamten Werkstoff erfolgen, um die Phasenanteile und das damit verbundene Fließverhalten überall gleich einzustellen. Dazu ist wiederum eine legierungsspezifisch ausreichend lange Haltezeit im semi-solid Bereich erforderlich (Neudenberger, 2001, S. 81). Für die Reproduzierbarkeit ist eine exakte Steuerung erforderlich, da das

Temperaturfenster für die Thixoformbarkeit i.d.R. klein ist (Doege, Behrens, 2007, S. 688). Bei einer externen Erwärmung, außerhalb des formgebenden Werkzeuges, muss der Weg vom Erwärmungsort zum Werkzeug kurz sein, um eine signifikante Abkühlung zu verhindern. Weiterhin sollten der Transportbehälter, die Matrize und der Stempel vorgeheizt sein, um zusätzliche Temperaturverluste beim Kontakt mit dem aufgeheizten Werkstück zu vermeiden. Bei empfindlichen Legierungen mit kleinem semi-solid Bereich sind möglicherweise zusätzliche Schutzvorkehrungen für Temperaturverluste notwendig (Kiuchi, 1989, S. 295). Bei den Erwärmungsstrategien außerhalb des Werkzeuges können Abtropfverluste durch den Transport vom Erwärmungsort zum Werkzeug entstehen. Dieses Material muss bei der Berechnung des Einsatzvolumens berücksichtigt werden. Weiterhin ist eine Formstabilität des Werkstückes für den Transport zum Formgebungswerkzeug erforderlich. Dies beschränkt bei den klassischen Thixoformprozessen den Flüssigphasenanteil zwischen 40% und 60% (Neudenberger, 2001, S. 9). Auch Überhitzungen während der Materialzuführung in das Werkzeug können zu zusätzlichen Abtropfverlusten führen (Leiber, 2003, S. 28).

2.8.3 Formgebung

Nach der Einstellung des temperaturabhängigen Fließverhaltens, kann die Formgebung je nach der Kinematik der Werkzeuge und des Werkstoffflusses im Werkzeug unterschieden werden (vgl. Abbildung 2.16).

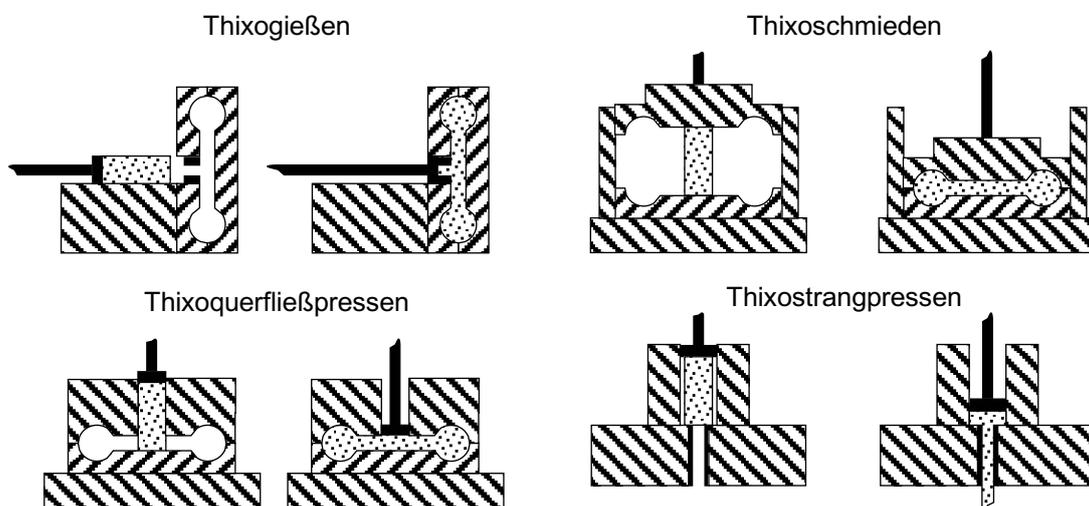


Abbildung 2.16: Auszug möglicher Thixoformingsverfahren (Neudenberger 2001, S. 13)

Die Prozessentwicklung des Thixoschmiedens und Thixogießens ist am weitesten fortgeschritten. Beide Verfahren gehören zu den konventionellen Thixoverfahren. Beim Thixogießen wird das erwärmte Material über die Gießkammer in die geschlossene Form gepresst (Flemings, 1991, S. 975). Das Thixoschmieden zeichnet sich durch die aufeinander bewegenden Werkzeugelemente aus. Die Krafteinleitung erfolgt über das Schließen des Werkzeuges. Für die Umsetzung des Thixoschmiedens werden verfahrensspezifische

Werkzeuge benötigt. (Meßmer 2006, S. 13) Das klassische Thixoschmieden mit erwärmten Bolzen entspricht dem Modell des Zylinderstauchversuchs (vgl. Kap. 2.7).

Mit Hilfe des Thixmouldings, einer weiterentwickelten Form der Thixogießen, werden bereits dünnwandige Bauteile wie Laptopgehäuse hergestellt. Solche Bauteile sind aufgrund der Segregation beim Thixoschmieden hingegen noch unbekannt.

2.8.4 Vorteile der semi-solid Verfahren

Schmiedeteile weisen hohe Festigkeiten und hohe Zähigkeiten auf. Reine Gussteile besitzen einerseits schlechtere mechanische Eigenschaften, andererseits ist eine beliebige Bauteilgestaltung möglich (Leiber, 2003, S. 24). Wegen des geringen erforderlichen Umformdrucks können im semi-solid Zustand komplizierte Querschnitte mit hohen Umformgraden in einem Arbeitsschritt realisiert werden (Kiuchi, 1989, S. 298). Gegenüber herkömmlichen Schmiedeverfahren können komplexere Bauteile, u.a. mit Funktionsintegration kostengünstiger hergestellt werden (Flemings, 1991, S. 975). Im Gegensatz zur flüssigen Schmelze hat das teilflüssige Material einen niedrigeren Wärmeeintrag, sodass das Material schneller abkühlt und eine geringere Materialschrumpfung als bei Gussteilen auftritt (Wan, 1991, S. 19). Die so hergestellten Bauteile besitzen ein dichteres und porenfreies Gefüge (Heußen, 1997, S. 9), weshalb sie im Allgemeinen wärmebehandelbar⁵, druckdicht und schweißbar sind (Uggowitzer, Gullo, Wahlen, 2000, S. 95). Die thixotrope Formgebung kombiniert die Verfahrensvorteile des Druckgießens mit den Qualitätsvorteilen des Schmiedens. Thixotropgeformte Werkstoffe zeichnen sich durch gute mechanische Eigenschaften bei komplexen Querschnitten aus.

Da die Werkstücktemperatur im Vergleich zu den Gießverfahren niedriger ist, ist die Werkzeugbelastung ebenfalls geringer und deren Lebensdauer somit höher. Auch die geringere Fließspannung reduziert die mechanische Belastung der Werkzeuge im Gegensatz zu den klassischen Schmiedeprozessen (Kiuchi, 1989, S. 312). Es können near net-shape oder net-shape Bauteile hergestellt werden, sodass weniger oder keine Folgebearbeitungen notwendig sind. (Neudenberger, 2001, S. 2)

2.9 Prozessparameter

Die dominierenden Faktoren für die Qualität des Gefüges sind während der teilflüssigen Formgebung die Fließgeschwindigkeit v und die Temperatur T während der teilflüssigen Formgebung sowie der Druck P während der Erstarrung (Kiuchi, Kopp, 2002, S. 660). Die Prozessparameter zeigen auch Wechselwirkungen (vgl. Abbildung 2.17) untereinander (Witulski, 1999, S. 10ff.).

⁵ Die Möglichkeit einer Wärmebehandlung ist legierungsabhängig.

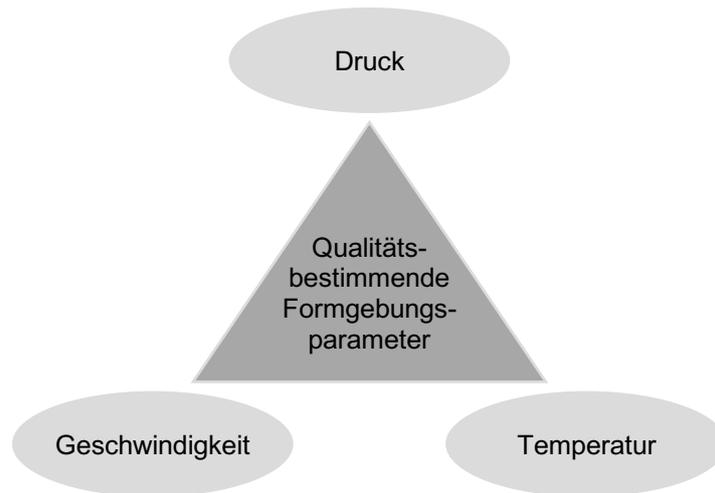


Abbildung 2.17: *Qualitätsbestimmende Formgebungsparameter für das Thixoschmieden (nach (Meßmer, 2006, S. 21))*

2.9.1 Temperatur

Die Temperatur ist der wichtigste Prozessparameter für die Verarbeitung von teilflüssigen Metallen (Heußen, 1997, S. 4). Sie bestimmt das Verhältnis zwischen Flüssig- und Festphase. Neben der Werkstücktemperatur muss auch die Werkzeugtemperatur betrachtet werden, da diese die Abkühlgeschwindigkeit (Erstarrung) beeinflusst (Neudenberger, 2001, S. 40). Daher gilt der exakten Temperaturführung während des gesamten Prozesses ein besonderes Augenmerk.

Für eine gute Formfüllung ist ein Festphasenanteil zwischen 40% - 60% notwendig (Kiuchi, Kopp, 2002, S. 668). Es muss zudem beachtet werden, dass ab einem Flüssigphasenanteil von mehr als 30% das teilflüssige Metall bereits unter dem Einfluss der Schwerkraft zu fließen beginnen kann (Kiuchi, 1989, S. 295). Dies schränkt die Auswahl der Flüssigphasenanteile bei den Erwärmungsstrategien mit einer externen Erwärmung des Materials außerhalb des Werkzeuges ein. Temperaturverluste während der Handlingszeit führen zu Abweichungen der vorliegenden Phasenanteile bei der Formgebung. Durch hohe Flüssigphasenanteile steigt auch die Gefahr der Entmischung und komplexere Geometrien können nur schwer realisiert werden (Heußen, 1997, S. 54).

Allerdings ist die Erstarrungsschrumpfung bei höheren Festphasenanteilen geringer (Wan 1991, S. 31), komplexe Geometrien werden dadurch aber eingeschränkt. Penetrationsversuche von Achten (Achten, 1995, S. 69), bei denen die Fließfähigkeit durch die Verdrängung eines Probekörpers beurteilt wurde zeigten, dass das Fließen insbesondere bei hohen Festphasenanteilen nicht gleichmäßig auf die Flüssig- und Festphase verteilt wird. Die punktuell angreifende Scherkraft führt nur lokal zum Aufbrechen der Agglomerate und nicht zum Fließen des Werkstoffes über die Scherzone hinweg. Diese hat zur Folge, dass bei hohen Festphasenanteilen die Schmelze im beanspruchten Bereich ausgepresst wird (vgl. Abbildung

2.14), was aufgrund des fehlenden Fließens wiederum zu Rissen innerhalb des Werkstückes führt. Bei dendritischem Material ist bereits ab einem Festphasenanteil von 20% mit Rissen und Segregation zu rechnen. (Wan, 1991, S. 18) Ab einem Festphasenanteil von 90% ($f_s \geq 0,9$) verhält sich das Material zunehmend wie ein Festkörper (Flemings, 1991, S. 962).

Die Phasenanteile lassen sich mit verschiedenen Berechnungen und Analyseverfahren ermitteln. Konkrete, allgemein gültige Grenzwerte bei denen Thixotropie auftritt bzw. verschwindet existieren nicht (Doege, Behrens, 2007, S. 686).

2.9.2 Fließspannung

Die Umformkraft bestimmt im Wesentlichen die Scherkräfte im Material. Besondere Beachtung muss dem Druck während der Erstarrung geschenkt werden, da dieser die Restporosität verringert und somit die mechanischen Eigenschaften verbessern kann (Neudenberger, 2001, S. 40).

Für eine Umformung muss der metallostatische Druck in das gesamte Werkstück initiiert werden, da ansonsten lediglich vereinzelte Partikel am Druckpunkt aneinander abgleiten und nur eine lokale Umformung stattfindet. Dies würde wiederum zu inhomogenen Eigenschaften des Bauteils führen, was mit einem Ausschuss verbunden wäre. Kann ein metallostatischer Druck nicht allseitig aufgebaut werden, so würde ein hoher Festphasenanteil i.a. oder ein hoher Umformgrad bei geringerem Festphasenanteil das Umformergebnis verbessern. Die Berührungspunkte der festen Partikel, die den initiierten Druck übertragen und die Umformung der festen Phasen gewährleisten, steigen dann quantitativ an. (Kiuchi, 1989, S. 299ff.)

Fluide können sogenannte Fließgrenzen aufweisen. Die Fließgrenze entsteht durch Wechselwirkungskräfte innerhalb der Suspension. Diese sekundären Bindungskräfte sind zwischenmolekulare Wechselwirkungskräfte, wie Van-der-Waals-Kräfte oder auch Dipol/Dipol-Kräfte, sowohl zwischen Partikeln als auch zwischen Partikeln und der umgebenden Flüssigphase. (Mezger, 2010, S. 57)

Thixotrope Werkstoffe benötigen eine Initialspannung, um das Fluid zum Fließen zu bringen, welches eine Fließgrenze darstellt. Sobald die Partikel aufeinander treffen, zerbricht die Struktur und die Spannung fällt stark ab. Dabei wurde ab einem Festphasenanteil von 46% ($f_s \geq 0,46$) eine anfängliche Maximalspannung beobachtet, die im weiteren Verlauf abfällt. (Heußen, 1997, S. 54) Der zu Beginn notwendige, hohe Kraftbedarf zum Aufbrechen der Agglomerate dominiert den gesamten Kraftbedarf während der Formgebung. Der typische Druckverlauf beim Thixoschmieden ist auf (Abbildung 2.18) zu sehen.

Um komplexe Bauteilgeometrien zu realisieren, kann die Fließfähigkeit durch Veränderung der Phasenanteile oder durch die Steigerung der Umformkraft verbessert werden (Achten, 1995, S. 29).

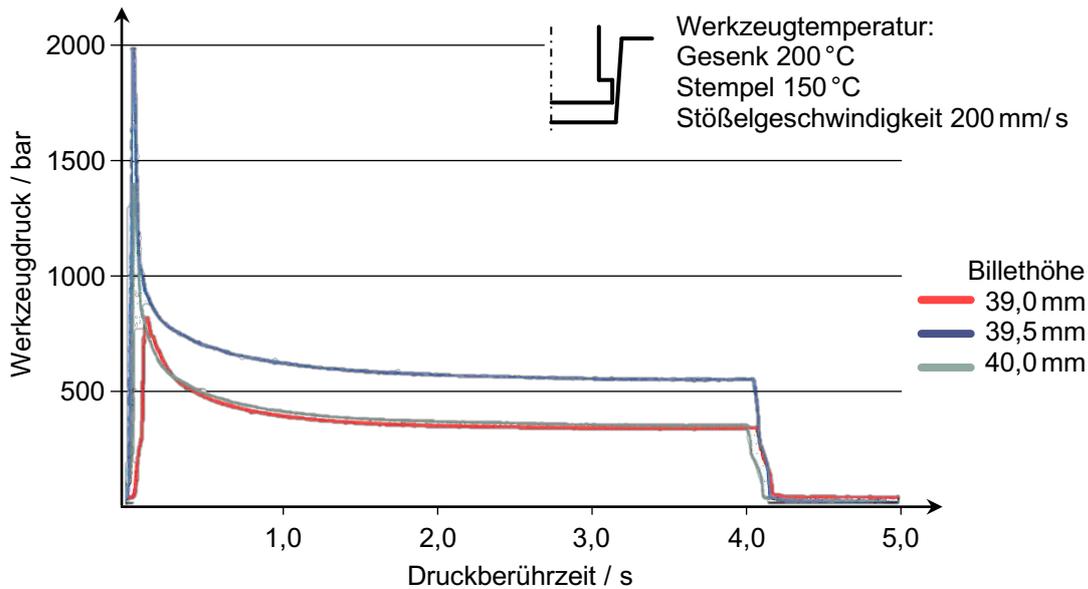


Abbildung 2.18: Werkzeuginnendruck in Abhängigkeit der Rohteilhöhe (nach (Meßmer, 2006, S. 116))

2.9.3 Umformgeschwindigkeit und Scherrate

Die Formgebungsgeschwindigkeit beeinflusst stark die Entmischung (Achten, 1995, S. 86). Bei geringen Umformgeschwindigkeiten tritt inhomogenes Fließen häufiger auf, was zum Ausquetschen der Flüssigphase führen kann. Durch höhere Umformgeschwindigkeiten können Seigerungseffekte verringert werden (Heußen, 1997, S. 54). Bei zu hohen Strömungsgeschwindigkeiten wiederum kann in den Suspensionen erneut Entmischung auftreten. Dies kann zu Seigerungen führen, die nicht auf die Erstarrung, sondern auf die mechanische Trennung während der Formgebung zurückzuführen sind (Achten, 1995, S. 86).

Die Werkzeug- und Stempelgeschwindigkeit initiiert die Scherrate in das Material. Besonders bei komplexen Geometrien ist das Geschwindigkeitsfeld im fließenden Fluid nicht konstant. Eine numerische Simulation ist für die Beschreibung der lokalen Geschwindigkeitsverhältnisse erforderlich. (Neudenberger, 2001, S. 40). Das Thixoschmieden entspricht im weitesten Sinne einem Druckumformverfahren und weist Umformgeschwindigkeiten von $\dot{\varphi} = 10^2 \dots 10^3$ 1/s auf (Heußen, 1997, S. 4).

Die Ergebnisse von Einsenkversuchen mit unterschiedlichen Umformgeschwindigkeiten ($\dot{\varphi} = 1/s, 10/s, 100/s$) haben gezeigt, dass mit wachsender Umformgeschwindigkeit die Einsenkraft steigt (Heußen, 1997, S. 116ff.). Besonders wurde hier auf den Anstieg der Einsenkraft zu Beginn der Kraftinitiierung hingewiesen, welcher mit steigendem Flüssigphasenanteil abnimmt. Zylinderstauchversuche an Aluminiumlegierungen unterhalb der Solidustemperatur haben gezeigt, dass die Rissanfälligkeit der Zylinder sowohl von der Umformgeschwindigkeit als auch vom Umformgrad abhängig ist. (Heußen, 1997, S. 104)

2.9.4 Morphologie

Für die Herstellung komplexer Bauteile ist ein globulitisches Gefüge notwendig, welches einen geringen Fließwiderstand aufgrund einer geringeren inneren Reibung aufweist (Achten, 1995, S. 3). Dadurch wird eine bessere Formfüllung ermöglicht.

Durch die Erwärmung einer dendritischen Kornstruktur in den semi-solid Bereich werden die Dendritenarme aufgeschmolzen, weshalb die Körner bereits vor dem Fließen abgerundet sind (Heußen, 1997, S. 132). Die Morphologie ist aufgrund der Verflüssigung der Korngrenzen als globulitisch anzusehen. Der Fließwiderstand ist daher von Beginn an geringer und verbessert die Fließfähigkeit in Hinsicht auf Segregation.

Auch die diffusionsdominierte Reifung und Koaleszenz sind im Frühstadium der Teilchenform von geringer Bedeutung. Die komplexen physikalischen Prozesse während des Frühstadiums lassen sich nicht modellieren, weshalb die Gefügebildung in dieser Phase nicht exakt vorausgesagt werden kann. (Wan, 1991, S. 14) Aber auch hier gilt, dass die Flüssigphasenanteile einen größeren Einfluss auf Fließfähigkeit haben als die Strukturausbildung der festen Phase (Heußen, 1997, S. 134). Denn bei hohen Flüssigphasenanteilen ($f_L > 0,45$) bildet eine Dendritenstruktur kein ausreichendes Netzwerk aus, sodass die Suspension gleichmäßig fließfähig ist und kein merklicher Unterschied zu einer globulitischer Struktur besteht (Heußen, 1997, S. 118). Der Nachteil einer dendritischen Morphologie kann daher durch die Steigerung der Formgebungstemperatur kompensiert werden.

3 Aluminium

Da Aluminium als Leichtbauwerkstoff zunehmend im Fokus steht, wurden Aluminiumlegierungen in den letzten Jahren vermehrt in den semi-solid Verfahren eingesetzt. Dieser Werkstoff besitzt eine relativ niedrige Solidustemperatur und die Erwärmungsmethoden für diesen Temperaturbereich sind vielfältig. Die thermische Belastung für die meist aus Stahl gefertigten Werkzeuge ist dadurch ebenfalls recht gering. Stahllegierungen sind für die semi-solid Verfahren prinzipiell auch geeignet, aber wegen der geringeren Standzeit der Werkzeuge wird dieser Werkstoff wesentlich seltener verwendet (Klocke, König, 2006, S. 288).

3.1 Schmelzintervall

Damit ein thixotropes Stoffverhalten vorliegen kann muss der Stoff aus mindestens zwei Phasen bestehen, die unterschiedliche Schmelztemperaturen aufweisen (Weipert, Tscheuschner, Windhab, 1993, S. 76). Der Festphasenanteil f_s wird als charakteristische Größe herangezogen, um das Fließverhalten des teilflüssigen Metalls zu bestimmen (Heußen, 1997, S. 10). Die festen und flüssigen Phasenbestandteile können durch die vorherrschende Temperatur wiedergegeben werden. Die Phasenanteile werden in Gewichtsprozent angegeben und können in einem binären Legierungssystem direkt aus dem Zustandsdiagramm (vgl. Abbildung 3.1) abgelesen werden

(Kiuchi 1989, S. 290ff.). Das Schmelzintervall wird durch die Breite des Zweiphasengebiets zwischen der Liquidus- und Soliduslinie wiedergegeben. Für die Ermittlung wird ein vertikaler Schnitt bei entsprechender Legierungszusammensetzung durchgeführt.

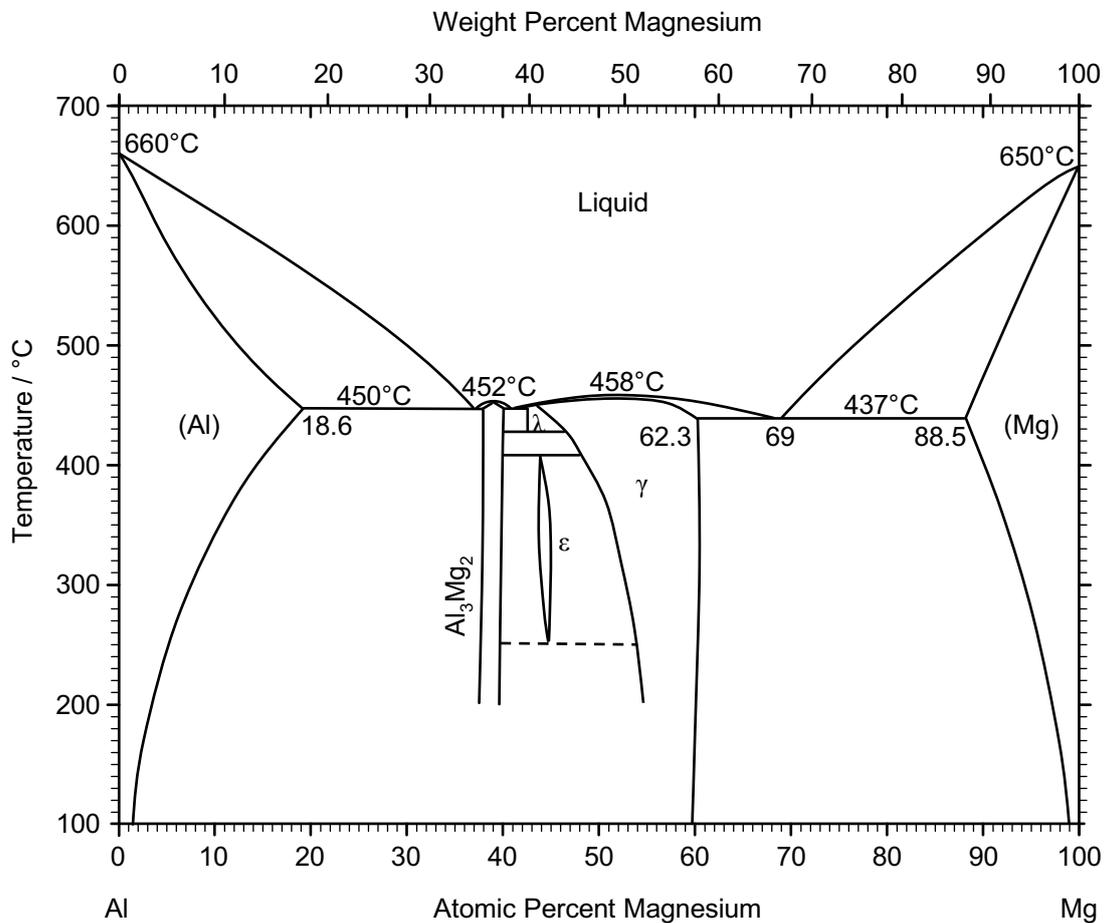


Abbildung 3.1: Das binäre Aluminium-Magnesium-Phasendiagramm (Okamoto, 1998, S. 598)

Allgemeingültige Modelle zu Beschreibung von teilflüssigen Metallen existieren nicht. Empirisch entwickelte Einzelmodelle existieren nur für bestimmte Legierungen und gelten nur unter den jeweiligen verfahrensspezifischen Prozessparametern, die sich nicht auf andere Prozesse übertragen lassen. (Heußen, 1997, S 67) Die Diffusionsverhältnisse im abkühlenden Material verändern sich abkühlratenabhängig, weshalb die Abkühlrate bei der Ermittlung der Solidus- und Liquidustemperatur berücksichtigt werden muss (Heußen, 1997, S. 48). Daher wird häufig die Scheil-Gleichung (auch Scheil-Gulliver-Gleichung genannt) für die Berechnung genutzt, da diese von vollständiger Diffusion im Flüssigen und keiner Diffusion im Festen ausgeht. Mit Hilfe der Scheil-Gleichung können die Festphasenanteile im Solidus-Liquidus-Intervall, d.h. innerhalb des Zweiphasengebiets, berechnet werden (Scheil, 1942). Dazu sind Liquiduskonzentration c_L sowie der Verteilungskoeffizient $k = c_L/c_S$ bei einer bestimmten Ausgangskonzentration c_0 notwendig. Voraussetzungen für die Anwendung sind:

- ❖ Legierung mit zwei Komponenten (binäres Zustandsdiagramm)
- ❖ vollständige Diffusion im flüssigen Zustand (Gleichgewichtszustand)
- ❖ keine Diffusion im festen Zustand
- ❖ lineare verlaufende Liquidus- und Soliduslinien im Zustandsdiagramm

$$f_S = 1 - \left(\frac{T_M - T_L}{T_M - T} \right)^{\frac{1}{k-1}} \quad \text{Gleichung 3.1}$$

Für die Berechnung ist die Schmelztemperatur des Grundelements T_M (hier: Aluminium), die Liquidustemperatur der Legierung $T_L(c_0)$ (Modigell, Koke, 1999, S. 17) sowie der konstante Verteilungskoeffizient k (aus Phasendiagramm) (Sahm, Egry, Volkmann, 1999, S. 132) notwendig. Die Erweiterung der Scheil-Gleichung auf mehrphasige Legierungen wurde durch KAUFMANN und BERNSTEIN (Kaufmann, Bernstein, 1970, S. 33) beschrieben und wird als Calculation of Phase Diagrams (CALPHAD) beschrieben. Die Auswertung kann rechnergestützt mittels der Software ThermoCalc durchgeführt werden, die dabei auf Datenbanken mit empirischen Werten zugreift.

3.2 Oxidation von Aluminium

Bei der teilflüssigen Formgebung von Aluminium ist das Einsatzmaterial erhöhten Temperaturen ausgesetzt, was die Oxidationsneigung des Materials beeinflusst. Die Oxidation beschreibt die thermochemische Reaktion von Werkstoffoberflächen mit dem Sauerstoff der umgebenden Atmosphäre. Die Oxidation von Metalloberflächen bei sehr hohen Temperaturen wird als Verzundern bezeichnet. (Hornbogen, Warlimont, 2006, S. 327) Die Diffusionsgeschwindigkeit der Metallionen und der Moleküle des angreifenden Gases innerhalb der sich bildenden Grenzschicht (Metalloberfläche/gasförmige Umgebung) bestimmt die Wachstumsgeschwindigkeit der Oxidschicht. Diese Wachstumsgesetze beschreiben temperaturabhängig die auftretenden Wachstumsraten (vgl. Abbildung 3.2). (Werner 2010, S. 279ff.)

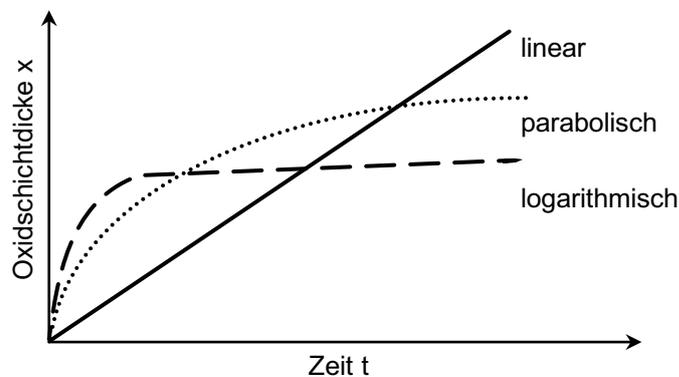


Abbildung 3.2: Qualitative Wachstumsgesetze während der Oxidation (Werner 2010, S. 284)

Durch thermische Energie wird die Diffusivität der Ionen erhöht und das Oxidwachstum wird trotz gebildeter Oxidschicht wieder angeregt, sodass im Temperaturbereich von 350 °C - 475 °C das Oxidwachstum einem parabolischen Wachstumszeitgesetz folgt. Bei Temperaturen oberhalb von 475 °C hingegen tritt eine Mischung aus parabolischen und linearen Wachstum auf, welches als paralinear bezeichnet wird. (Evans, 1960, S. 837)

Die Wachstumsraten werden innerhalb der genannten Temperaturbereiche nochmals zeitlich differenziert betrachtet. Im Temperaturbereich von 475 °C wird das temperaturabhängige Wachstum zusätzlich mit dem zeitabhängigen Wachstum überlagert. Untersuchungen im relevanten Temperaturbereich wurden von THIELE (Thiele, 1962a) durchgeführt. Demnach können die vollständigen, globalen Wachstumsraten von schmelzflüssigem Aluminium mit einem sigmoidalen Verlauf (langgestrecktes „S“) beschrieben werden (Abbildung 3.3).

Dabei weisen diese Zeitkurven ein anfängliches progressives Wachstum mit linearem Anstieg (bis ca. 20 min) und folgendem parabolischen Verlauf auf (Mäder, 2011, S. 14). Anschließend folgt ein degressives Wachstum mit erneutem linearem Beginn, welches dann in einen invers-parabolischen Verlauf (Wurzelfunktion) mündet. Je nach Temperatur weisen die linearen Bereiche eine unterschiedlich große Steigung auf. (Smeltzer, 1956, S. 210ff.)

Die entstandenen Oxidschichten in der Nähe des Schmelzpunktes von Aluminium haben eine Dicke von max. 2000 Å (Pilling, Bedworth, 1923, S. 574).

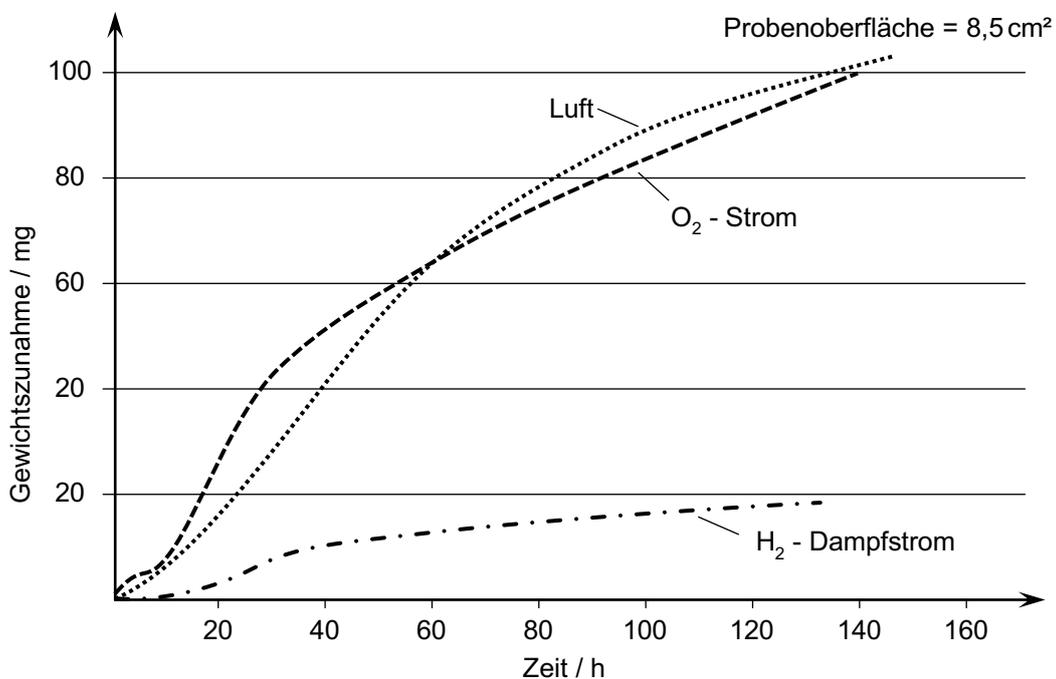


Abbildung 3.3: Äquivalente Verläufe der Oxidation von flüssigem Hüttenaluminium (Al 99,9%) in unterschiedlichen Gasen bei 800 °C (nach (Thiele 1962a, S. 6))

3.3 Aufbau der Oxidschicht von Aluminium-Magnesium-Legierungen

Aluminiumlegierungen bilden ebenfalls Oxidschichten auf der Oberfläche aus, deren korrosionshemmende Wirkung von den Legierungselementen abhängig ist (Abbildung 3.4). Das Legierungselement Magnesium begünstigt die Bildung einer schlechtleitenden und somit korrosionshemmenden Oxidschicht (Altenpohl, 2005, S. 260ff.).

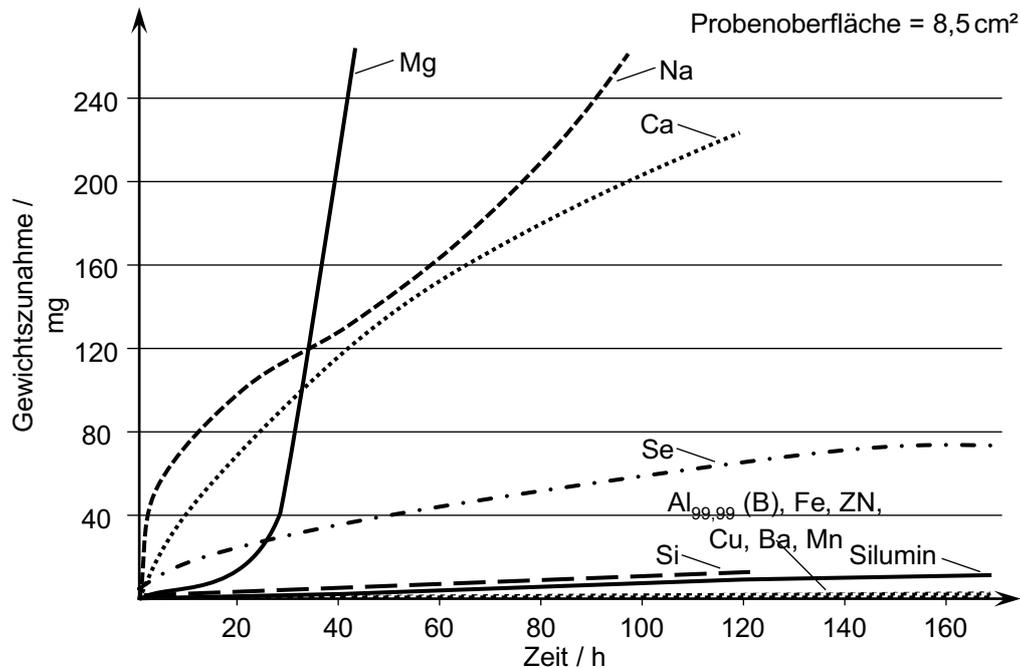
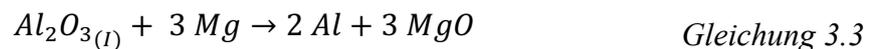


Abbildung 3.4: Einfluss von Legierungselementen auf die Oxidation einer Aluminiumschmelze bei 800°C (nach (Thiele, 1962a, S. 8))

Die Oxidation von Aluminium-Magnesium-Legierungen bei hohen Temperaturen sind komplexe Vorgänge, die keinem einfachen Wachstums-Zeit-Gesetz folgen (Thiele, 1962a, S. 17). Magnesium wird aufgrund der höheren Sauerstoffaffinität gegenüber dem Aluminium aus der schmelzflüssigen Legierung heraus oxidiert (Thiele, 1962a, S. 16). Daher kann das Oxidationsverhalten von Aluminium-Magnesium-Legierungen mit dem Verhalten der reinen Komponenten verglichen werden (Grauer, Schmoker, 1976, S. 769). Die resultierenden Oxidationsformen können überlagert werden, wodurch die Betrachtung wesentlich vereinfacht wird. Für die Aluminiumlegierung AlMg3,5 werden die Teilschichten wie folgt beschrieben. Bei erhöhter Temperatur reagiert die Aluminium-Magnesium-Legierung durch den Kontakt mit dem atmosphärischen Sauerstoff. Es bildet sich zuerst (Index I) eine Oxidschicht aus amorphem Aluminiumoxid (Al_2O_3) aus, die sich anschließend verdickt. (Grauer, Schmoker, 1976)



Die Bildung weiterer Oxide erfordert einen Kontakt von Metall- und Sauerstoffionen, was durch die Diffusion über Zwischengitterplätze ermöglicht wird. In der bereits gebildeten Oxidschicht können nur die Metallionen und Elektronen diffundieren, da die Sauerstoffionen (O^{2-}) aufgrund ihres größeren Ionenradius' im Metallgitter als unbeweglich gelten. (Thiele, 1962a, S. 3) Daher ist die Sauerstoffaktivität in der amorphen Oxidschicht, wie beim Reinaluminium, sehr gering. Durch die Temperaturerhöhung werden Diffusionsvorgänge begünstigt, wodurch sich Magnesium in dieser amorphen Schicht anreichert. Magnesium reduziert das Aluminiumoxid und es bilden sich Magnesiumoxide. (Grauer, Schmoker, 1976, S. 769ff.)



Diese neugebildeten Magnesiumoxide durchbrechen die amorphe Aluminiumoxidschicht und zerklüften diese, wodurch die Sauerstoffaktivität wiederum erhöht wird. Nun diffundieren sowohl Sauerstoffionen (O^{2-}) in die gebildete Oxidschicht hinein, als auch Aluminiumatome in Richtung der Sauerstoffatmosphäre (Randzone). Das reduzierte Aluminium oxidiert durch den Kontakt mit dem Sauerstoff erneut (Index II) und liegt feinverteilt neben Magnesiumoxiden vor. (Thiele, 1962a, S. 15)



Durch diese Diffusionsvorgänge verlagern sich die aluminiumhaltigen Oxide in den Randbereich. Im Randbereich liegt daher ein metastabiles Konglomerat, bestehend aus Magnesiumoxid mit feinverteiltem, amorphem Aluminiumoxid (Al_2O_3) vor. (Thiele, 1962a, S. 15)

Bei der Oxidation von Aluminiumlegierungen sind in der Oxidschicht die Legierungselemente in einer höheren Konzentration zu finden, wie es im Grundmaterial der Fall ist (Altenpohl, 2005, S. 262). Speziell bei Aluminium-Magnesium-Legierungen besteht die vollständig ausgebildete Oxidschicht aus 70% Magnesium, wobei dieser Wert unabhängig von den Legierungsanteilen innerhalb des Grundmaterials ist. Der hohe Magnesiumanteil ist damit zu begründen, dass das Magnesiumoxid die thermodynamisch stabile Phase widerspiegelt und das Aluminiumoxid die metastabile Phase darstellt, die erneut reduziert werden kann. So liegen verstärkt Oxide des Magnesiums vor und offensichtlich kaum die des Aluminiums, obwohl diese zwischenzeitlich gebildet aber letztendlich wieder reduziert werden. Im unteren Bereich der Phasengrenze Metall/Oxidschicht bilden sich größere Magnesiumoxidkristalle, die keine geschlossene Schicht bilden (Abbildung 3.5). (Grauer, Schmoker, 1976, S. 771)

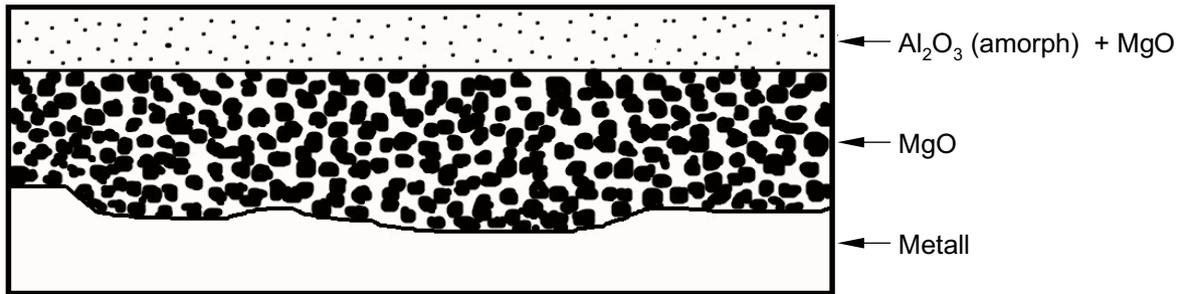


Abbildung 3.5: Schematischer Schichtaufbau einer oxidierten Aluminium-Magnesium-Legierung (Grauer, Schmoker, 1976, S. 773)

Diese poröse Grundschicht in Verbindung mit dem gestörten Aufbau der Deckschicht ($\text{MgO} + \text{amorphes Al}_2\text{O}_3$) erklärt das hohe Oxidwachstum von Aluminium-Magnesium-Legierungen bei erhöhter Temperatur und langen Versuchszeiten. Ähnlich dem reinen Aluminium (vgl. Abbildung 3.3) entspricht auch der Oxidationsverlauf der Aluminium-Magnesium-Legierungen einer sigmoidalen Form (Abbildung 3.6). (Thiele, 1962a, S. 14)

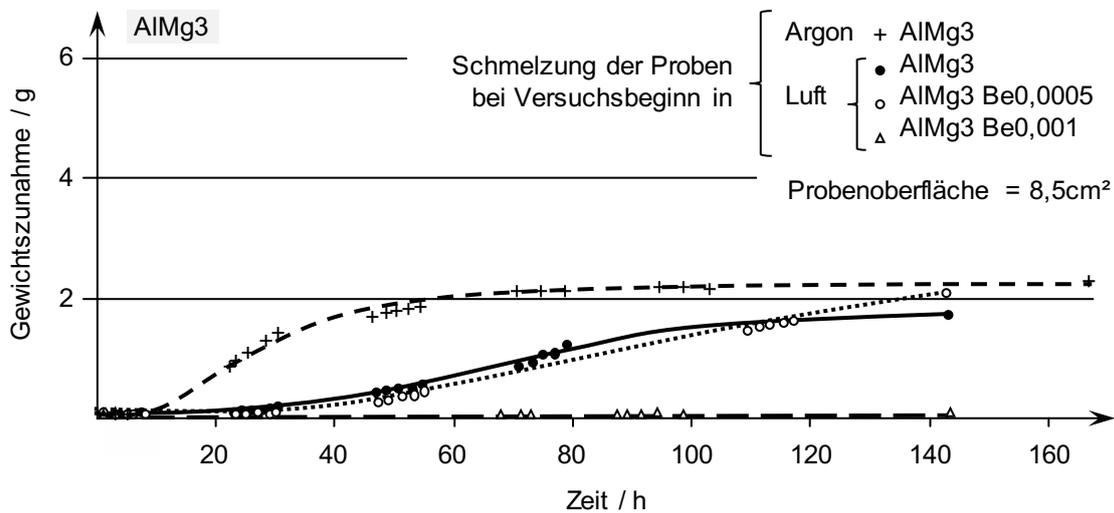


Abbildung 3.6: Die Oxidation von AlMg3 bei einer Temperatur von 700°C (nach (Thiele, 1962a, S. 12)).

Die Metallionen diffundieren dabei über Zwischengitterplätze und Korngrenzen (Smeltzer 1956, S. 211). Auch wenn bereits geringe Zusätze von Magnesium die Oxidschichtbildung der Gesamtlegierung im allgemeinen stark begünstigen (Thiele, 1962a, S. 9), so benötigt die Diffusion eine gewisse Zeit, wodurch dessen Einfluss bei sehr kurzen Zeiten (Minuten) weniger stark ausgeprägt ist.

Die Porosität der Magnesiumoxidschicht ist auf Zugspannungen innerhalb der Oxidschicht zurückzuführen, die durch die Unterschiede der molaren Volumina von Oxidschicht und Metall zustande kommen. Als qualitativer Wert wird das Pilling-Bedworth-Verhältnis V_R (Pilling, Bedworth, 1923) herangezogen. Magnesiumoxid weist ein Verhältnis von 0,81 auf und bildet daher eine poröse Oxidschicht ($V_R < 1$) aus, durch die Sauerstoffionen weiterhin mit dem Metall

in Verbindung treten können. Aluminium hingegen, liegt mit einem Verhältnis von 1,28 im Bereich zwischen $1 \leq V_R \leq 3$ und bildet daher eine passivierende Oxidschicht. Unter Normalbedingungen schläft das Oxidwachstum daher ein (Mäder 2011, S. 3). Das Pilling-Bedworth-Verhältnis wird als Bewertungskriterium heran gezogen, wenn die Oxidbildung als Folge der Diffusion der Sauerstoffionen in das Metall hinein geschieht. Die Metallionen reagieren dann unter begrenzten Platzverhältnissen, welche in der Berechnung des Pilling-Bedworth-Verhältnisses berücksichtigt werden. Wandern für die Bildung der Oxidschicht die Metallionen an die Phasengrenze Metall/Gasatmosphäre, so kann die neugebildete Oxidschicht ohne Volumenbegrenzung frei aufwachsen und es entstehen keine mechanischen Zwangsspannungen (Evans, Crumley, Demaray, 1983, S. 198). In diesem Fall wird das Pilling-Bedworth-Verhältnis nicht als Bewertungskriterium herangezogen. Besonders bei erhöhten Temperaturen werden die Transportmechanismen von Metallionen in Richtung der Oxidoberfläche begünstigt (Mäder, 2011, S. 4), was wiederum das spannungsfreie Aufwachsen der Oxidschicht begünstigt. Zusammenfassend kann daher gesagt werden, dass das Magnesiumoxid unter begrenztem Platz unterhalb der Randzone anwächst. Daher kann das Pilling-Bedworth-Verhältnis für die Überlegungen bezüglich der porösen Grundsicht herangezogen werden. Das Aluminiumoxid hingegen kann frei an der Oberfläche aufwachsen, wobei der Aufbau durch die zeitliche Anreicherung von Magnesiumoxid gestört wird. Das Pilling-Bedworth-Verhältnis findet in diesem Fall keine Anwendung und die geometrischen Verhältnisse an der Oberfläche müssen gesondert betrachtet werden.

3.4 Suspension

Eine umfassende, allgemein gültige Lösung zur Beschreibung des Fließverhaltens von thixotropen Stoffen gibt es nicht (Heußen, 1997, S. 10). Die Scheinviskosität ändert sich in Abhängigkeit des Flüssigphasenanteils, der Scherrate und der Scherzeit – $\eta_{app} = f(f_L, \dot{\gamma}, t)$ (Klocke, König, 2006, S. 287).

Die Viskosität steigt mit zunehmenden Festphasenanteil und sinkender Scherrate. Dabei ist der Einfluss des Festphasenanteils dominierend (Joly, Mehrabian, 1976, S. 1399). Der Fließwiderstand ist bei niedrigerem Flüssigphasenanteil größer als bei hohem Flüssigphasenanteil (Yanagimoto et al., 2013, S. 167). Legierungselemente haben auf die Reduktion der Fließspannung (Abbildung 3.7) keinen signifikanten Einfluss (Kiuchi, 1989, S. 293).

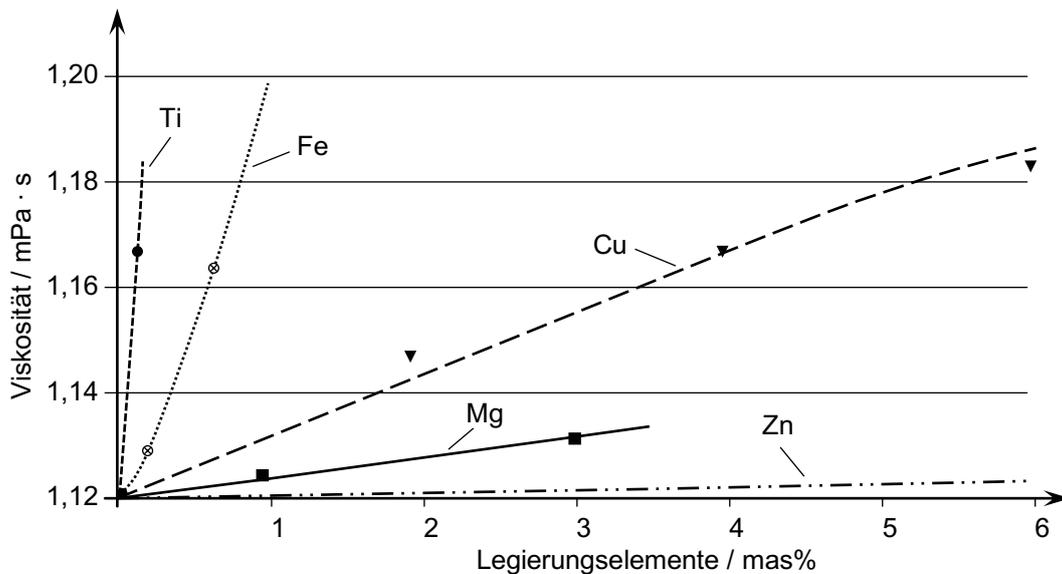


Abbildung 3.7: Einfluss von Zusätzen auf die Viskosität des Aluminiums (Altenpohl, 2005, S. 5)

Zusätzliche Oxide können die Viskosität beeinflussen. Durch das Einbringen der Oxide (feste Phase) in die metallische Matrix (flüssige Phase) sollte das entstehende Fluid exakter als Suspension bezeichnet werden. In der Suspension liegen Partikel veränderlicher (Dendriten) und konstanter (Oxidanteile) Morphologie vor. Die Viskosität der Suspension wird von der Viskosität der Matrixflüssigkeit und von den Wechselwirkungen der Partikel in der Matrix bestimmt. Das zeitliche Verhalten wird dennoch durch die teilflüssige Aluminiummatrix beeinflusst, da die wenigen, inerten Oxide lediglich den Fließwiderstand infolge der Reibung (Partikel/Matrix bzw. Partikel/Partikel) erhöhen. (Weipert et al., 1993, S. 108ff.)

Ob ein Fließverhalten zeitabhängig oder zeitunabhängig ist, hängt somit von der Morphologieänderung innerhalb des teilflüssigen Aluminiums ab (Schramm, 1981, S. 17), denn auch die eingebrachten Oxidpartikel unterliegen der mechanischen Strömungsbelastung. Diese verhalten sich morphologisch ähnlich wie der Festphasenanteil und beeinflussen das thixotrope Verhalten der Flüssigmatrix nicht (Flemings, 1991, S. 971). Allerdings unterliegen alle Festphasenpartikel der Scherinduktion, die das Erzeugen, Orientieren, Verkleinern oder Vergrößern von Strukturen innerhalb von Fluiden bezeichnet. Scherinduzierte Strukturänderungen können richtungsabhängige Eigenschaften (Anisotropie) zur Folge haben (Mezger, 2010, S. 76/235).

Suspensionen zeigen häufig ein scher- und zeitabhängiges Fließverhalten (Schramm, 1981, S. 17). Die Einstellung der stationären Struktur (steady-state) mit entsprechender Viskosität stellt sich erst nach sehr langer Zeit ein. Je höher die Scherrate, desto geringer ist die steady-state Viskosität und desto schneller wird diese erreicht. (Modigell, Koke, 2001, S. 54)

4 Ziel der Arbeit

Die semi-solid Verfahren haben sich bisher noch nicht großtechnisch durchsetzen können. Zum einen ist dies auf die im Vergleich zur klassischen Umformung langen Taktzeit sowie das spezielle, kostenintensive Vormaterial zurückzuführen. Dennoch bieten die semi-solid Verfahren die aufgezeigten Vorteile, welche regelmäßig für die Entwicklung innovativer Formgebungsverfahren in der Automobilbranche in den Fokus rücken.

Als Anwendungstechnologie wird hier nun das Thixoschmieden in Betracht gezogen, bei der ein spezielles Einsatzmaterial verwendet wird. Der zentrale Ansatz ist hierbei die Erkenntnis, dass eine Segregation der Phasenbestandteile während der Formgebung nicht über die Probehöhe stattfindet (Neudenberger, 2001, S. 36). Die alleinige Reduzierung des Umformgrades – ohne Veränderung des Gesamtprozesses – würde zu einer Beschränkung der realisierbaren Bauteilgeometrien führen. Die eigenen Überlegungen zielen darauf hin, den Umformgrad gesamthaft zu reduzieren und diesen vorrangig über die Probenhöhe zu generieren. Um dünne Bauteile zu produzieren sollte das Material bereits großflächig in das Werkzeug eingelegt werden. Dazu muss das Einsatzmaterial eine gewisse Flexibilität aufweisen, um sich beim Einlegen an die Werkzeugkontur anzuschmiegen. (Maaß et al., 2014, S. 4) Damit werden zu große Fließwege vermieden und ein gleichbleibender Umformgrad über das Bauteil hinweg angestrebt. Bei kleinen Umformgraden kann möglicherweise auf ein globulitisches Vormaterial verzichtet werden, denn ab einem Umformgrad von mehr als 60 % (Neudenberger, 2001, S. 36) tritt auch bei globulitischem Vormaterial Segregation auf.

Daher wurde ein neues Einsatzmaterial in Form von flexiblen Fasermatten für das Thixoschmieden verwendet. Diese metallischen Fasermatten sind am Markt verfügbar und finden ihre Anwendungen üblicherweise in der thermischen und akustischen Dämmung. Für diese Fasermatten können verschiedene Stahl-, Kupfer- oder Aluminium-Legierungen verwendet werden. Diese Matten weisen die geforderte Flexibilität auf und können einfach verarbeitet werden. Es ist bekannt, dass sich Aluminiumlegierungen für die Verarbeitung im teilflüssigen Zustand besonders gut eignen. Die thermische Belastung der Werkzeuge ist geringer und die Prozessführung einfacher als unter Verwendung einer Stahllegierung. Außerdem ist Aluminium unter dem Aspekt des Leichtbaus zu bevorzugen. Kupferlegierungen sind ebenso gut geeignet wie Aluminiumlegierungen allerdings sind die hohen Rohstoffkosten als nachteilig zu betrachten.

Um das Potential des flexiblen Einsatzmaterials für die teilflüssige Formgebung zu bewerten, wird neben der Eruiierung der Heizmethode im Werkzeug auch eine detaillierte Analyse des Einsatzmaterials durchgeführt (vgl. Abbildung 4.1).

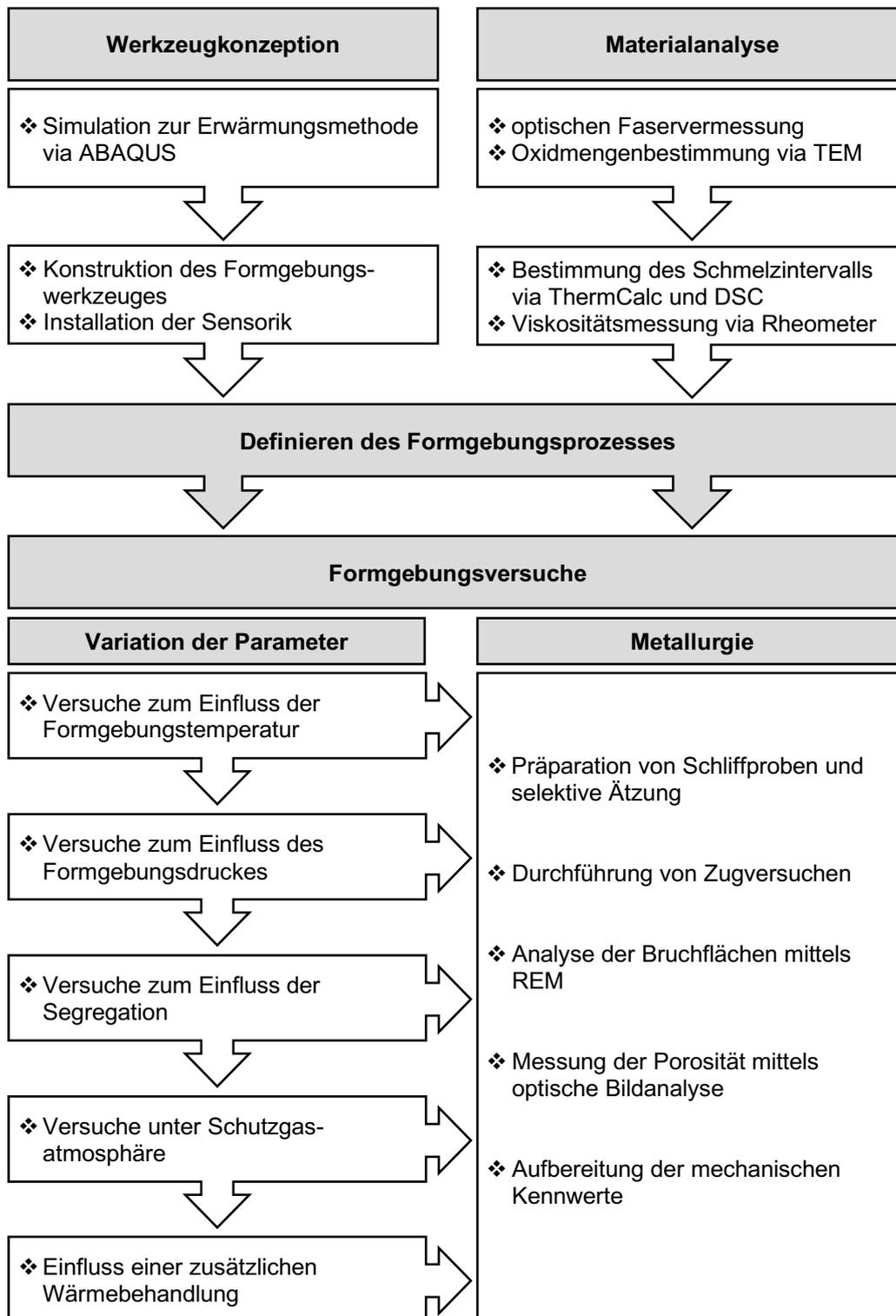


Abbildung 4.1: Ablaufdiagramm der Untersuchungen zum neuen, flexiblen Einsatzmaterial

Durch die Faserform wird die Oberfläche stark vergrößert, auf der sich natürliche und prozessbedingte Oxide bilden können, die möglicherweise nach der Formgebung im Gefüge vorliegen. Die Literatur weist bei hohen Temperaturen und geringen Haltezeiten nur geringe Oxidmengen aus. Diese Oxide könnten im Gefüge zu einer zusätzlichen Festigkeitssteigerung des Bauteils, infolge einer Partikelverstärkung führen. Um den Einfluss dieser Oxide zu beurteilen, wird das flexible Aluminiumfasermaterial im Anlieferungszustand mit natürlichen

und nach einer Temperierung mit prozessbedingten Oxiden untersucht. Die möglichen Auswirkungen der unterschiedlichen Oxidmengen auf das Schmelzintervall werden zunächst simuliert und anschließend durch verschiedene Messungen verifiziert. Formgebungsversuche sowie metallurgische Untersuchungen sollen aufzeigen, welchen Einfluss diese Oxide auf die Homogenität des Gefüges haben und welches Festigkeitsniveau erreicht werden kann.

5 Werkzeug

Die Idee des neuen Verfahrens beruht auf der Überlegung, die thixotrope Formgebung für die Herstellung dünner Bauteile in der Blechteilproduktion einzusetzen. Bei den eigenen Versuchen wurde ein Werkzeug mit einfach geteilter Form konstruiert und eingesetzt. Das sich bewegende Oberwerkzeug presst das Einsatzmaterial bei der Abwärtsbewegung in die Gravur, wobei das Unterwerkzeug feststeht. Die Einleitung der Umformkraft erfolgt dabei über die Kontaktfläche Obergesenk/Werkstückoberfläche. Die Umformkraft kann auch während der Erstarrung aufrecht erhalten werden, um Erstarrungslunker zu vermeiden. Da sich die beiden Werkzeughälften aufeinander zu bewegen, entspricht diese dem Verfahren des Thixoschmiedens (Mertens et al., 1997, S. 3).

5.1 Heizmethoden

Für die Überführung des Einsatzmaterials in den teilflüssigen Zustand wurden bisher verschiedene Aufheizmethoden entwickelt. In (Neudenberger, 2001) werden verschiedene Methoden dargestellt und bewertet:

- ❖ Temperaturgebundene Erwärmung: Das Einsatzmaterial wird aufgrund einer regelbaren Umgebungstemperatur in den semi-solid Zustand überführt. Beispiele sind Konvektionsöfen, in denen sich das Material nach ausreichend langer Zeit an die Temperatur innerhalb der Heizkammer angleichen kann. Eine genaue Regelung wird für die korrekte Einstellung der Temperatur vorausgesetzt.
- ❖ Energiegebundene Erwärmung: Durch die Erfassung und Regelung von elektrischen Größen kann auf die eingebrachte Energie und somit indirekt auf die eingestellte Temperatur geschlossen werden. Dazu sind allerdings sehr genaue, thermodynamische Größen des jeweiligen Werkstoffes notwendig.
- ❖ Flüssiganteilgebundene Erwärmung: Die Veränderung von bestimmten physikalischen Größen während der Erwärmungsphase kann den Übergang in den halbflüssigen Bereich kennzeichnen. Beispielhaft ist die berührungslose Messung der elektrischen Leitfähigkeit. Bei dieser Erwärmungsmethode steht die genaue Erfassung der Messdaten im Mittelpunkt. Auch sind genaue Kenntnisse über die Verteilung der Legierungsbestandteile von Bedeutung.

Das Schmelzintervall einer Legierung ist stark von der Zusammensetzung abhängig. Aus diesem Grund werden an die Erwärmungsmethode hohe Anforderungen gestellt. Zum einen sollen aufwendige Erwärmungsmethoden einen wirtschaftlichen Vorteil durch reduzierte Energiekosten, die sich aus den allgemeinen Vorteilen der Thixotropieverfahren ergeben, nicht aufzehren. Zum anderen soll die Verteilung der Temperatur über die Werkzeugoberfläche möglichst homogen sein, um einen durchgehend konstanten Flüssigphasenanteil im Werkstoff zu gewährleisten.

Als mögliche Erwärmungsmethode wurde die Konduktionsmethode in Betracht gezogen. Dabei kann das Einsatzmaterial über den Stromfluss direkt durch das Einsatzmaterial oder indirekt durch das Werkzeug erwärmt werden. Eigene Tastversuche haben gezeigt, dass der Stromfluss durch das Material nicht zielführend ist, da der Querschnitt der Aluminiumfasern fertigungsbedingt leicht schwankt und zu lokaler Überhitzung einzelner Fasern führt. Die entsprechenden Fasern werden durch die Überhitzung verflüssigt und tropfen ab. Der Verlust von einzelnen Fasern führt zur Erhöhung lokaler Ströme in anderen Fasern der stromdurchflossenen Faserplatte und zum Abtropfen weiterer Fasern an anderen Stellen. Eine Erwärmung direkt über den Stromfluss durch die Aluminiumfasern ist daher nicht möglich.

Die indirekte Erwärmung des Einsatzmaterials, mittels Stromfluss durch das Werkzeug, wurde hinsichtlich einer Testgeometrie vorab simulativ untersucht. Die Erwärmung von flachen Werkzeuggeometrien war bereits vorher erfolgreich getestet worden, wobei eine ausgeprägte Werkzeugkontur hier die besondere Anforderung an die Heizmethodik stellt. Bei einer asymmetrischen Werkzeuggeometrie ist die Leiterlänge zwischen den angebrachten Elektroden unterschiedlich, was zu einer inhomogenen Erwärmung des Werkzeuges führt. Diese simulative Untersuchung wurde im Rahmen einer Projektarbeit mit „P+Z Engineering München“ unter Verwendung der Software ABAQUS durchgeführt. Die Ergebnisse entstammen dieser Zusammenarbeit.

Nach der Modellierung der Werkzeuggeometrie (FEM) wird die temperaturabhängige elektrische Leitfähigkeit für den eingesetzten Werkzeugwerkstoff Böhler W360 (Böhler, 2007) benötigt. Die Berechnung erfolgte mit dem Franz-Wiedemann-Gesetz und der Lorenz-Konstante L :

$$\epsilon = \frac{\lambda}{L \cdot T} \quad \text{Gleichung 5.1}$$

Daraus ergibt sich für den relevanten Temperaturbereich die Leitfähigkeit ϵ des Werkzeugmaterials (vgl. Tabelle 5.1).

Tabelle 5.1: Berechnung der elektrischen Leitfähigkeit ϵ des Werkzeugstahls Böhler W360 aus dem Franz-Wiedemann-Gesetz.

Temperatur / °C	Thermische Leitfähigkeit λ / W · (m · K) ⁻¹	Elektrische Leitfähigkeit ϵ / m · (Ω · mm ²) ⁻¹
20	30,5	4,28
100	31,5	3,44
200	32,3	2,78
300	32,6	2,32
400	32,5	1,97
500	31,9	1,68
600	31,3	1,46
700	31,2	1,31
800	31,3	1,19

Für die Optimierung des relevanten Bereiches (Abbildung 5.1) wurde sowohl die Elektrodenposition als auch die Elektrodengeometrie variiert bzw. kombiniert.

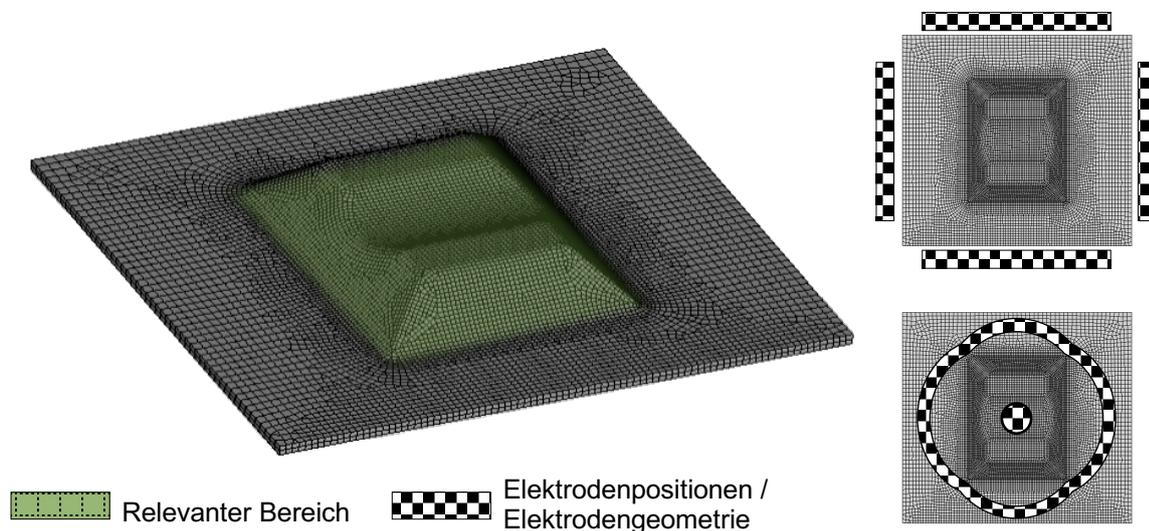
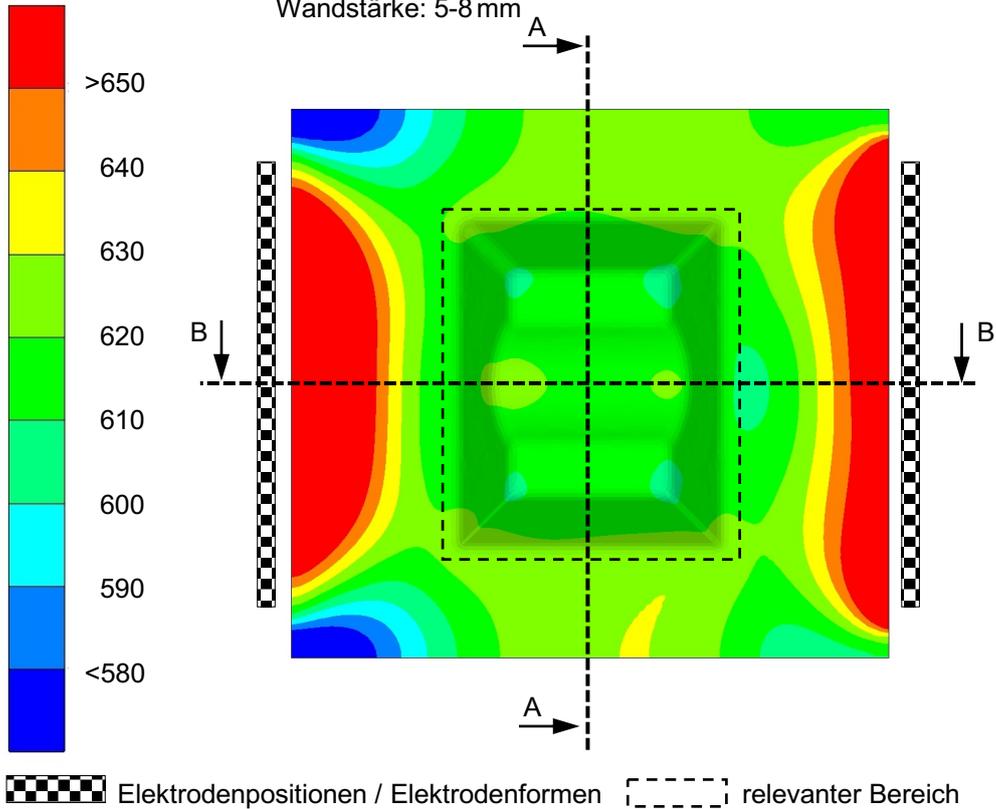


Abbildung 5.1: Modellierter Werkzeugkontur zur simulativen Ermittlung der Erwärmung der Werkzeugoberfläche infolge einer Konduktion

Neben der Variation der Elektrodenposition und Elektrodengeometrie zeigen auch die Stromstärke und die Einschaltdauer einen Einfluss auf die Temperaturverteilung im Werkzeug. Weiterhin beeinflusst die Werkzeugwanddicke den Materialwiderstand und zeigt den größten, positiven Effekt auf die Temperaturverteilung. Ausgehend von einer minimalen Werkzeugwanddicke von 5 mm, wurden Aufdickungen im Rahmen von + 3 mm zugelassen (Abbildung 5.2). Trotz der iterativen Optimierung dieser 5 Parameter beträgt die Temperaturinhomogenität auf der Werkzeugoberfläche, im relevanten Temperaturbereich von 580 °C bis 620 °C, weiterhin 20 K (vgl. Abbildung 5.2).

Randbedingungen: Umgebungstemperatur: 20 °C; Emissionsgrad: 0,5 (allseitig),
Dauerstrom: 6 kA, Homogenisierungsdauer: 400 s,
Wandstärke: 5-8 mm



Wanddickenprofil

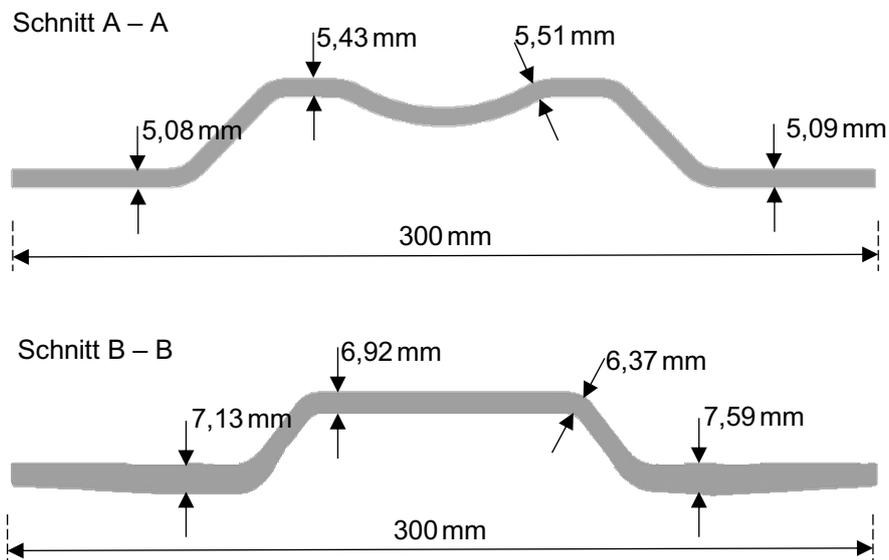


Abbildung 5.2: Temperaturverteilung der Werkzeugoberfläche und optimierte Wanddickenprofile infolge der Optimierung der Parameter

Das optimierte Wandstärkenprofil stellt sich aufgrund von Fertigungstoleranzen als schwer umsetzbar dar. Nachträgliche Veränderungen des Werkzeuges, wie zusätzliche Bohrungen für Messvorrichtungen, würden die Verteilung erneut negativ beeinflussen. Weiterhin sind die Haltezeiten zur Homogenisierung der Werkzeugtemperatur mit 400 s sehr lang. Die konduktive

Erwärmung des Werkzeuges ist prinzipiell umsetzbar aber auch sehr anspruchsvoll in der Steuerung.

5.2 Werkzeugkonstruktion

Aufgrund der zu erwartenden großen Temperaturinhomogenität im Werkzeug mittels konduktiver Erwärmung, wird für die Umsetzung im Werkzeug auf Widerstandsheizelemente zurückgegriffen. Diese Elemente stellen prinzipiell auch eine Form der Konduktionserwärmung dar, wobei die Geometrie der Heizleiter die Fließwege der Ströme lokal begrenzt. Es wurden drei Widerstandselemente des Typs SEA 20/800 der Firma TheomoCoax mit kreisrundem Querschnitt verwendet. Mit Hilfe des Alchemy-Verfahrens (Hermle AG, 2007) konnten die Widerstandselemente in das Werkzeug integriert werden (Maaß, et al. 2016, S. 230). Das Alchemy-Verfahren stellt ein generatives Fertigungsverfahren dar, wobei der Werkstoff nicht aufgeschmolzen wird.

Zunächst wird das Widerstandselement virtuell im Werkzeugmodell verlegt (Abbildung 5.3), um den optimalen Verlauf der Leiterbahnen zu bestimmen. Die Wendepunkte der Heizleiter wurden so positioniert, dass diese außerhalb der beheizbaren Arbeitsfläche liegen.

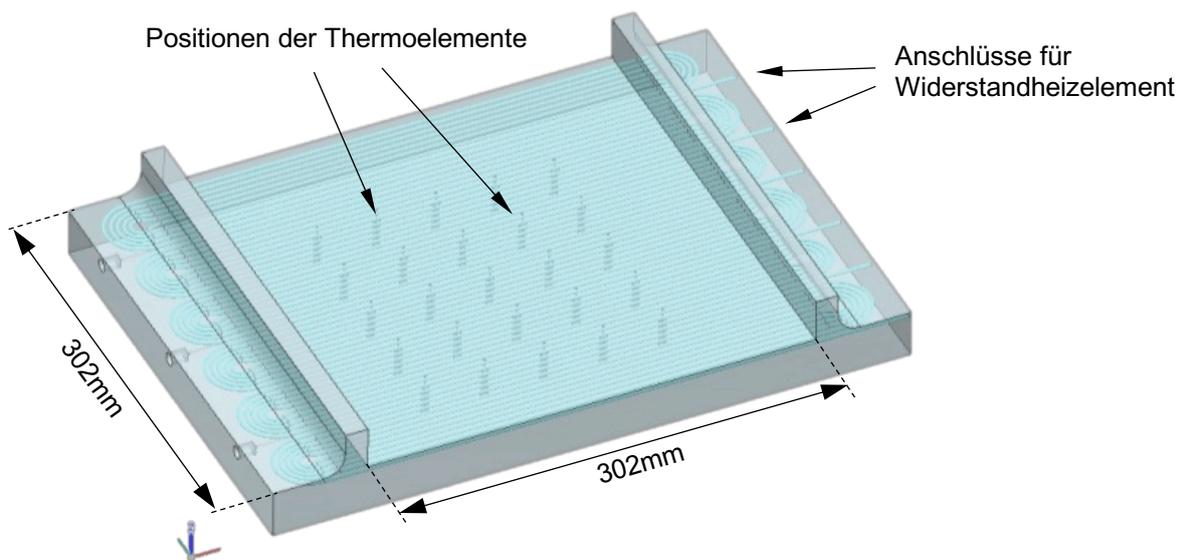


Abbildung 5.3: Entwurfsansicht des Werkzeugmodells zur Verdeutlichung des Verlaufs der Widerstandsheizelemente (Maaß et al., 2016, S. 231)

Die drei Heizleiter mit je 1750 W wurden 3 mm unterhalb der Werkzeugoberfläche verlegt (Maaß et al., 2016, S. 230). Für die Steuerung und Überwachung der Temperaturen wurden in das Werkzeugoberteil als auch in das Werkzeugunterteil 25 Thermoelemente der Firma TC-Mestechnik (Typ K-Mantelrohr hitzebeständiger Edelstahl 1.4841-Ø 1,5 mm) (TC Mess- und Regeltechnik GmbH, 2010) im Abstand von 6 mm unterhalb der Werkzeugoberfläche integriert (Abbildung 5.4).

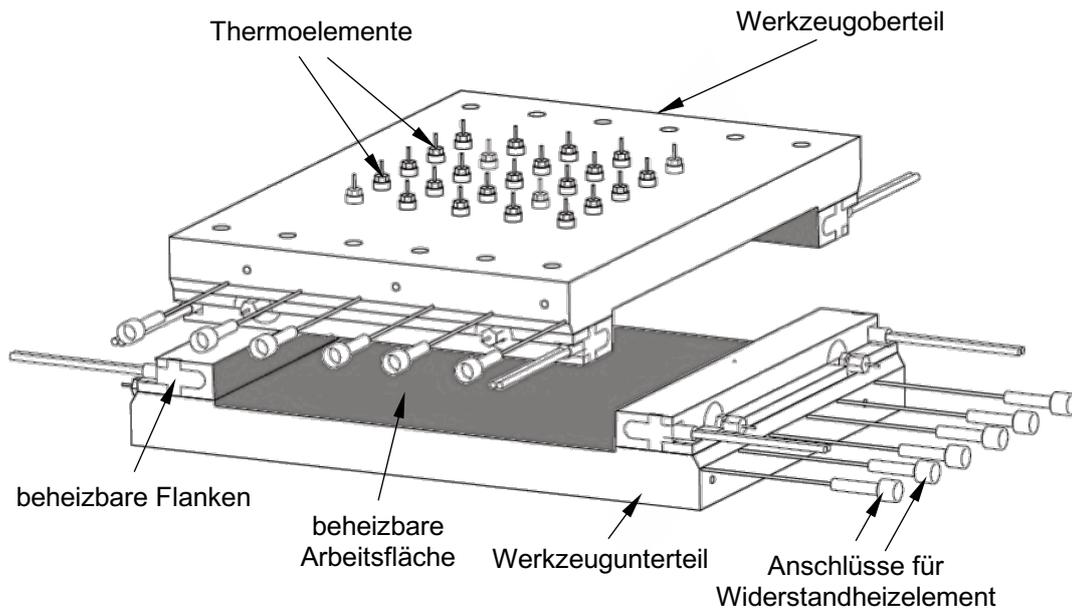


Abbildung 5.4: Darstellung des beheizten Plattenwerkzeugs mit beweglichem Oberwerkzeug und feststehendem Unterwerkzeug (Maaß et al., 2016, S. 231)

Um den Formgebungsdruck zwischen Ober- und Unterwerkzeug aufzubauen werden seitliche Flanken benötigt. Diese Flanken stellen eine Materialanhäufung mit vergrößerter Oberfläche dar und müssen mit je 2 Heizpatronen (Typ HLP 400 V/500 W) zusätzlich beheizt werden, um einen Wärmeverlust der Arbeitsfläche in den Randbereichen zu vermeiden. Durch zusätzliche Thermoelemente können die Heizpatronen in den Flanken unabhängig untereinander und unabhängig von den Widerstandsheizelementen in der Arbeitsfläche gesteuert werden. Weiterhin sind die Flanken mit einer vertikalen Abschrägung von 3° gefertigt, um Ober- und Unterwerkzeug beim Eintauchen zu einander positionieren zu können. Dieser konische Zulauf dichtet die Gravur ab einem Abstand zwischen Ober- und Unterwerkzeug von 4 mm ab, um den Formgebungsdruck allseitig aufbringen zu können. Konische Abdichtungen haben den Vorteil, dass Anhaftungen nicht so häufig auftreten, wie bei zylindrischer Abdichtung – sprich bei parallel verlaufenden Werkzeugflanken (Meßmer, 2006, S. 122).

Für die Wärmeisolierung wurde eine Einfassung aus keramischem Werkstoff (Promat DURATEC[®]-XP) konstruiert (Abbildung 5.5). Dieser Werkstoff ist druckstabil und weist aufgrund der geringen Wärmeleitfähigkeit gute Wärmeisolationseigenschaften auf. Das Werkzeugunterteil und Werkzeugoberenteil wurden auf die gleiche Weise eingefasst.

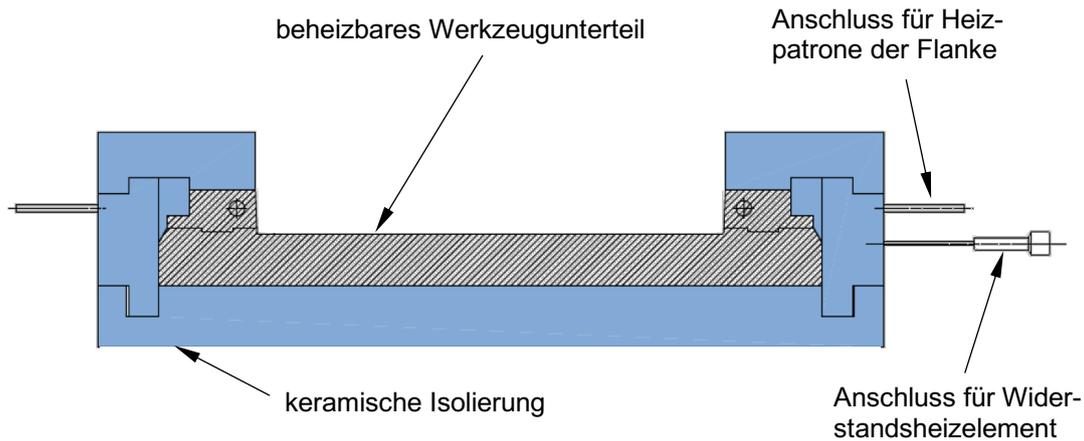


Abbildung 5.5: CAD-Modell des Werkzeugunterteils mit keramischer Werkzeugisolation

Da die Formgebungskräfte für die Umformung teilflüssiger Metalle vergleichsweise gering sind, wurde das Werkzeugunterteil zusätzlich auf vier Piezo-Kraftmessunterlagen gelagert (Abbildung 5.6), um die Formgebungskräfte beim Umformprozess online messen zu können. Konstruktiv kann die Presse das erforderliche Auflösungsvermögen der geringen Formgebungskräfte nicht erfüllen.

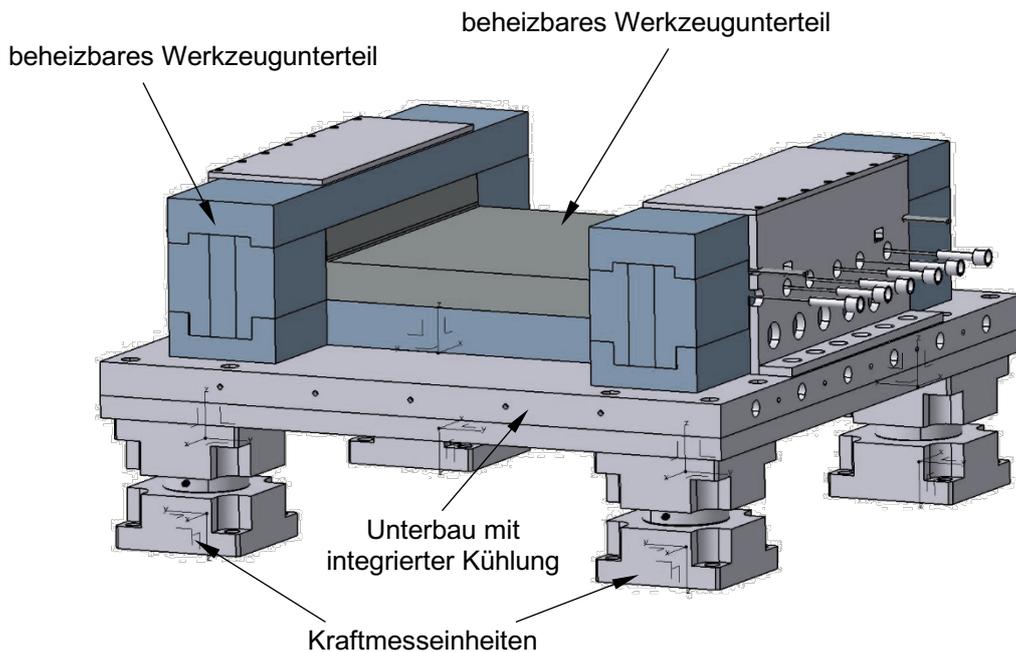


Abbildung 5.6: Das Werkzeugunterteil ist mit der Kühlung auf Kraftmesseinheiten gelagert, um die Formgebungsdruck online erfassen zu können

Die vier Kraftmesseinheiten bestehen aus jeweils 2 Montageflanschen, wodurch die integrierten Piezoelemente zur Kraftmessung (Kistler Quarzkristall-Messunterlagsscheiben Typ 9071A) vorgespannt werden können. Im vorgespannten Zustand wurden die Kraftmesseinheiten vom Hersteller für den Anwendungsbereich kalibriert.

Das beheizbare Werkzeug mit der keramischen Isolation und einer Kühlung wurde in ein Säulenführungsgestell eingebaut (Maaß et al., 2016, S. 230). Die Führungssäulen wurden mit

zusätzlichen Führungsbuchsen (Kugelführung Aluminium) der Firma Steinel (Steinel 2012, S. 3.51) gem. ISO 9448 bestückt, um eine spielfreie, genaue Abstimmung von Ober- und Unterwerkzeug auch unter Temperatureinfluss zu gewährleisten. Dieses Gestell wurde in eine Doppelständer-Hydraulik-Pressen des Herstellers Müller-Weingarten (Typ SLZ 250-12,5) eingebaut (Maaß et al., 2016, S. 232) (Abbildung 5.7). Der Pressenstößel lässt sich regelungstechnisch sowohl über die Kraft als auch über den Weg steuern. Für Formgebungsversuche wurde der Stößel über die Kraftsteuerung geregelt, da der Druck auch während des Abkühlens aufrechterhalten werden muss, um Lunker infolge der Schrumpfung zu vermeiden. Die Versuche wurden im Umformtechnikum der BMW AG durchgeführt.

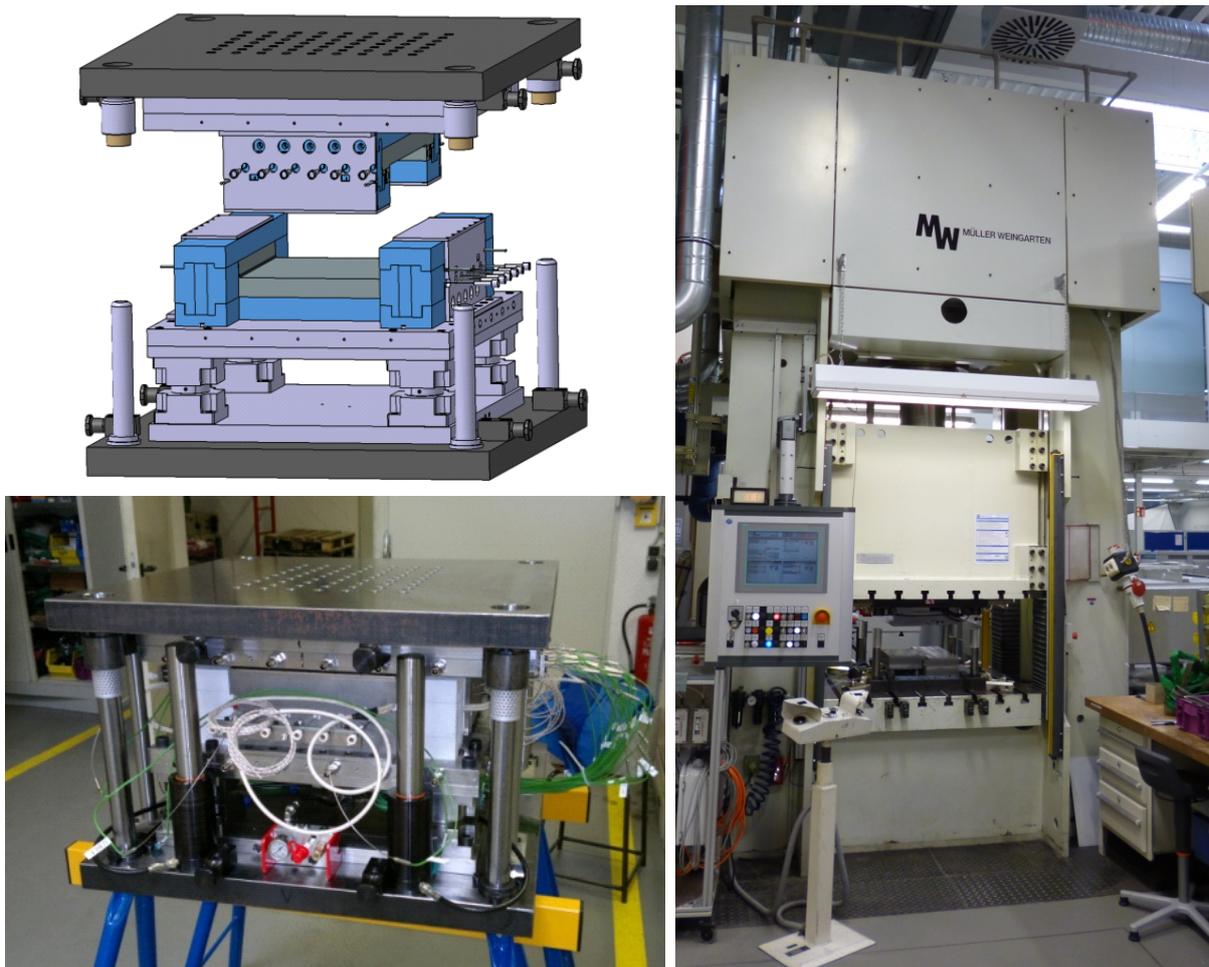


Abbildung 5.7: Umsetzung des beheizten Werkzeuges und Implementierung in eine hydraulische Presse vom Typ Müller-Weingarten SLZ 250-12,5 (Maaß et al., 2016, S. 232)

Für eine homogene Aufheizung der Proben werden diese im geschlossenen Werkzeug für 30 s ohne Druckbeaufschlagung an die Werkzeugtemperatur angeglichen. Dazu verweilt das Werkzeugoberteil 15 mm vor UT. Erst danach erfolgt die Formgebung.

Das Werkzeug erfährt einen Wärmeverlust durch die Wärmeübertragung zwischen Werkstück und Werkzeug sowie durch das Öffnen des Werkzeugs. Die Temperaturen und Temperaturverluste im Werkzeugspalt wurden empirisch ermittelt. Zur Absicherung des Prozesses wurden

die Temperaturen im Werkstück während des Formgebungsprozesses stichprobenartig mittels (verlorenen) Thermoelementen (Typ K-Mantelrohr hitzebeständiger Edelstahl 1.4841-Ø 0,25 mm) abgeglichen.

5.3 Kalibrierung

Die Temperatur der Werkzeugplatten wird 6mm unterhalb der Werkzeugoberfläche online gemessen. Zur Ermittlung der voraussichtlichen Temperaturverteilung innerhalb der Probe wurden im Vorfeld spezielle Aufheizversuche durchgeführt. Dazu wurde ein Edstahlgitter mit weiteren 25 Thermoelementen der Firma TC Messtechnik (Typ K-Mantelrohr hitzebeständiger 1.4841-Ø 0,50 mm) bestückt (Abbildung 5.8).

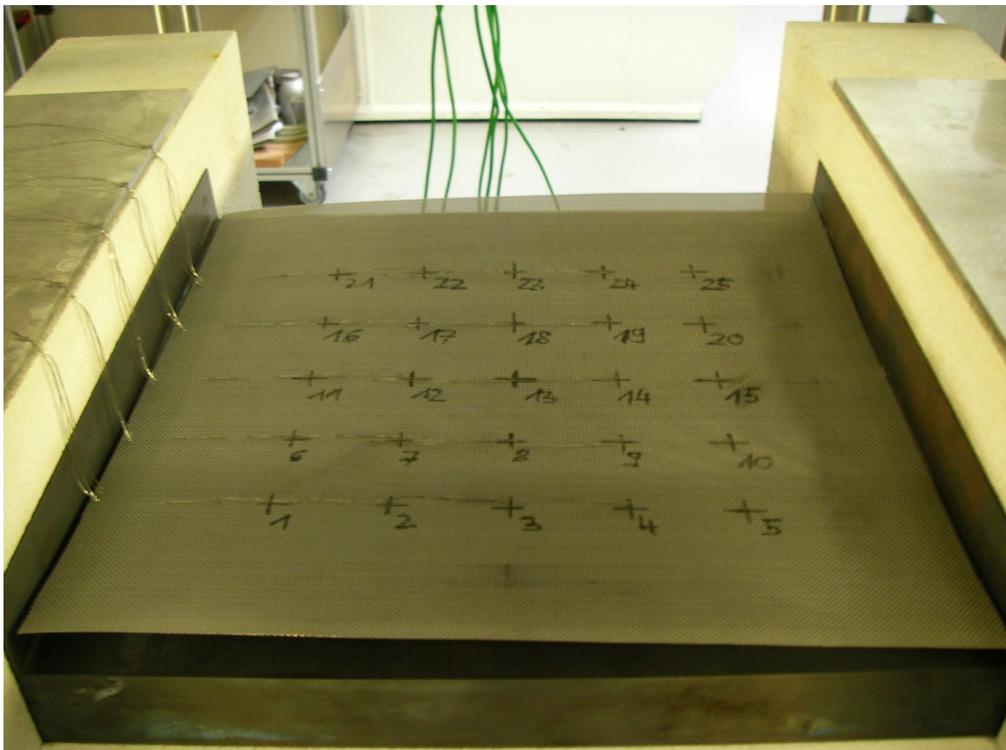


Abbildung 5.8: Kalibrierung der Werkzeugtemperatur mittels Messgitter mit Thermoelementen

Die Lage der Thermoelementmessspitzen ist in diesem Gitter kongruent zu den Thermoelementen im Ober- bzw. Unterwerkzeug. Mit dem eingelegten Drahtgitter wurde die Homogenität der Temperaturverteilung im Werkzeugspalt analysiert (Abbildung 5.9). Die Reglereinstellungen für Unterwerkzeug und Oberwerkzeug (inkl. der seitlichen Heizpatronen) wurden für eine homogene Temperaturverteilung empirisch angepasst.

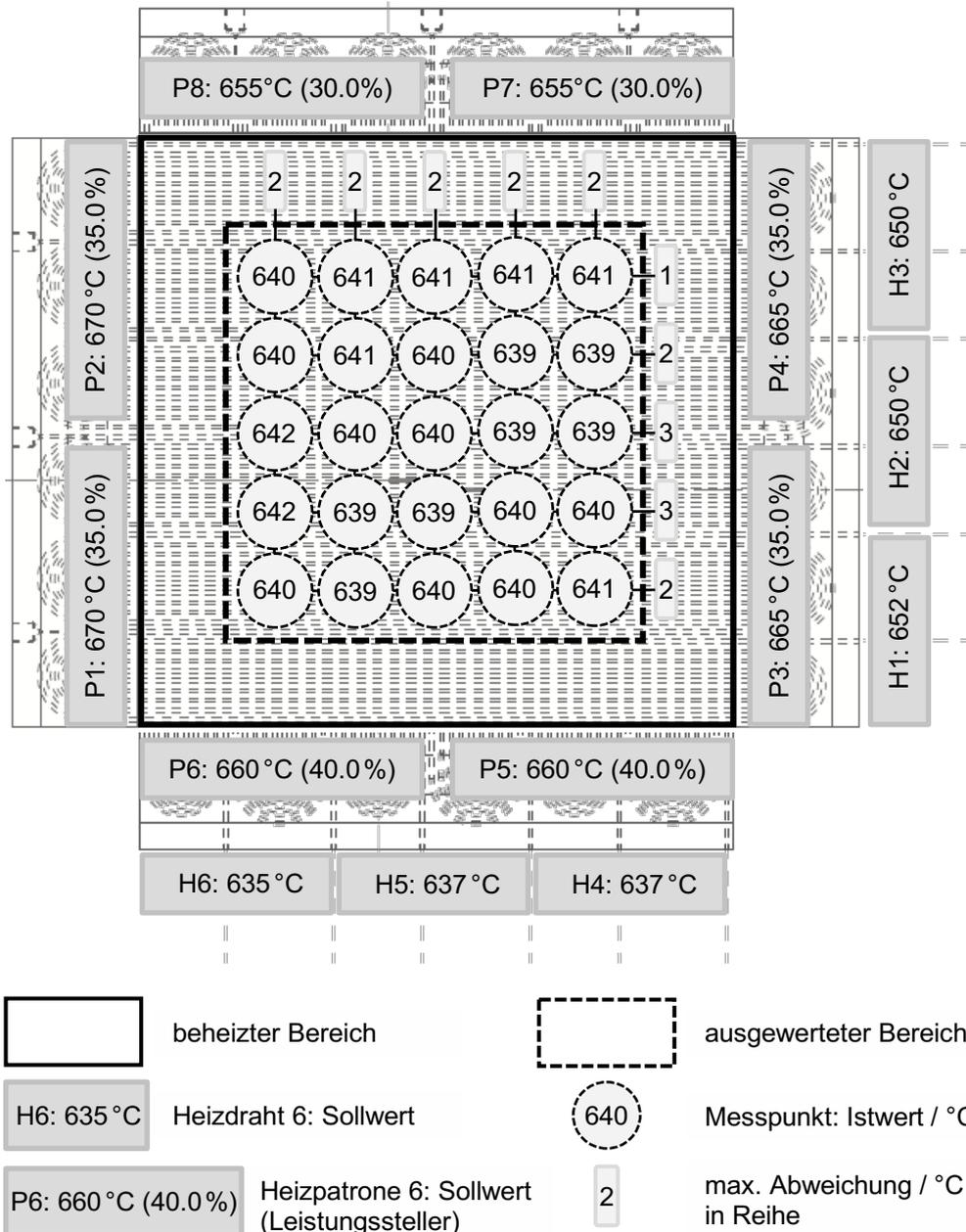


Abbildung 5.9: Temperaturverteilung nach optimierter Regelung für Zieltemperatur 640 °C

Die Ergebnisse zur homogenen Temperaturverteilung zeigen, dass im abgedeckten Bereich die Temperaturverteilung mit einer maximalen Abweichung von $\pm 1,5$ K über der gesamten Fläche eingestellt und gehalten werden kann. Die vorrangegangene Temperaturverteilung erfolgte zunächst statisch. Im Versuch hingegen, erfährt das Werkzeug auch Tempverluste durch die Werkzeugöffnung (Abbildung 5.10).

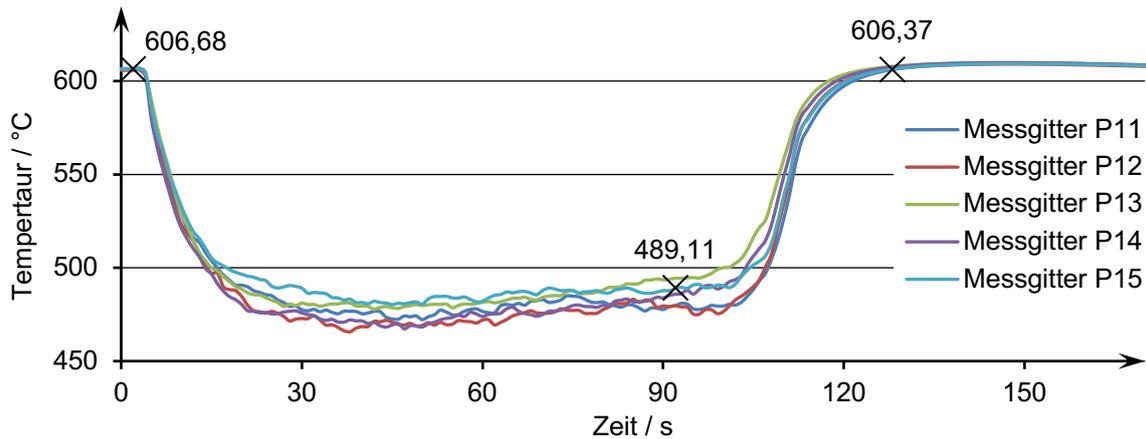


Abbildung 5.10: Temperaturregeneration im Werkzeug nach einer Werkzeugöffnungszeit von 90 s, ausgehend von einer eingestellten Temperatur von 606 °C

Die Temperaturveränderung infolge der Werkzeugöffnung und Werkzeugschließung wurde über verschiedene Öffnungszeiten erfasst und ausgewertet (Tabelle 5.2).

Tabelle 5.2: Auswertung der Regenerationsdauer nach Temperaturabfall durch Werkzeugöffnung für verschiedene Öffnungszeiten bei einer Solltemperatur von 606 °C

Öffnungs- dauer	Start- temperatur	Zeitpunkt Öffnen	Zeitpunkt Schließen	Regenerations- temperatur	Regenerations- dauer
15 s	T=605,97 °C	t=3,00 s	t=18,00 s	T=605,50 °C	t=44 s
30 s	T=606,32 °C	t=3,00 s	t=33,00 s	T=606,07 °C	t=43 s
45 s	T=606,16 °C	t=3,00 s	t=48,00 s	T=606,05 °C	t=43 s
60 s	T=606,05 °C	t=2,00 s	t=62,00 s	T=606,02 °C	t=41 s
90 s	T=606,68 °C	t=2,00 s	t=92,00 s	T=606,37 °C	t=36 s

Die Auswertung der Messdaten gem. Tabelle 5.2 zeigt, dass sich die eingestellte Ausgangstemperatur im Messgitter – stellvertretend für das Werkstück – nach dem Schließen des Werkzeuges nach maximal 44 Sekunden regeneriert hat. Weiterhin verringert sich die notwendige Regenerationszeit mit zunehmender Öffnungszeit des Werkzeuges. Dies ist auf das Nachregeln der Heizsteuerung des Werkzeuges zurückzuführen, da die Heizung beim realen Versuch während des Einlegens des Werkstückes nicht ausgeschaltet wird. Die Steuerung registriert den Temperaturabfall und regelt entsprechend nach. Bei den kurzen Öffnungszeiten von unter 45 Sekunden ist die Nachregelung aufgrund der Trägheit der Systems noch nicht messbar. Die Öffnungsversuche wurden bei verschiedenen Temperaturen mehrfach wiederholt und bestätigen die Auswertung der Messdaten gem. Tabelle 5.2.

Die empirischen Messungen mittels Messgitter berücksichtigen zwei Anteile des Temperaturverlusts. Der Temperaturverlust des aufgeheizten Werkzeuges, der durch den Kontakt mit dem eingelegten Werkstück erfolgt, ist aufgrund des Masseverhältnisses zwischen Werkzeug (2 x 41 kg) und Werkstück (0,25 kg) gering und wird mit dem Temperaturverlust, der beim Öffnen des Werkzeuges entsteht, überlagert. Die Temperatursteuerung des Werkzeuges mit

eingelegtem Werkstück erfolgt durch den IST-/SOLL-Abgleich der absoluten Temperatur und nicht aufgrund der zu- bzw. abgeführten Energie.

Um den Wärmeverlust während der Formgebung regelbar zu halten, wurden die beheizbaren Platten in eine keramische Isolierung eingebettet. Die Wärmeabfuhr nach erfolgter Formgebung muss über die Werkzeugkontaktflächen erfolgen, die zuvor die Wärmeenergie ins Werkstück eingebracht haben. Dazu wird die Heizleistung der Widerstandsheizelemente unterbrochen und gleichzeitig eine Luftkühlung eingeschaltet, die in Kanälen innerhalb der keramischen Isolierung geführt wird (Abbildung 5.11). Diese Kühlmethode ist für Ober- und Unterwerkzeug identisch. Die 5 Kühlkanäle mit dem Durchmesser von 10 mm weisen im Betrieb einen Durchfluss von je 46 l/min auf. Auch die Kühlung erfolgt temperaturgesteuert. Erst nach dem eine Zieltemperatur – in diesem Fall die Solidustemperatur des Werkstückes – im Werkzeug unterschritten wurde, wird das Werkstück entnommen.

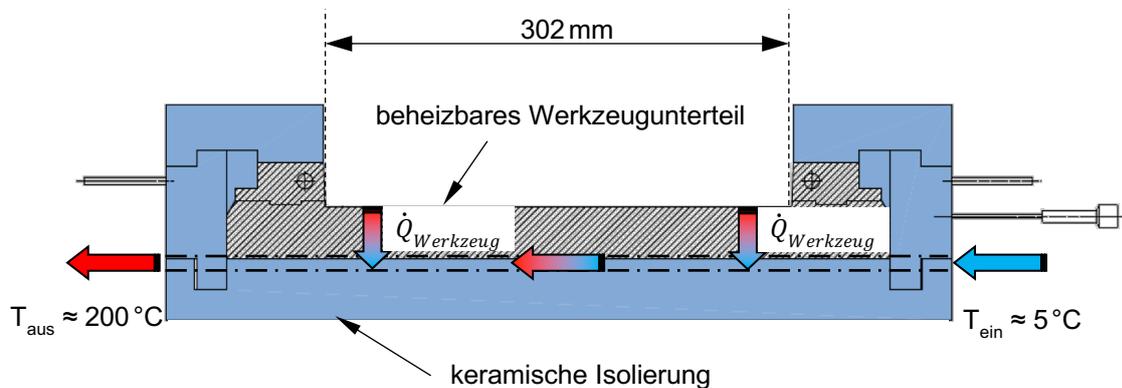


Abbildung 5.11: Werkzeugkühlung mittels Luftstrom, der unterhalb der Werkzeugform in Kühlkanälen der keramischen Isolierung verläuft

5.4 Fehlerbetrachtung

Für die konkrete Auswertung der erfassten Daten muss die Messunsicherheit der verwendeten Messinstrumente betrachtet werden.

❖ Thermoelemente Typ K

Die Miniaturthermoelemente im Messgitter, vom Typ K (NiCr/NiAl) mit einem Durchmesser von 0,5 mm, weisen gemäß Herstellerangaben (TC Direct, 2011) die Toleranzklasse 1 nach DIN EN 60584-2 auf. Die verwendeten Thermoelemente wurden zusätzlich kalibriert und der Hersteller ergibt eine maximale Messunsicherheit von $\pm 1,2^\circ\text{C}$ (Donaldson, Heath, 2011) an. Die Optimierung der Werkzeugeinstellung ergab, dass die Temperatur auf $\pm 1,5^\circ\text{C}$ homogen über die Werkzeugfläche verteilt ist (vgl. Abbildung 5.9). Wird die ermittelte Messunsicherheit von $\pm 1,2^\circ\text{C}$ zusätzlich implementiert, ergibt sich eine mögliche Abweichung von $\pm 2,7^\circ\text{C}$ zur Zieltemperatur (Maaß et al., 2016, S. 230). Die im Werkzeug verbauten Mantelthermoelemente ($\varnothing 1,5\text{ mm}$) weisen laut Herstellerangaben ebenfalls die Toleranzklasse 1 auf (TC Direct, 2011).

Die Kalibrierung im Temperaturbereich vom 600 °C ergab hier eine Messunsicherheit von $\pm 0,4$ K (Walker, Heath, 2011), die bei der Reglereinstellung berücksichtigt werden muss, sodass die maximale Temperaturabweichung additiv hier $\pm 1,9$ °C beträgt. Aus diesem Grund kann die Temperatur für die Versuche in minimalen Schritten von 5 °C variiert werden (Maaß et al., 2016, S. 230). Kleinere Abstufungen sind nicht darstellbar.

❖ Quarzkristall-Messunterlagscheibe

Für die konkrete Erfassung der Umformkraft während des Prozesses wurden vier Quarzkristall-Messunterlagscheiben der Firma Kistler Typ 9071A verwendet. Diese können Kräfte bis 400 kN mit einer Auflösung von 1 N aufzeichnen. Diese Messunterlagscheiben sollten gemäß Herstellerangabe immer im vorgespannten Zustand verwendet werden (Vorspannkraft 80 kN). Im vorgespannten Zustand befindet sich die Messunterlagscheibe im Krafthauptschluss zwischen oberen und unteren Montageflansch welche über den Vorspannbolzen miteinander verbunden sind. Dadurch entsteht wiederum ein Kraftnebenschluss, bei dem ein Teil der eingeleiteten Kraft aufgrund von Elastizitäten auch über den Vorspannbolzen aufgenommen wird (Kistler Gruppe, 2011, S. 24). Die Messunterlagscheibe erfährt daher nicht die gesamte eingeleitete Kraft. Aus diesem Grund wurden die kompakten, vorgespannten Kraftmess-einheiten mittels eines Referenzsystems vom Hersteller Kistler auf den Arbeitsbereich 0 - 400 kN für jede Messunterlagscheibe kalibriert. Der Kraftnebenschluss beträgt laut Kalibrierung 9 - 11 % (Bausch, Luder, 2012).

Der Kraftnebenschluss wurde zusätzlich im fertig aufgebauten Werkzeug in der Versuchspresse überprüft. Dazu wurde die Kraft von 500 kN pressenseitig eingestellt und die Kraftmess-sensoren weisen auch hier einen max. Kraftnebenschluss von 11 % auf (Abbildung 5.12). Der Kraftnebenschluss muss bei der Einstellung der Pressenparameter berücksichtigt werden.

Die Messunterlagscheibe ist durch die Kühlplatte (Abbildung 5.6) vom beheizten Werkzeug getrennt und somit thermisch entkoppelt. Durch die Belastung kann sich die Messunterlagscheibe ebenfalls erwärmen. Hier nennt der Hersteller einen zeitabhängigen Fehler von zusätzlichen $\pm 0,1$ % nach einer Belastungsdauer von mehr als 10 min (Kistler Gruppe, 2011, S. 29). Dies ist bei der Versuchsdurchführung hinsichtlich der Versuchsdauer zu berücksichtigen.

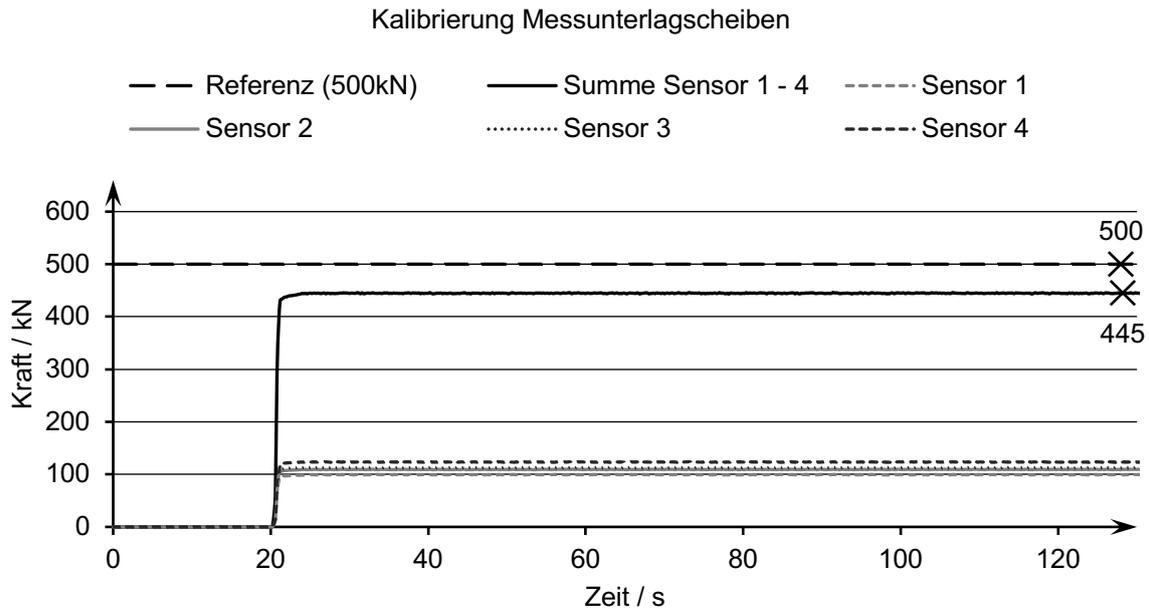
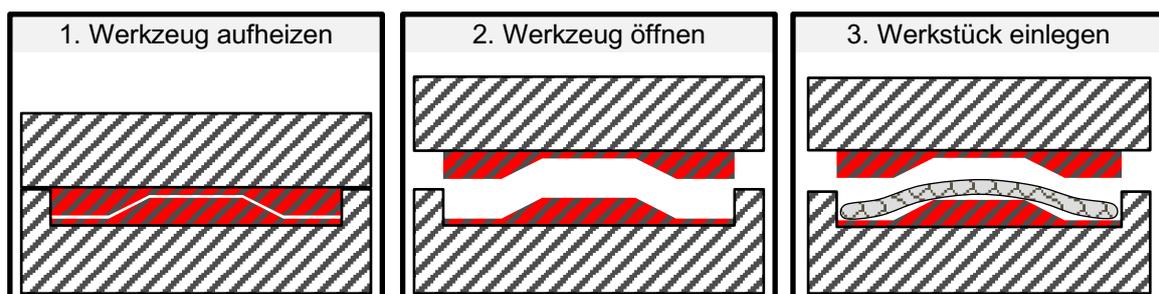


Abbildung 5.12: Messungen zum Kraftnebenschluss der 4 vorgespannten Messunterlagscheiben mit einer pressenseitigen Kräfteinstellung von 500 kN

5.5 Prozessablauf

Bei diesem Umformprozesses bewegt sich das Werkzeugoberteil auf das feststehende Werkzeugunterteil zu. Das erwärmte Einsatzmaterial wird im Quetschspalt zusammenpresst (Maaß et al., 2016, S. 231). Für die Herstellung der Bauteile mit homogenem Gefüge müssen sich die verwendeten metallischen Fasern des Ausgangswerkstoffes im Formgebungsprozess miteinander verbinden. Entsprechend der Definition gem. DIN 8580 muss das Verfahren allgemein in die Verfahrensgruppe „Urformen“ und speziell in „Urformen aus dem span- oder faserförmigen Zustand“ eingeordnet werden, auch wenn sich der Prozessablauf an dem des Thixoschmiedens und somit an einem Umformverfahren orientiert. Auch die einzustellenden geringen Flüssigphasenanteile ($f_L < 0,5$) sprechen eher für ein Umformverfahren.

Zur Herstellung eines metallischen Bauteils aus flexiblem Einsatzmaterial wurde, gemeinsam mit Herrn Norbert Donath, ein neuer Verfahrensablauf entwickelt. Dieser kann nach dem Vorbereiten der Proben in folgende Phasen unterteilt werden (Abbildung 5.13).



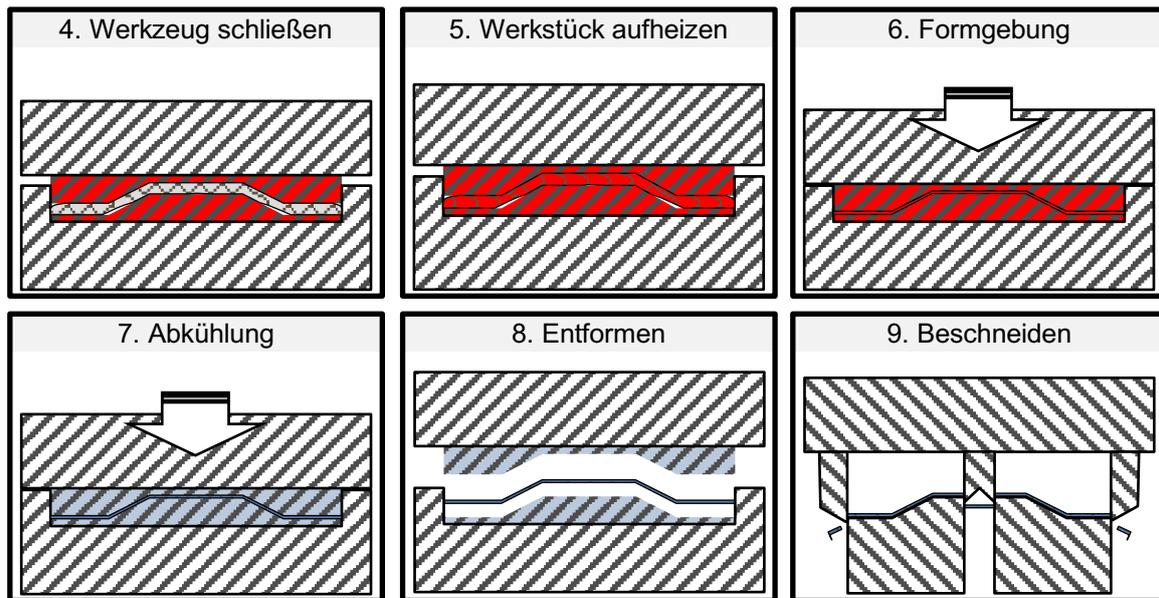


Abbildung 5.13: Prozessablauf für die halbflüssige Formgebung mit flexiblem Einsatzmaterial (Maaß et al., 2016, S. 230)

Die Aufheizung des Werkzeuges (Prozessschritt Nr. 1) erfolgte über eine automatisierte Steuerung mittels Regelkreis (Sollwertgeber mit Mehrkanalregler Jumo Imago 500 (JUMO GmbH & Co. KG 2012)). Dazu wird die Zieltemperatur eingestellt und die notwendige Heizleistung regelt die Steuereinheit automatisch (PID-Regler). Die Aufheizung des Werkzeuges von Raumtemperatur auf Betriebstemperatur erfordert in der Regel eine Mindstdauer von 30 min. Sobald die Zieltemperatur erreicht ist, kann das Werkzeug geöffnet (Prozessschritt Nr. 2) und mit dem Werkstück bestückt (Prozessschritt Nr. 3) werden. Das Öffnen des Werkzeuges, Einlegen des Werkstückes und Schließen des Werkzeuges (Prozessschritte Nr. 2 – Nr. 4) erfolgte durch den Pressenbediener und muss aufgrund des Temperaturabfalls des Werkzeuges innerhalb von 90 s abgeschlossen sein (vgl. Tabelle 5.2). Die empirischen Messungen ergaben, dass die Angleichung der Werkstücktemperatur an die Werkzeugtemperatur (Prozessschritt Nr. 5) inklusive der Temperaturregeneration des Werkzeuges max. 45 s dauert (vgl. Tabelle 5.2). Erst nach der Homogenisierung des Einsatzmaterials wird der Formgebungsdruck automatisiert aufgebracht und die eingestellte Formgebungstemperatur für die Dauer von 15 s aufrechterhalten (Prozessschritt Nr. 6). Anschließend wird die Leistungszufuhr der Widerstandsheizelemente unterbrochen und das Werkzeug mit Hilfe der integrierten Luftkühlung (vgl. Abbildung 5.11) abgekühlt (Prozessschritt Nr. 7). Die Pressensteuerung verfügt über eine kraft- und wegabhängige Regelung, sodass der Formgebungsdruck bis zur Entformung aufrechterhalten wird. Sobald die Solidustemperatur der Werkstücklegierung unterschritten wurde, kann das Werkstück entnommen werden (Prozessschritt Nr. 8). Nach vollständiger Abkühlung des fertiges Werkstückes kann dieses beschnitten werden (Prozessschritt Nr. 9). (Maaß et al., 2016, S. 230)

6 Einsatzmaterial

Die Auswahl der Aluminiumlegierung erfolgte primär unter dem Aspekt der industriellen Anwendbarkeit in der Automobilbranche, in diesem Fall der BMW AG. Der Werkstoff sollte bereits für diverse konventionelle Formgebungsverfahren verwendet werden, da somit der zeitintensive Vorgang der Werkstofffreigabe bereits abgeschlossen wäre.

Das Vorhandensein eines ausgeprägten Schmelzintervalls für die Verwendung der semi-solid Verfahren erforderlich. Die Schmelzintervalle sind legierungsspezifisch und können vorab dem entsprechenden Phasendiagramm entnommen werden. Je breiter der vorhandene Temperaturbereich für die Einstellung des thixotropen Zustands ist, desto stabiler sind die Werkstoffe gegenüber Temperaturabweichungen während der Formgebung. Der Prozess ist dann einfacher zu regeln und die Reproduzierbarkeit wird erhöht (Uggowitzer, Gullo, Wahlen, 2000, S. 97). Eine einfache Prozessregelung ist hinsichtlich der industriellen Anwendung von Vorteil. Aus diesem Grund wurde die Legierung AlMg3,5 als Fasermaterial verwendet.

Das neue Verfahren zeichnet sich durch die flexible Faserform des verwendeten Einsatzmaterials aus, welches aus einem Draht mit dem Durchmesser von 3,1 mm hergestellt wird (Maaß, 2010, S. 61). Dazu wird der Draht, mit einer erforderlichen Zugfestigkeit von 200 - 400 MPa, auf mehreren parallelen Bahnen in eine Drahtumlaufhobelmaschine (Abbildung 6.1) gespannt (Maaß et al., 2016, S. 228). Die Maschine zur Verarbeitung der Aluminiumdrähte zu Aluminiumfasern entspricht einer spanenden Werkzeugmaschine mit geradliniger Werkzeugbewegung. Die Relativbewegung zwischen Werkstück und Werkzeug wird durch die umlaufenden Aluminiumdrähte generiert, wobei der feststehende, kammartige Meißel mit einer definierten Kraft gegen die Drähte drückt. (Maaß et al., 2014, S. 5)

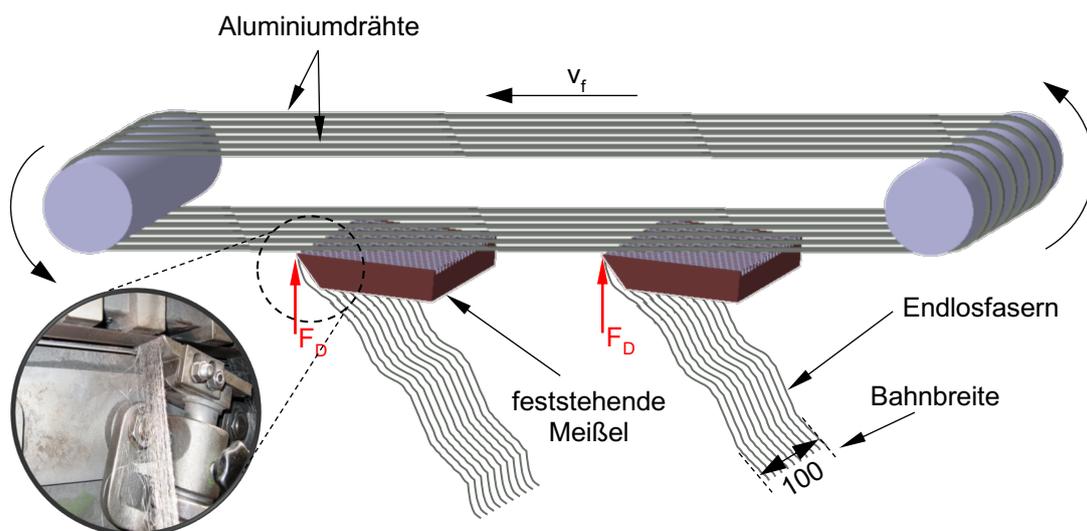


Abbildung 6.1: Drahtumlaufhobelmaschine zur Herstellung von Endlosfasern aus umlaufenden Drähten (Maaß et al., 2016, S. 228)

Um die Effizienz zu erhöhen, werden mehrere Meißel hintereinandergeschaltet. Diese Maschine der Firma Stax Metallfaserwerke ist eine Einzweckmaschine, da nur Drähte mit einem Durchmesser von 3,1 mm verarbeitet werden können. Die Einteilung der Werkzeugmaschine orientiert sich an den Fertigungsverfahren gem. DIN 8550 (Tönshoff, 1995, S. 16ff.).

Entsprechend der Meißelbreite ergibt sich eine unidirektionale Endlosfaserbahn mit einer Breite von 100 mm. In weiteren Schritten werden die Endlosfaserbahnen zu unidirektionalen Einzellagen verdichtet. Die Einzellagen können entsprechend der Kundenwünsche unterschiedlich vorkonfektioniert werden (Abbildung 6.2). (Maaß et al., 2014, S. 5)

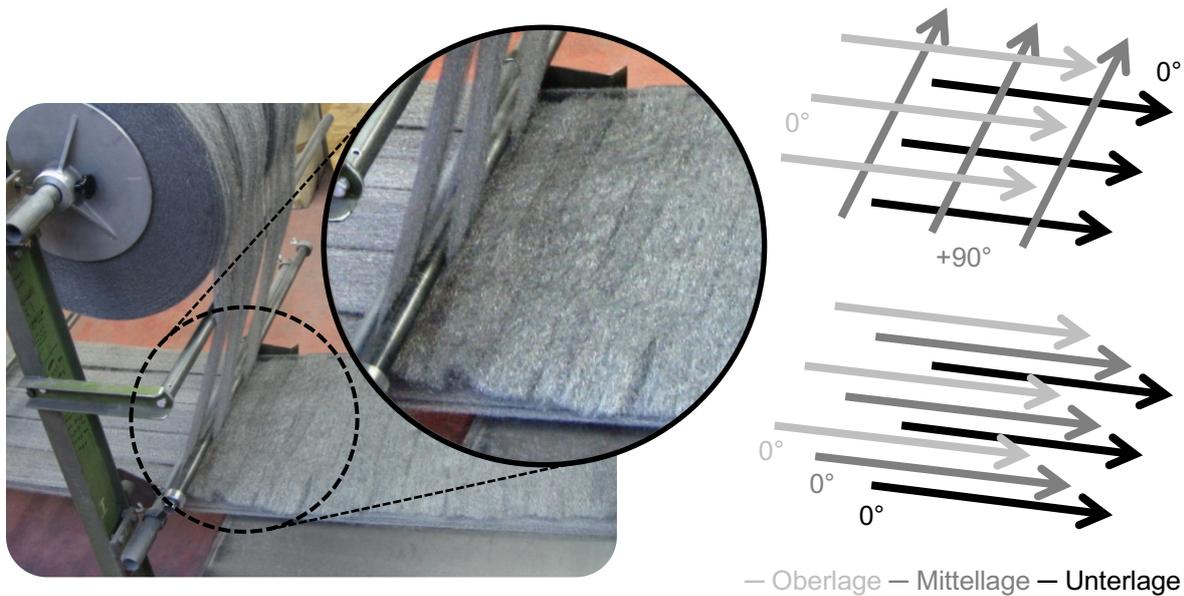


Abbildung 6.2: Zusammenstellung der Einzellagen aus Endlosfasern (Maaß, 2010, S. 62)

Bei den durchgeführten Versuchen kamen zwei Schichtaufbauten (Stacks) mit jeweils 3 Einzellagen zum Einsatz. Zum einen wurden Stacks mit alternierender ($0^\circ/90^\circ/0^\circ$) und zum anderen mit unidirektionaler Faserrichtung verwendet.

Für die Versuche wurde das Material mit einem definierten Flächengewicht von 800 g/m^2 hergestellt und als Rollen angeliefert (Abbildung 6.3). Das Material wurde in Foliensäcken vakuumiert geliefert und gelagert, um eine zusätzliche Oxidation auf den Fasern zu vermeiden. Die Herstellung der Fasern erfolgte jedoch nicht unter Schutzgasatmosphäre, weshalb von einer natürlichen Oxidschicht auf den Fasern ausgegangen werden muss. Das Material kann durch Scherschneiden zugeschnitten werden, was die Verarbeitung vereinfacht. (Maaß et al., 2016, S. 228)



Abbildung 6.3: Flexibles Einsatzmaterial auf Rollen (Maaß et al., 2014, S. 5)

6.1 Faservermessung

Die aus dem Draht hergestellten Fasern können vom Hersteller STAX Metallfaserwerk in den Dicken $60\ \mu\text{m}$, $90\ \mu\text{m}$ und $120\ \mu\text{m}$ geliefert werden (Gesell, Nohe, 2003, S. 1). Laut Herstellerangabe sind die Geometrien unregelmäßig. Während der Probenvorbereitung waren außerdem geometrische Schwankungen der Fasern im Zuschnitt erkennbar (Abbildung 6.4). Zuschnitte mit diesen Auffälligkeiten wurden aussortiert und nicht für die Formgebungsversuche verwendet.

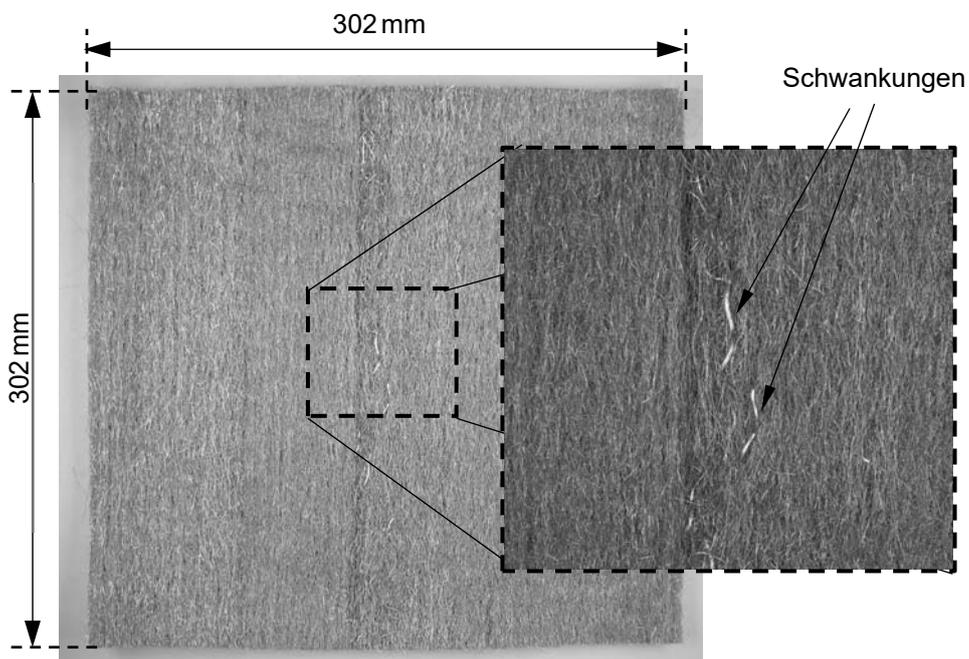


Abbildung 6.4: Unregelmäßigkeiten der Faserstruktur in den Probenzuschnitten

Da die Oberfläche eines Stacks für die gebildete Oxidschicht entscheidend ist, ist die Angabe der Faserdicke des Herstellers für eine exakte Berechnung der Oxidanteile ungenügend. Für die Auswertung wurden die Einzelfasern im Anlieferungszustand, d.h. ohne vorherige Temperierung, als Ultradünnschnitte vermessen (vgl. Abbildung 6.5).

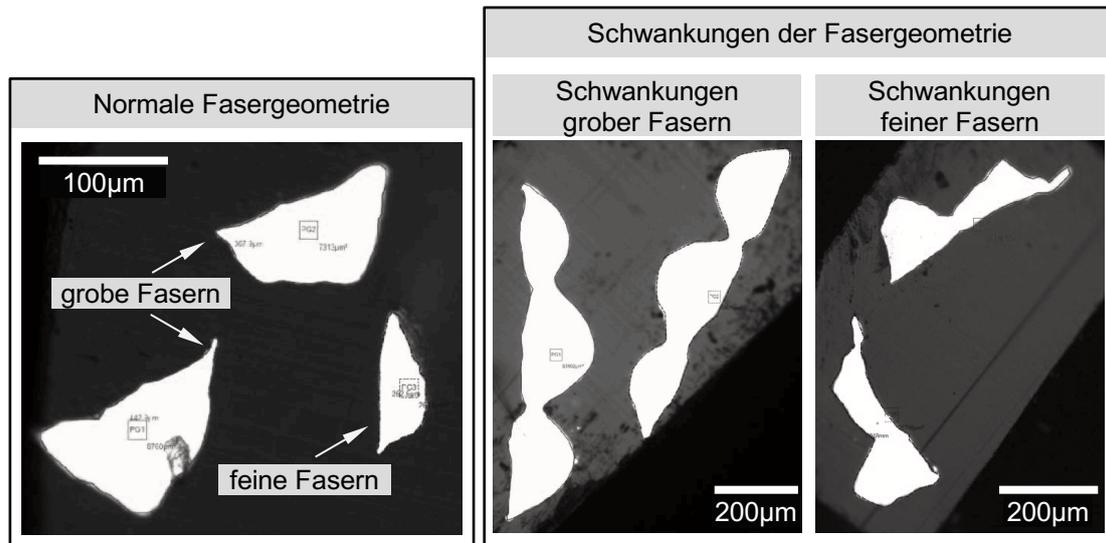


Abbildung 6.5: Ultradünnschnitten der groben und feinen Fasern sowie deren Schwankungen

Die Ursache dieser Schwankung ist die zunehmende Kontaktfläche zwischen dem kammartigen Meißel und Draht infolge des Abtrages des Drahtes (Abbildung 6.6). Dadurch sind an einem Draht mehr Schneiden gleichzeitig im Eingriff und die resultierende Spannung an der Schnittkante steigt, wodurch die Fasern frühzeitig brechen.

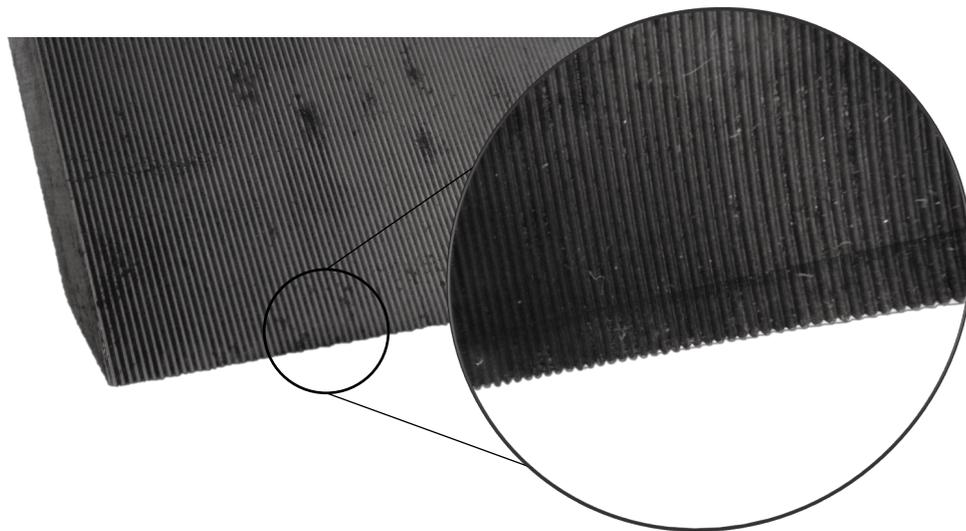


Abbildung 6.6: Kammartige Struktur des Meißels mit mehreren Schneiden (U-Form)

Bei der Herstellung der Fasern beim Lieferanten wird versucht eine möglichst hohe Ausbeute aus den Drähten zu erhalten, denn bei der bisherigen primären Verwendung der Fasermatten als Dämmungsmaterial (Maaß et al., 2016, S. 228) haben die Dickenschwankungen einen kaum spürbaren Einfluss auf die Dämmungseigenschaften. Auch die lichtmikroskopische Untersuchung der Fasern mit Schwankung zeigt den erwähnten Mehrfacheingriff der Meißelschneiden. Tabelle 6.1 gibt einen Auszug der Auswertung aller vermessenen Faserquerschnitte im Anlieferungszustand wieder.

Tabelle 6.1: Auszug der Auswertung der Ultradünnschnitte der Fasern im Anlieferungszustand (vgl. Tabelle A.1) (Maaß et al., 2016, S. 233)

Faser	Fläche / μm^2		Umfang / μm	
	\bar{A}_{Faser}	σ	\bar{U}_{Faser}	σ
AlMg3,5_F800	2.471,20	841,81	233,60	47,45
AlMg3,5_F800_Schwankung	28.913,25	1.185,60	1.081,25	50,66
AlMg3,5_G800	9.345,80	1.414,41	418,92	33,49
AlMg3,5_G800_Schwankung	6.4765,00	19.216,18	1.624,5	219,69

Die groben Fasern weisen eine 3,8-fach größere Querschnittsfläche sowie einen 1,8-fachen größeren Umfang als die feinen Fasern auf. Die Werte werden für die Berechnung der Oberfläche im Versuchsvolumen benötigt. Da die Schwankungsgeometrie zufällig entsteht, kann kein Zusammenhang zwischen der Größe der eigentlichen Fasern und deren Schwankung hergestellt werden. Lediglich die Tatsache, dass die Schwankungen der groben Faser auch größer als die Schwankungen der feinen Fasern sind, ist festzustellen.

6.1.1 Ondulation

Die einzelnen Fasern innerhalb der Stacks sind sowohl im Anlieferungszustand, d.h. auf der Rolle, als auch im zugeschnittenen Zustand unidirektional ausgerichtet und weisen eine Ondulation auf. Die tatsächliche Faserlänge kann nicht aus den zugeschnittenen Maßen des Langenaufbaus ermittelt werden. Für eine exakte Bestimmung wurden stichprobenartig 50 Einzelfasern aus den Ebenen eines Zuschnitts von 50 mm x 50 mm entnommen und anschließend im ondulierten sowie gestreckten Zustand gemessen (Abbildung 6.7).

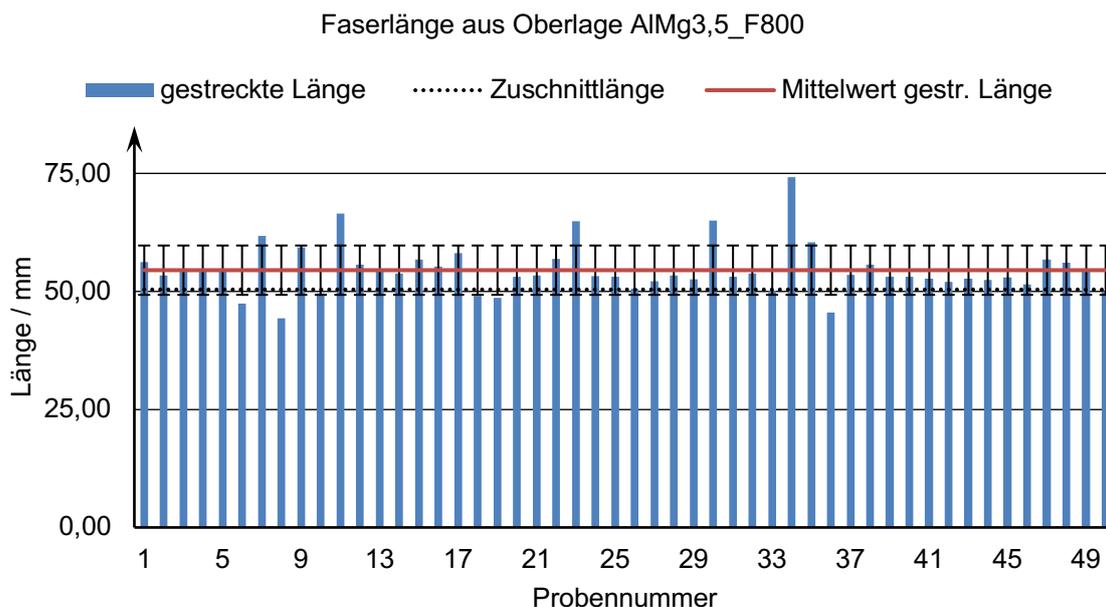


Abbildung 6.7: Streckung und Messung der feinen Fasern (F800) aus der Oberlage des Stacks

Bei der Messung der verstreckten feinen Fasern aus der Oberlage ergibt sich ein Mittelwert von 54,50 mm mit einer Standardabweichung von $\pm 5,22$ mm. Die Ergebnisse aus den verschiedenen Messreihen wurden in Tabelle 6.2 zusammengefasst (vgl. Anhang A - 6.1):

Tabelle 6.2: Auszug der Messwerte der ondulierten und gestreckten Faserlängen (vgl. Anhang A - 6.1.1)

	Einheit	F800	F800	G800	G800
Position der Fasern		Oberlage	Mittellage	Oberlage	Mittellage
ondulierte Länge aus dem Zuschnitt	[mm]	50,40	50,40	49,91	49,91
mittlere gestreckte Länge	[mm]	54,50	55,39	50,54	51,39
Standardabweichung der mittleren gestreckten Länge	[mm]	$\pm 5,22$	$\pm 6,02$	$\pm 6,00$	$\pm 7,15$
mittlere Abweichung zwischen ondulierter/mittlerer gestreckter Länge	[%]	+8,14	+9,91	+1,28	+2,97
mittlere Abweichung innerhalb einer Fasergeometrie	[%]	+9,03		+2,13	

Entsprechend den Messungen weisen die feinen Fasern (F800) eine stärker ausgeprägte Ondulation auf als die groben Fasern (G800). Diese Tatsache muss bei der Berechnung der gebildeten Oxidanteile beachtet werden. Weiterhin weist das Material kein ausgeprägtes Rieserverhalten durch Kurzfasern auf, welches für die gebildete Oxidanteile von Relevanz wäre.

6.2 Volumenveränderung durch Oxidation

Unter Berücksichtigung der zulässigen Schwankungen der Legierungselemente gem. EN AW 5754/5154A, verhält sich die verwendete Legierung AlMg_{3,5} und die in Abbildung 3.3 dargestellte Legierung AlMg₃ sehr ähnlich. Die eigenen Versuche wurden in Luft durchgeführt.

Die Oxidation von Aluminium-Magnesium-Legierungen wird in der Anfangsperiode von schwer erfassbaren und reproduzierbaren Einflüssen bestimmt (Thiele, 1962a, S. 15). So variieren die Oberflächen der Aluminiumfasern durch unvermeidbare Toleranzen sowohl in der Faserherstellung (Schwankung der Flächengewichte, Variation der Fasergeometrie), als auch bei der Probenpräparation (Ungenauigkeit beim Zuschneiden). Auch wenn die Versuchsdurchführung einem wiederkehrenden Schema folgt, so haben bereits kleine Veränderungen Einflüsse auf die Ergebnisse und Reproduzierbarkeit.

THIELE hat gebildete Oxidmengen von Aluminiumschmelzen mittels Thermowaage ermittelt (Thiele, 1962a, S. 4). Diese Methode ist für praktische Formgebungsversuche im Werkzeug,

bei denen die Oxide unmittelbar vor der Umformung entstehen nicht möglich. Weiterhin können während der Formgebung Verluste – durch den Austritt schmelzflüssiger Phase an den Werkzeugflanken – entstehen. Die geringen Oxidmengen können daher nicht ausgewogen werden. Deswegen wird zunächst die theoretische Volumenveränderung aufgrund der Oxidation beschrieben und anschließend mit den praktischen Untersuchungsergebnissen verifiziert.

Während der Oxidation werden Sauerstoffionen an der Werkstoffoberfläche gebunden. Unter der Annahme unveränderter Atomabstände der Einzelkomponenten im Material würde der Platzbedarf durch die zusätzlichen Elemente⁶ zunehmen, was einen Aufbau der Oberfläche (Dickenzunahme) zur Folge hätte. Die Veränderung des atomaren Bindungstyps während der Oxidation muss jedoch ebenfalls berücksichtigt werden. Die Bindungstypen der Einzelkomponenten – Metallbindung bei der Aluminium-Magnesium-Legierung sowie kovalente Bindung bei Sauerstoffmolekülen – werden bei der Reaktion nicht beibehalten. Die gebildeten Oxide weisen eine Ionenbindung auf, die typisch für Verbindungen von Metallen und Nichtmetallen ist. Die Ionenbindung ist die stärkste Bindungsart, was wiederum die hohe Dichte der Oxide sowie den hohen Schmelzpunkt gegenüber den Einzelkomponenten erklärt. Da die ausgebildeten Oxide (Al_2O_3 , MgO) unterschiedlich viele Sauerstoffatome binden, muss die Veränderung der Metalloberfläche anteilig ausgewertet werden.

Die ausschließlich amorphe Struktur der Aluminiumoxidschicht ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) ist bei kurzen Erwärmungszeiten, d.h. innerhalb der ersten Minute, bei Erwärmungen bis zu 700°C aufzufinden. Die amorphe Aluminiumoxid weist eine ungeordnete Kristallstruktur, d.h. keine Fernordnung, aus Al_2O_3 -Molekülen auf (Ortloff, 1995, S. 29). Erst bei längeren Haltzeiten und höheren Temperaturen werden Strukturänderungen initiiert, wodurch polymorphe Typen des Aluminiumoxids ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) mit kristallinen Strukturen entstehen können (Hagnioya, Fukusako, 1983, S. 618). Durch längere Haltezeiten ($t > 60\text{ s}$) bei genügend hoher Temperatur ($T > 500^\circ\text{C}$) erfährt das zunächst gebildete $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (ccp) eine kristalline Umwandlung zu $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (hcp). Die vollständige Umwandlung in $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ist erst nach sehr langen Zeiten ($t > 24\text{ h}$) abgeschlossen. (Thiele, 1962a, S. 7)

Die durchgeführten Versuche mit einer Dauer von 45 s für die Temperaturangleichung sowie 15 s für die Formgebung liegen innerhalb der ersten Minute, wodurch die beschriebene amorphe Struktur ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) angenommen werden kann. Dennoch können lokale Überhitzungen ($T > 500^\circ\text{C}$) während der Formgebung und der langen Haltezeiten während der Abkühlung

⁶ Die Sauerstoffionen werden vor der Reaktion der umgebenden Atmosphäre und nicht dem Werkstückmaterial zugerechnet. Nach der Reaktion sind die Sauerstoffionen fest im Gefüge gebunden und müssen daher in die Bilanz einbezogen werden.

($T \ll 700\text{ }^\circ\text{C}$; $t \gg 60\text{ s}$) nicht völlig ausgeschlossen werden, weshalb von einer Aluminiumoxidschicht primär bestehend aus $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ mit Anteilen von $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ausgegangen wird.

Weiterhin muss beachtet werden, dass die gebildete Oxidschicht lediglich zu 30% aus Aluminiumoxid Al_2O_3 besteht (vgl. Kapitel 3.3) und das Magnesiumoxid MgO den weitaus größeren Teil des Oxides ausmacht. Die genauen quantitativen Verhältnisse innerhalb der Oxidschicht wurden nicht untersucht. Es werden die möglichen Grenzwerte betrachtet:

1. Oxidschicht bestehend aus 70% MgO und 30% $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$
2. Oxidschicht bestehend aus 70% MgO und 30% $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

Die Einordnung der geometrischen Verhältnisse der Oxide auf den Fasern erfordert die Betrachtung auf atomarer Ebene. Als Einsatzmaterial liegt die Legierung $\text{AlMg}_{3,5}$ vor, wobei die beiden Elemente für die Oxidation getrennt betrachtet werden, wenngleich sich mögliche intermetallische Verbindungen bilden können. Dementsprechend wird auch die Volumenänderung bei der Bildung der Oxidschicht zwischen dem gebildeten Aluminiumoxid und Magnesiumoxid unterschieden.

Mit Hilfe der Daten aus Tabelle A.2 kann die Dichte des jeweiligen Elements bzw. der jeweiligen Verbindung berechnet werden (detaillierte Berechnung im Anhang 6.2):

Tabelle 6.3: Berechnete Dichten der Elemente/Verbindung (detaillierte Berechnung siehe Anhang A - 6.2.1)

	Al	$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	Mg	MgO
Dichte ρ / (g/cm³)	2,715	3,676	4,00	1,736	3,583
Volumen V_{EZ} / Å³	65,989	491,17	253,77	46,492	74,708

Die unterschiedlichen Dichten von $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ und $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ sind damit zu erklären, dass in der defekten Spinellstruktur ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) lediglich die Hälfte der vorhandenen Oktaederlücken mit Al^{3+} -Ionen besetzt sind (Holleman, Wiberg, 1995, S. 1083). In der Korundstruktur⁷ ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) hingegen sind $\frac{2}{3}$ der Oktaederlücken mit Al^{3+} -Ionen besetzt (Fonds der chemischen Industrie, 1992, S. 72).

Durch die Oxidation mit dem anwesenden, atmosphärischen Sauerstoff verändert sich die Kristallstruktur, was wiederum eine Änderung der Oberfläche zur Folge hat. Die Frage besteht nun darin, ob die Fasergeometrie abgebaut oder aufgebaut wird. Wächst die Oxidschicht auf die vorhandenen Fasern frei auf oder wächst diese in die Fasern hinein? In beiden Fällen kommt es zu einer Veränderung der Geometrie der Fasern, die folgend dargelegt wird.

⁷ Die Korundstruktur entspricht nicht der Spinellstruktur. Die chemische Summenformel Al_2O_3 ist bei den Aluminiumoxidmodifikation α und γ zwar identisch, dennoch orientiert sich $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ mit der Stapelfolge ABCABC (ccp) und $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ mit der Stapelfolge ABAB (hcp) (Riedel, 2004, S. 169).

Für die geometrische Betrachtung wird die onduлиerte Faser modelliert und gestreckt (Abbildung 6.8). Die geometrischen Verhältnisse werden in das idealisierte Modell eines Kreiszylinders, unter Beibehaltung eines konstanten Volumens und einer konstanten Querschnittsfläche, übernommen. Es wurden die geometrischen Daten aus Tabelle 6.2 verwendet:

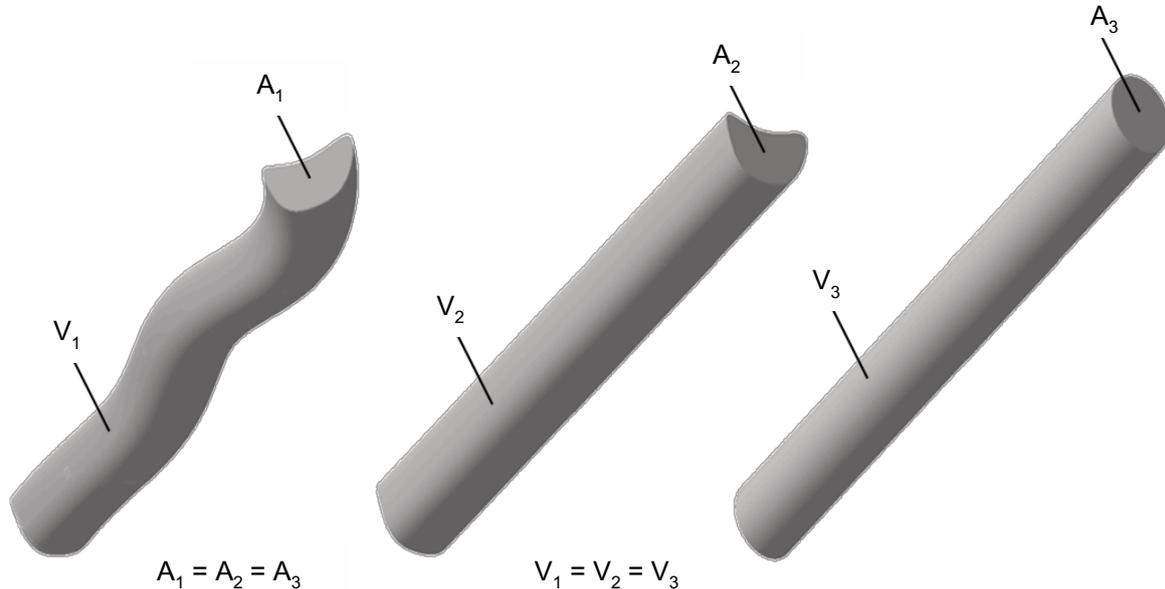


Abbildung 6.8: Fasermodelle der onduлиerten (links), gestreckten (mitte) und idealisierten (rechts) Faser

Zunächst wird die Volumenänderung zwischen dem Ausgangsmaterial (Betrachtung der Einzelkomponenten) und dem gebildetem Oxid bei 100% Umsetzung bestimmt. Dabei wird die Volumenänderung immer auf das Oxid bezogen, da diese Größe als Oxidschichtdicke gemessen werden kann. Aus der Messung lässt sich unmittelbar der Zuwachs bzw. die Abnahme der Fasern erfassen. In Tabelle 6.4 werden die relativen Änderungen dargestellt, wobei der Abtrag dem umgesetzten Ausgangsmaterial und der Auftrag die Bildung des entsprechenden Oxides entspricht.

Tabelle 6.4: Relative Volumenänderung durch Umsetzung verschiedener Ausgangsmaterialien zu Oxiden, bezogen auf die gebildete Oxidschichtdicke (vgl. Anhang A - 6.2.2.)

Umsetzungsreaktion	Abtrag		Auftrag		$\Delta V_{\text{absolut}}$ / %
	/ \AA^3	/ %	/ \AA^3	/ %	
Al \rightarrow γ - Al₂O₃	32,995	-53,74	61,396	+100,00	+46,26
Al \rightarrow α - Al₂O₃	32,995	-78,01	42,295	+100,00	+21,99
γ - Al₂O₃ \rightarrow α - Al₂O₃	61,396	-147,53	42,295	+100,00	- 47,53
Mg \rightarrow MgO	23,246	-124,46	18,677	+100,00	- 24,46

Durch die Bildung einer reinen γ - Al_2O_3 -Oxidschicht würde das Volumen der Fasern um ca. 46% des gemessenen Oxidvolumens zunehmen (vgl. Gleichung A.23). Bei der Bildung einer reinen α - Al_2O_3 -Oxidschicht hingegen lediglich um ca. 22% (vgl. Tabelle 6.4).

Die berechneten Werte passen gut mit der Aussage überein, dass Aluminiumoxide ein um 30% höheres molekulares Volumen als elementares Aluminium aufweisen (Hatch, 1984, S. 17). In der allgemeingültigen Angabe wird allerdings nicht zwischen den Modifikationen unterschieden. Im Mittelwert bestätigen die berechneten Werte von 22% und 46% annähernd die Angabe von 30% wobei auch weitere Aluminiumoxidmodifikationen möglich sind (Salmang, Telle, Scholze, 2007, S. 237).

Während einer möglichen strukturellen Umwandlung von $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ in $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ nimmt das Volumen des Oxides ab. Für die Bildung des stabilen $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ wird etwa das 1,5-fache an instabilen $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ benötigt (vgl. Gleichung A.32). Letztendlich würde die Entstehung einer reinen $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ zum selben Ergebnis einer Dickenzunahme kommen wie die direkte Oxidation aus dem elementarem Aluminium (vgl. Gleichung A.26). Effektbehaftet ist allerdings die Entstehung $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ über die Zwischenstufe des $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, welche mit einer Volumenabnahme einhergeht. Das kann dazu führen, dass in der Oxidschicht Kontraktionen infolge der Strukturumwandlung entstehen, was zu einer Rissbildung innerhalb der Oxidschicht führt. Auch diese kontraktionsinduzierten Risse wurden bereits bei Untersuchungen von THIELE (Thiele, 1962b, S. 16) erwähnt.

Überlagert wird die Aluminiumoxidschicht mit der Tatsache, dass auf einer Aluminium-Magnesium-Legierung die gebildete Oxidschicht zu 70% aus Magnesiumoxid besteht (vgl. Abbildung 3.5). Dazu wird zunächst die Bildung einer reinen Magnesiumoxidschicht betrachtet, bei der das gemessene Oxidvolumen um etwa 24,5% kleiner ist, als das durch die Oxidation umgesetzte Ausgangsvolumen. Durch die unbekannte Verteilung von $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ und $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ werden nun die beiden Grenzwerte betrachtet.

Tabelle 6.5: Überlagerung der Volumenänderungen der vorliegenden Oxidformen $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ und $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Die ausgebildete Oxidschicht besteht aus 70% MgO und aus 30% Al_2O_3 .

Extrema der Zusammensetzung der Oxidschicht	Abtrag		Auftrag		$\Delta V_{\text{absolut}}$
	/ \AA^3	/ %	/ \AA^3	/ %	/ %
0,3 · $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ + 0,7 · MgO	26,171	-83,09	31,498	+100,00	+16,91
0,3 · $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ + 0,7 · MgO	26,171	-101,59	25,762	+100,00	-1,59

Bei der Bildung einer Oxidschicht bestehend aus 30% $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ und 70% MgO würde das Volumen der Fasern um etwa 17% der gemessenen Oxidschichtdicke zunehmen (Gleichung A.37). Besteht die Oxidschicht aus 30% $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ und 70% MgO würde sich das Volumen des Ausgangsmaterials um 2% der gemessenen Oxidschichtdicke verringern (Gleichung A.42). Zwischen beiden Grenzwerten besteht beim Übergang des anteiligen $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ zum anteiligen $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ein linearer Zusammenhang. Ist das gesamte anteilige Aluminiumoxid wiederum aus $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ und $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ m Verhältnis 1:1 zusammengesetzt, erfolgt eine Volumenzunahme von

7,66% der gemessenen Oxidschichtdicke. Unter der Berücksichtigung von lokalen Überhitzungen während der Formgebung und der langen Abkühlphase, wird von einer Volumenzunahme – bezogen auf die gemessene Oxidschichtdicke – zwischen 7,66% - 16,91% ausgegangen.

6.2.1 Oxidschichtdicke und Oxidanteil

In Zusammenarbeit mit dem Institute for Electron Microscopy and Nanoanalysis/Graz Centre for Electron Microscopy (kurz: FELMI-ZFE) wurden Messungen für die Ermittlung der Oxidschichtdicke mittels Transmission-Elektronen-Mikroskopie (TEM) durchgeführt. Die von WILSDORF (Wilsdorf, 1951, S. 600) erwähnte natürliche Oxidschicht weist im allgemeinen eine Dicke von 100 Å (10 nm) auf. Da es keine detaillierten Angaben bezüglich der Dauer bis zur vollständigen Ausbildung dieser natürlichen Oxidschicht gibt, wurde das angelieferte Ausgangsmaterial vom Lieferanten vakuumverpackt. Weiterhin wurden die Fasern, unmittelbar vor der Vermessung am FELMI-ZFE verschiedenen Temperaturen mit unterschiedlichen Temperierungszeiten ausgesetzt, um das Oxidwachstum während des Prozesses zu simulieren (Tabelle 6.6). (Maaß et al., 2016, S. 233)

Tabelle 6.6: Faserzustände bei der Dickenmessung der Oxidschicht mittels TEM (Maaß et al., 2016, S. 233)

Nr.	Faser	T _{Temperierung}	t _{Temperierung}	Wärmebehandlung
1	AlMg3,5_F800	RT	> 2000 h	Anlieferungszustand, vakuumverpackt
2	AlMg3,5_G800	RT	> 2000 h	Anlieferungszustand, vakuumverpackt
3	AlMg3,5_F800	620 °C	30 s	Erhitzung im Ofen
4	AlMg3,5_F800	620 °C	60 s	Erhitzung im Ofen
5	AlMg3,5_G800	620 °C	30 s	Erhitzung im Ofen
6	AlMg3,5_G800	620 °C	60 s	Erhitzung im Ofen

Die Fasern wurden nach der entsprechenden Wärmebehandlung zunächst in verschiedene Epoxidharze eingebettet und mittels Mikrotom Leica EM FCS/Leica Ultracut ultradünn geschnitten. Diese Ultradünnschnittpräparate wurden anschließend mit dem TEM FEI Tecnai T12 untersucht, welches eine maximale Auflösung von 0,20 nm aufweist (FELMI-ZFE, 2013a). Auf den Fasern konnte im Anlieferungszustand keine Oxidschicht nachgewiesen werden (Abbildung 6.9). (Maaß et al., 2016, S. 233)

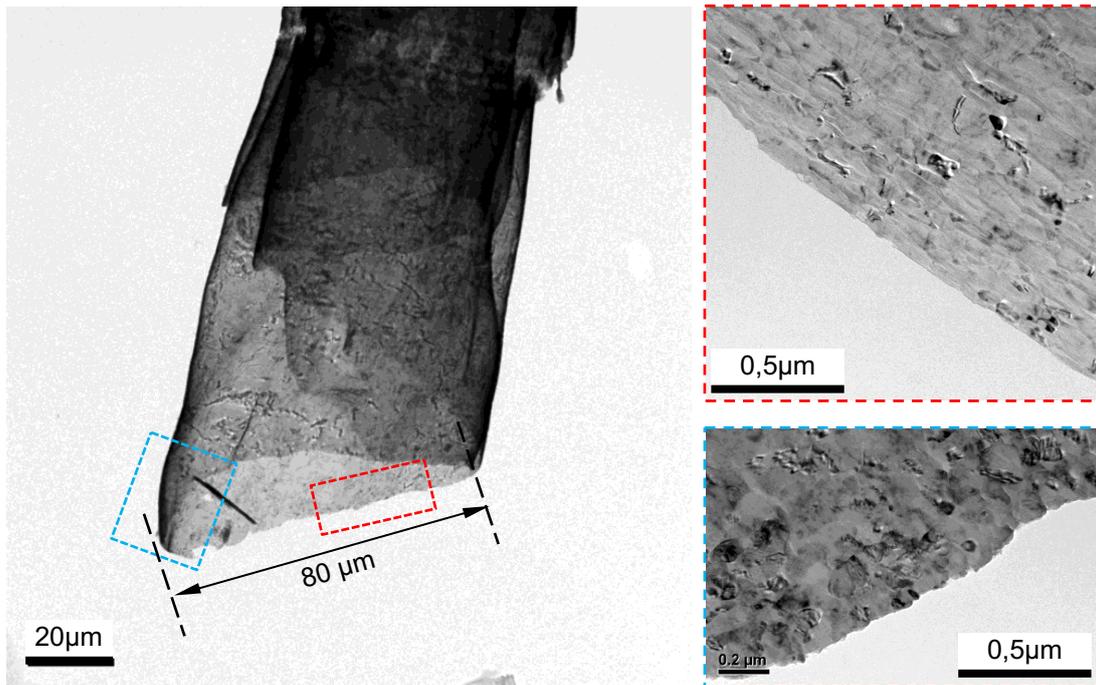


Abbildung 6.9: Vermessung der Oxidschicht der feinen Fasern (AlMg_{3,5}_F800) im Anlieferungszustand mittels Ultradünnschnitten/TEM (Maaß et al., 2016, S. 234)

Um das optische Ergebnis abzusichern wurden die Fasern zusätzlich mit der Methode EFTEM/EELS am TEM Philips CM20 mit Gatan Imaging Filter (FELMI-ZFE, 2013b) analysiert. Dabei werden die Proben mit Elektronen bestimmten Energieinhalts durchstrahlt. Beim Passieren erfahren die Elektronen einen elementspezifischen Energieverlust durch Wechselwirkungen mit den in der Probe vorhandenen Elementen. Die aus der Probe austretenden Elektronen werden mit ihrem Energieverlust detektiert, woraus Rückschlüsse auf die Elemente in der Probe gezogen werden können. Die Materialanalytik mittels visuellem EFTEM zeigen keine eindeutigen Bereiche sauerstoffreicher Zonen. Die Auswertung mit Hilfe des EELS zeigt geringe Spuren von Sauerstoff, die allerdings nicht auf eine durchgehende Oxidschicht hinweisen. Auf den Fasern im Anlieferungszustand konnte keine Oxidschicht nachgewiesen werden. (Maaß et al., 2016, S. 233)

Da eine natürliche Oxidschicht durch die Erwärmung der Aluminiumfasern im Werkzeug anwächst, wurde eine Oxidschichtdickenbestimmung nach der Erwärmung der Fasern durchgeführt. Gemäß dem geschilderten Prozessablauf, wird das kalte Einsatzmaterial in das beheizte Werkzeug eingelegt. Die Temperaturangleichung – über 45 Sekunden hinweg – entspricht der Zeit zur Bildung der prozessbedingten Oxide auf den Faseroberflächen. Alle Versuche haben die Gemeinsamkeit, dass die Fasern nicht länger als 45 Sekunden an die Werkzeugtemperatur angeglichen werden. Nach der anschließenden Formgebung mit variablen Prozessparametern, sind die Fasern nicht mehr in Kontakt mit dem Sauerstoff der Atmosphäre. Innerhalb der ersten Minute zeigt das Oxidwachstum (vgl. Abbildung 3.6) einen linearen Verlauf. Aus diesem

Grund wurden die verschiedenen Fasergeometrien einer Temperierung mit unterschiedlichen Zeiten ausgesetzt (Tabelle 6.6). Auch diese thermisch-oxidierten Fasern wurden am FELMI-ZFE mittels TEM untersucht. (Maaß et al., 2016, S. 235) Die gebildeten Oxide sind lange, schmale Wülste und ähneln einer schuppenartigen Struktur (Abbildung 6.10).

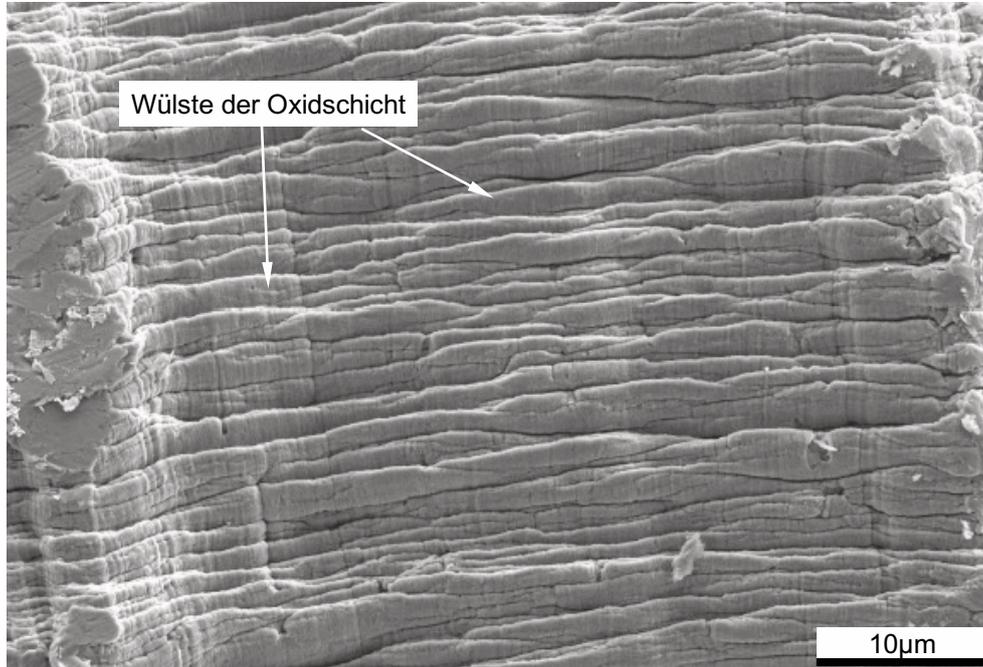


Abbildung 6.10: REM Aufnahmen der oxidierten Oberfläche von groben Fasern (G800) nach einer Temperierung bei 620 °C für 30 s.

Die Höhe der Oxidschicht wurde an verschiedenen Stellen gemessen und die Fläche mit der Alicona Infinite Focus (IFM) Flächen- und Umfangsberechnung (Alicona, 2014) ausgewertet (Abbildung 6.11).

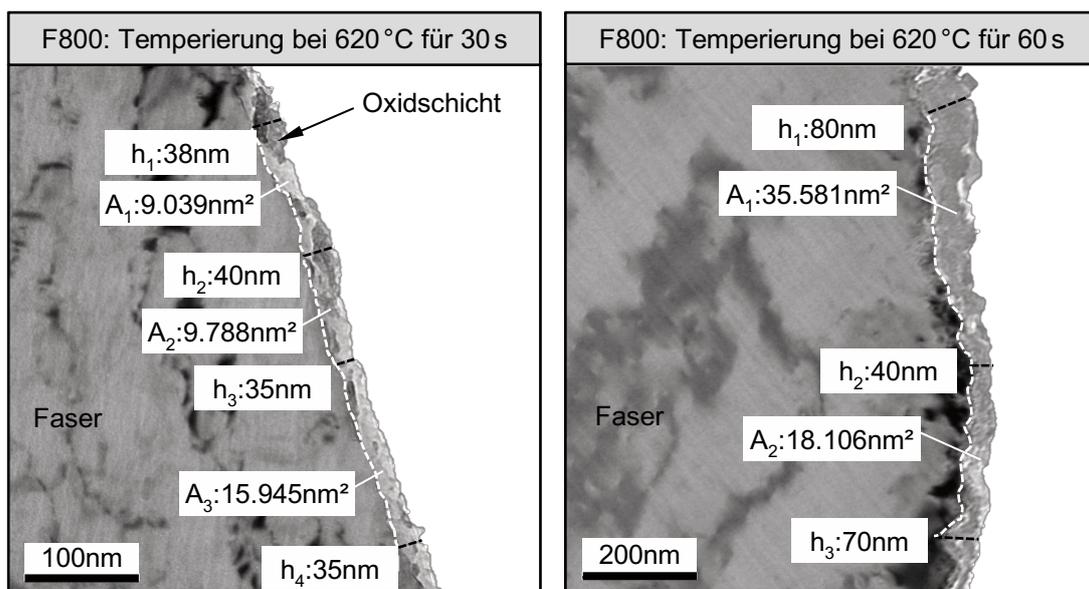


Abbildung 6.11: Vermessung der Oxidschicht auf feinen Fasern (AlMg3,5_F800) nach einer Temperierung (Maaß et al., 2016, S. 236)

Mit zunehmender Temperierdauer nimmt auch die Oxidschichtdicke zu. Nach einer Temperierdauer von 30s bei 620 °C beträgt die Oxidschichtdicke zwischen 35 nm - 40 nm (Maaß et al., 2016, S. 236). Nach 60 s bei 620 °C ist die Oxidschicht auf mehr als das doppelte angewachsen. Da die Oxidschichten keine parallelen Flanken aufweisen und die Verläufe nicht mit einer Funktion beschrieben werden können, wird die vermessene Fläche durch den Mittelwert der Lauflängen von Ober- und Unterseite der Oxidschicht normiert. Die somit berechnete Höhe ist exakter als der Mittelwert von wenigen Höheneinzelmessungen. Bei der Oxidation der feinen Fasern (F800) ergibt sich nach 30 s bei 620 °C eine mittlere Oxidschichtdicke von 34nm. Entsprechend dieser Vorgehensweise wurden auch die anderen Messungen für beide Fasertypen nach der Temperierung ausgewertet und zusammengefasst (Tabelle 6.7).

Tabelle 6.7: Ergebnisse der Dickenmessung der Oxidschichten nach der Temperierung (vgl. Tabelle A.4 bis Tabelle A.7 im Anhang) (Maaß et al. 2016, S. 236)

Nr.	Faser	T _{Temperierung}	t _{Temperierung}	Höhe / nm	
				Wert	σ
1	AlMg3,5_F800	RT	> 2000 h	0,00	---
2	AlMg3,5_F800	620 °C	30 s	34,017	5,155
3	AlMg3,5_F800	620 °C	60 s	52,932	7,352
4	AlMg3,5_G800	RT	> 2000 h	0,00	---
5	AlMg3,5_G800	620 °C	30 s	17,423	6,014
6	AlMg3,5_G800	620 °C	60 s	35,786	17,905

Die feinen Fasern (F800) bilden zeitabhängig, dickere Oxidschichten aus, als die groben Fasern (G800). Für die hier durchgeführten Versuche bis 60 Sekunden wird eine lineare Zunahme der Oxide mit der Zeit angenommen. Mögliche Oxidmengen in zeitlichen Zwischenschritten werden entsprechend interpoliert, wobei zwischen den beiden Fasergeometrien unterschieden wird und von den Messwerten gemäß Tabelle 6.7 ausgegangen wird.

Aus den ermittelten Werten kann nun die Oxidmenge berechnet werden. Da die Form der Fasern unregelmäßig ist, werden die gemessenen Querschnittflächen gemäß Tabelle 6.1 verwendet, um aus den Fasern ein Modell als Kreiszyylinder zu generieren. Der äquivalente Radius kann entsprechend berechnet werden:

$$A_{Kreis} = \pi \cdot R^2 \quad \text{Gleichung 6.1}$$

Für die feinen Fasern wurde eine Querschnittsfläche von 2471,20 μm² ermittelt, woraus sich ein Radius von 28,05 μm ergibt. Für die groben Fasern mit 9345,80 μm² kann ein Radius von 54,54 μm gebildet werden. Dieser Radius wird durch das Wachstum der Oxidschicht verändert. Die gebildeten Oxide erhöhen bzw. verringern unter Berücksichtigung der Volumenfaktoren aus Tabelle 6.5 den entsprechenden Radius des Modells. Aus den nun berechneten

Verhältnissen kann der Oxidanteil bestimmt werden (Tabelle 6.8), wobei im Anlieferungszustand keine Oxidschicht nachgewiesen konnte und der Wert damit Null beträgt.

Tabelle 6.8: Oxidanteile der Fasern nach den unterschiedlichen Oxidationszeiten bei 620 °C. (vgl. Anhang A - 6.2.5) (Maaß et al., 2016, S. 237)

Faser	t _{Temperierung}	Oxidanteil $0,7 \cdot \text{MgO} + 0,3 \cdot \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ / %			Oxidanteil $0,7 \cdot \text{MgO} + 0,3 \cdot \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ / %		
		+σ	nominell	-σ	+σ	nominell	-σ
AlMg3,5_F800	0s	--	0*	--	--	0*	--
AlMg3,5_F800	30s	0,126738	0,121292	0,120629	0,126708	0,121265	0,120602
AlMg3,5_F800	60s	0,200148	0,188737	0,185646	0,200074	0,188671	0,185582
AlMg3,5_G800	0s	--	0*	--	--	0*	--
AlMg3,5_G800	30s	0,022706	0,031944	0,040047	0,022705	0,031943	0,040045
AlMg3,5_G800	60s	0,035588	0,065613	0,091744	0,035586	0,065605	0,091728

Die Ergebnisse zeigen zunächst, dass – wie bereits angenommen – die groben Fasern einen geringeren Oxidanteil als die feinen Fasern aufweisen. Dies ist auf die größere Oberfläche und die dickere Oxidschicht des feinen Einsatzvolumens zurückzuführen. Daher bildet feines Einsatzmaterial je nach Temperierung eine bis zu 4-fach größere Oxidmenge aus.

Bei Berücksichtigung der Streuung (+σ/-σ) verändern sich die Oxidanteile nur sehr wenig (Änderung der zweiten bzw. dritten Nachkommastelle). Die Zusammensetzung der Oxidschicht führt ebenso nur zu geringen Veränderungen der Einzelwerte. Insgesamt sind die Oxidanteile nach der Oxidation als sehr gering anzusehen (Maaß et al., 2016, S. 236).

6.3 Einfluss des Oxides

Die Analyse der Faserstrukturen hat gezeigt, dass sich Oxide während der Überführung in den teilflüssigen Zustand bilden, deren Einfluss auf die Prozessparameter berücksichtigt werden muss. Auch bei klassischen Thixoverfahren bedürfen Oxide und deren Entfernung eines besonderen Augenmerks. So muss der oxidierte Rand bei Ausgangsmaterial in Bolzenform mittels Schiebern/Matrize entfernt werden (Meßmer, 2006, S. 42). Dies ist bei den eigenen Versuchen nicht möglich, da die Fasern zu klein für eine mechanische Zusatzbehandlung, insbesondere im erwärmten Zustand sind. Weiterhin müssen konventionelle Thixoschmiede- und Thixocasting-Bauteile nach der Formgebung oberflächlich behandelt werden, um die Rückstände (Oxide, Trennmittel, Schmierstoff, etc.) zu entfernen (Meßmer, 2006, S. 139).

Im thixotropen Zustand hat der Festphasenanteil der teilflüssigen Legierung einen großen Einfluss auf das Fließverhalten und die Prozessparameter. Die gebildeten Oxide im flexiblen Einsatzmaterial finden sich – im Gegensatz zu konventionellen Ausgangsvolumina klassischer

semi-solid Verfahren – auch im Gefüge wieder. Durch das inerte Verhalten (Riedel et al., 2007, S. 480) und die hohen Schmelzpunkte mit 2054°C für Al_2O_3 sowie 2825°C für MgO (Lide 2008, S. 4 - 45ff.) erhöhen die gebildeten Oxidmengen den Festphasenanteil bei gegebener Temperatur unmittelbar (Suspension) (Maaß et al., 2014, S. 10).

Durch die Einbringung von inerten Oxiden kann ein teilflüssiges Metall als partikelverstärktes Metall (PRM) bezeichnet werden. Die zugegebenen Partikel werden erst im Fließzustand, d.h. unter Scherung bei der Formgebung, von der Flüssigphase umgeben. Die Zusatzkeramik wird, wie die eigentlichen Festphasenpartikel, durch die Flüssigphase geschmiert und kann somit gut in die Suspension eingebettet werden. Die Einbettung erfolgt bei einer raschen Abkühlung unter hohem Druck. Die chemisch inerten Keramikpartikel reagieren in der kurzen Zeit der Beimengung und Formgebung nicht mit den flüssigen Medien. Daher unterliegen diese zugegebenen Partikel auch nicht denselben Verformungsmechanismen wie die Festphasenpartikel und erhöhen lediglich die Reibung innerhalb der Suspension. Mit steigendem Partikelgehalt steigt daher auch der Fließwiderstand. Der Verstärkungseffekt mit keramischen Partikeln ist damit mechanisch begründet. Mit zunehmendem Gehalt der Keramikpartikel steigt die Härte und Verschleißfestigkeit von partikelverstärkten Metallen. Gegenteilig erweisen sich die sinkende Duktilität und die Schlagfestigkeit mit höherem Partikelgehalt. (Kiuchi, 1989, S. 302ff.)

Bei den konventionellen Formgebungsversuchen mit partikelverstärktem Aluminium wird das Aluminiumgrundmaterial zunächst vollständig verflüssigt bevor die Al_2O_3 Partikel zugefügt werden. Die additiven Aluminiumoxide bilden die Festphase (Du, Cheng, Luo, 2006, S. 725). Diese Methode kommt für diesen Prozess nicht infrage, wenngleich die vorhandenen Oxide die Festphase quantitativ beeinflussen. Der Oxidanteil im Fasermaterial kann durch die Variation der Angleichzeit im Werkzeug verändert werden (gezieltes Oxidwachstum durch lange Aufheizdauer).

6.3.1 Chemische Analyse des Einsatzmaterials

Für die simulative Berechnung des legierungsspezifischen Schmelzintervalls sind genaue Kenntnisse über die Legierungszusammensetzung des Einsatzmaterials notwendig. Daher wurden die Proben eines konventionellen $\text{AlMg}_{3,5}$ -Referenzmaterials und die Proben des flexiblen Einsatzmaterials (F800 und G800) chemisch analysiert (Tabelle 6.9). Zur Elementbestimmung wurde ein Teil der jeweiligen Probe in Säure gelöst und anschließend mittels ICP-OES (Optische Emissionsspektrometrie) analysiert (Weinberger, 2013).

Table 6.9: Elementgehalte gem. EN AW 5154A und der Proben (Referenz AIMg3,5, F800 AIMg3,5 und G800 AIMg3,5) (Maaß et al., 2016, S. 233)

Element	Einheit	Soll gem. EN AW 5154A	Referenz AIMg3,5	F800 AIMg3,5	G800 AIMg3,5
Si	[%]	< 0,50	0,08	0,04	0,03
Fe	[%]	< 0,50	0,17	0,18	0,18
Cu	[%]	< 0,10	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Mn	[%]	< 0,50	0,08	0,28	0,28
Mg	[%]	3,10 - 3,90	3,50	3,47	3,51
Cr	[%]	< 0,25	0,17	0,03	0,03
Ti	[%]	< 0,20	0,02	0,02	0,02
Zn	[%]	< 0,20	< 0,01	< 0,01	< 0,01
V	[%]	0,01	0,01	< 0,01	< 0,01
Al	[%]	Rest	Rest	Rest	Rest

*alle Angaben in mas. – %

Die chemische Analyse zeigt, dass sich die Legierungsbestandteile aller Proben innerhalb der Grenzen gem. EN AW 5154A befinden (Maaß et al., 2016, S. 232). Im Vergleich untereinander besitzen die Proben leicht unterschiedliche Bestandteile, was auf Schwankungen im Herstellungsprozess der Grundlegierung, d.h. vor der Herstellung des Halbzeuges zurückzuführen ist. Diese unterschiedlichen Einzelelemente könnten Auswirkungen auf die Breite des Schmelzintervalls haben, was im folgenden Kapitel untersucht wird.

6.3.2 Schmelzintervall mittels ThermoCalc

Die Auswertung des Zustandsschaubildes (vgl. Abbildung 3.1) ist nur bedingt möglich, weil die Anwendung einen kompletten Konzentrationsausgleich sowohl im flüssigen als auch im festen Zustand erfordert, was wiederum einem idealen Gleichgewichtszustand entspricht (Gottstein 2007). Hinzu kommt, dass die reale Legierung gem. EN AW 5154A auch Legierungselemente aufweist (vgl. Tabelle 6.9) die die Solidus- und Liquidustemperatur beeinflussen. Die entsprechenden Phasendiagramme sind graphisch schwer darstellbar und nur über Konzentrationsschnitte mit Hilfe von Datenbanken auswertbar. Weiterhin können die Elementkonzentrationen gem. EN AW 5154A auch innerhalb gewisser Grenzen schwanken, sodass die aufwendigen Konzentrationsschnitte nicht allgemein sondern nur für gleichbleibende Legierungsanteile gültig sind. Das Zustandsschaubild kann zur Abschätzung genutzt werden, ob ein Legierungssystem ein ausreichendes Schmelzintervall aufweist. Die genauen Schmelztemperaturen müssen mit Hilfe von Datenbanken ausgewertet werden.

Der Festphasenanteil wurde in Abhängigkeit der Temperatur mittels der Software ThermoCalc (Windows Version TCW5) bestimmt. Für die Validierung wurde die thermodynamische Datenbank TCAL2.0 (Thermo-Calc Software, 2013) am WTM/Erlangen genutzt (Maaß, Rettig, 2013).

Sowohl die Gleichgewichts-Methodik als auch die Scheil-Gulliver-Methodik erwiesen sich in der Auslegung von prozessspezifischen Aluminium-Legierungen für die semi-solid Anwendung als effektive und zuverlässige Modelle (Balitchev, 2004, S. 67). Daher erfolgten die Berechnungen einerseits mit der Scheil-Gulliver-Methode. Diese beruht auf der Annahme, dass während der Erstarrung in der Schmelze vollständige Durchmischung vorliegt und im Festkörper keinerlei Diffusion möglich ist. Andererseits wurden Gleichgewichtsberechnungen durchgeführt, die vollständigen Diffusionsausgleich als Annahme haben. Die Scheil-Erstarrung entspricht dem Extremfall einer unendlich schnellen Erstarrung, während die Gleichgewichtserstarrung eine unendlich langsame Erstarrung widerspiegelt. Die reale Erstarrung liegt zwischen beiden Grenzfällen.

Sämtliche thermodynamische Berechnungen liefern den molaren Anteil an Festphase. Dieser kann jedoch für diese Anwendung mit hoher Genauigkeit dem Volumenanteil gleichgesetzt werden, denn die molaren Massen der beteiligten Hauptlegierungselemente ($M_{\text{Al}} = 26,981 \text{ g/mol}$ und $M_{\text{Mg}} = 24,305 \text{ g/mol}$) sind sehr ähnlich. Aus der Umrechnung des Volumen-/Gewichtsprozent in Atomprozent ergibt sich für Aluminium: 96,50 vol.-% ~ 96,13 at.-%.

$$x_{\text{Al}} = \frac{w_{\text{Al}}/M_{\text{Al}}}{w_{\text{Al}}/M_{\text{Al}} + w_{\text{Mg}}/M_{\text{Mg}}} = 96,13\% \quad \text{Gleichung 6.2}$$

6.3.3 Einfluss der Legierungszusammensetzung

Für die Berechnungen wurden die gemessene Zusammensetzung der verwendeten Legierung EN AW 5154A_real und vergleichend eine vereinfachte Zusammensetzung AlMg3,5 berücksichtigt (vgl. Tabelle 6.9/Tabelle 6.10).

Tabelle 6.10: Chemische Zusammensetzung der Aluminiumfasern (EN AW 5154_real), sowie min./max. Legierungszusammensetzung gem. EN AW 5154A

Element	Si / %	Fe / %	Cu / %	Mn / %	Mg / %	Cr / %	Zn / %	Ti / %	Al / %
EN AW 5154A_min.	0,00	0,00	0,00	0,00	3,10	0,00	0,00	0,00	Rest
EN AW 5154A_max.	0,50	0,50	0,10	0,50	3,90	0,25	0,20	0,20	Rest
EN AW 5154A_real	0,04	0,18	<0,01	0,28	3,47	0,03	0,02	<0,01	Rest
AlMg3,5 (vereinfacht)	--	--	--	--	3,5	--	--	--	Rest

*alle Angaben in masse-%

Die Bezeichnung „real“ weist ledig auf die reale chemische Zusammensetzung der Versuchsproben hin, keines Falls aber auf die realen Prozessbedingungen unter denen das Versuchsmaterial im Versuch geformt wird (d.h. hier ohne zusätzliche prozessbedingte Oxide).

Die Gleichgewichts-Solidustemperaturen und Gleichgewichts-Liquidustemperaturen von EN AW 5154A_real und AlMg3,5 wurden mit der thermodynamischen Datenbank TCAI2.0 berechnet. Die Datenbank TCAI2.0 weist in der Legierung EN AW 5154A (Normwert)

aufgrund der zusätzlichen Legierungselemente verschiedene Ausscheidungsphasen (Al_{12}Mn ; $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$; Al_6Mn ; $\text{AlCrSi}_T\text{T3}$; $\beta\text{-AlMg}$, Mg_2Si_C1 ; $\text{Mg}_3\text{Zn}_3\text{Al}_2$ (T-Phase)) im Gleichgewichtszustand auf. Die unterschiedliche Legierungszusammensetzung von EN AW 5154A_real und AlMg3,5 (vereinfacht) zeigen Unterschiede im Bereich der Gleichgewichts-Solidustemperatur (vgl. Abbildung 6.12). Die zusätzlichen Legierungselemente von EN AW 5154A_real verschieben die Solidustemperaturen zu geringeren Temperaturen.

Tabelle 6.11: Auszug aus Simulationsergebnissen zur Berechnung der Solidus- und Liquidustemperaturen (Gleichgewichtserstarrung) (vgl. Tabelle A.12)

Element	Solidustemperatur / °C	Liquidustemperatur / °C
EN AW 5154A_real	595,3	642,4
AlMg3,5 (vereinfacht)	604,0	642,6

Die Simulation weist Ausscheidungsphasen in der Versuchslegierung EN AW 5154A_real bei tiefen Temperaturen aus (vgl. Abbildung 6.12). Da im Gleichgewichtszustand die Umwandlungskinetik und die unter realen Bedingungen möglicherweise auftretenden metastabilen Phasen nicht berücksichtigt werden, wird die Phasenverteilung in diesem Bereich nur idealisiert dargestellt.

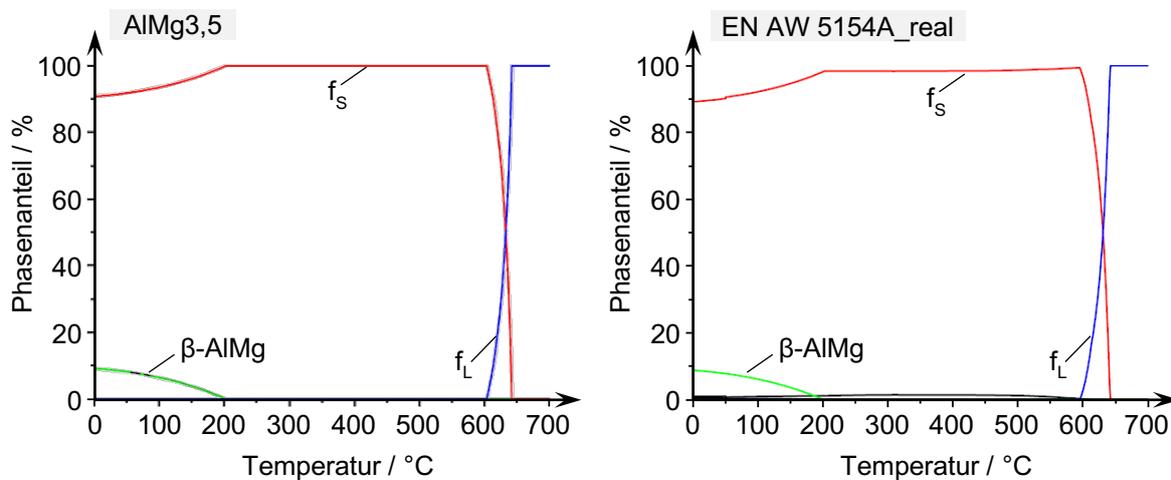


Abbildung 6.12: Berechnete Phasenanteile der vereinfachten Legierung AlMg3,5 (links) und EN AW 5154A_real (rechts) im Gleichgewichtszustand

Dem idealisierten Gleichgewichtszustand wird die Scheil-Gulliver-Berechnung gegenübergestellt. Wie bei der Gleichgewichtsberechnung verschieben die zusätzlichen Legierungselemente der EN AW 5154A_real auch bei der Scheil-Gulliver-Methode die Solidustemperatur in Richtung tieferer Temperaturen. Die berechneten Kurven gem. Abbildung 6.13 zeigen das Erstarrungsintervall beider Berechnungsansätze für EN AW 5154A_real. Der tatsächliche Verlauf der Festphasen-Temperatur-Kurve des Versuchsmaterials liegt zwischen beiden simulierten Kurven. Der interessante Bereich für semi-solid Verfahren beginnt ab einem Festphasenanteil kleiner 80 % und wird daher vergrößert dargestellt.

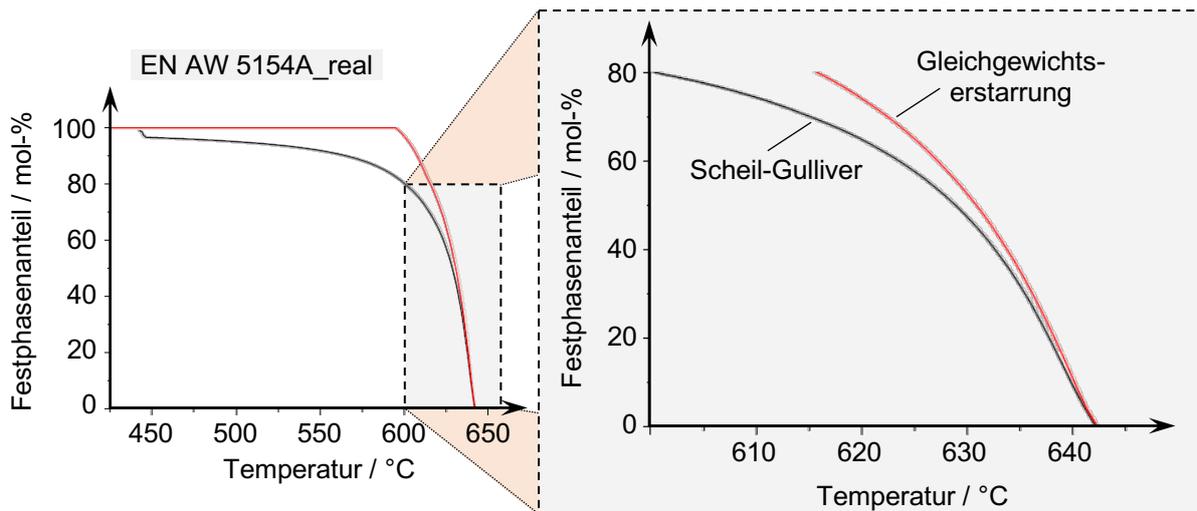


Abbildung 6.13: Vergleich der Erstarrungen nach Scheil-Gulliver und im Gleichgewicht für EN AW 5154A_real.

Die beiden Berechnungsmethoden geben die Festphasenanteile temperaturabhängig wieder. Die beiden Extremkurven (Scheil-Gulliver: extrem schnelle Erstarrung; Gleichgewicht: extrem langsame Erstarrung) driften mit zunehmendem Festphasenanteil zunehmend auseinander. Weiterhin wurde aufgezeigt, dass die Legierungszusammensetzung einen großen Einfluss auf die Abweichung der gewählten Berechnungsmethodik hat.

6.3.4 Simulation zum Einfluss der Oxide

Der ermittelte Festphasenanteil wird durch den Aluminiumoxidgehalt der Schmelzen ergänzt. Dies erfolgte additiv, da das Aluminiumoxid durch den sehr hohen Schmelzpunkt von 2050 °C (Dilthey, 2005, S. 218) und das chemisch inerte Verhalten (Riedel et al., 2007, S. 480) während der relevanten Prozesstemperaturen jederzeit als Festkörper vorliegt. Die erhöhten Festphasenanteile wurden in die Scheil-Gulliver- und Gleichgewichts-Erstarrung einbezogen. Da die Oxidanteile infolge der Aufschmelzung des Versuchsmaterials gebildet werden, ist es nicht nachteilig, dass ThermoClac den Einfluss der Oxidpartikel als mögliche Keimbildner während der Erstarrungssimulation nicht berücksichtigen kann. Auch hier wurde der prozessrelevante Festphasenbereich kleiner als 80% dargestellt. Der EN AW 5154A_real_0% Al₂O₃ entspricht dabei der bereits ermittelten Werte zu EN AW 5154A_real gem. Abbildung 6.13. Die maximal gebildeten Oxidanteile gem. Tabelle 6.8 liegen für die feinen Fasern F800 bei 0,20% und für die groben Fasern G800 bei 0,09%. Für die Bewertung der Auswirkung der Oxidanteile auf die Festphasenverteilung wurden die Berechnungen allerdings mit 1% bzw. 5% Oxidanteile durchgeführt. Die oxidbehaftete, tatsächliche Festphasen-Temperatur-Kurve verläuft zwischen den eingrenzenden Kurven von 0% und 1% Oxidanteil (vgl. Abbildung 6.14).

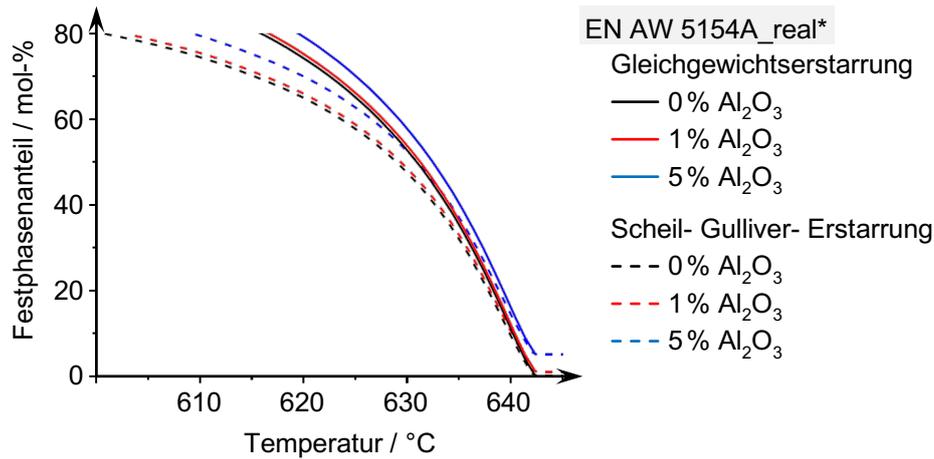


Abbildung 6.14: Berechnete Festphasenanteile der verwendeten Legierung EN AW 5154A_real* mit Berücksichtigung von Oxidanteilen

Bei 60% Festphasenanteil bewirken 5% Aluminiumoxid eine Temperaturverschiebung im Gleichgewicht um +1,9K und bei 20% Festphasenanteil um +1,0K. Unter Annahme der Scheil-Gulliver-Erstarrung beträgt die Verschiebung bei 60% Festphasenanteil +3,0K und bei 20% Festphasenanteil +1,1K. Durch das inerten Verhalten des Aluminiumoxids kann keine vollständige Verflüssigung mit den Prozesstemperaturen ($T < 650\text{ °C}$) erreicht werden, was allerdings auch nicht Ziel der teilflüssigen Formgebung ist. Tabelle 6.12 zeigt einen Auszug der vollständigen Datentabelle gem. Tabelle A.12 und Tabelle A.13.

Tabelle 6.12: Berechnete temperaturabhängige Festphasenanteile für die tatsächliche Legierung EN AW 5154A_real* unter Berücksichtigung verschiedener Oxidmengen und Erstarrungsmodelle

Scheil-Gulliver-Erstarrung				Gleichgewichtserstarrung			
Festphase / %	T / °C für 0% Al ₂ O ₃	T / °C für 1% Al ₂ O ₃	T / °C für 5% Al ₂ O ₃	Festphase / %	T / °C für 0% Al ₂ O ₃	T / °C für 1% Al ₂ O ₃	T / °C für 5% Al ₂ O ₃
0	642,2	-	-	0	642,4	-	-
20	637,8	638,0	638,9	20	638,3	638,5	639,3
40	632,7	633,0	634,2	40	633,8	634,1	635,1
60	623,6	624,3	626,6	60	627,3	627,7	629,2
80	600,8	602,7	609,3	80	615,9	616,7	619,5

Im unteren Temperaturbereich weichen die Erstarrungsmodelle relativ stark voneinander ab. Mit abnehmenden Festphasenanteilen nähern sich die Ergebnisse der Simulationsmodelle aneinander an. Aufgrund der größeren Übereinstimmung der Scheil-Gulliver-Annahme mit realen Prozessbedingungen (lokale Unterkühlung, Seigerungen, metastabile Phasen) wird sich in den unteren Temperaturbereichen an den Scheil-Gulliver-Ergebnissen orientiert.

6.3.5 Sensitivität der Legierungszusammensetzung

Der verwendete Werkstoff besitzt 8 Legierungselemente (vgl. Tabelle 6.9). Gemäß der Spezifikation EN AW 5154A sind Schwankungen der Legierungselemente zulässig, die auch chargenabhängig auftreten können. Die Anteile der Legierungselemente haben Einfluss auf die Schmelz- und Erstarrungstemperatur des Legierungssystems.

Ausgehend von der realen, oxidfreien Legierung EN AW 5154A_real wurde der Einfluss der Legierungselemente, in der oberen bzw. unteren Spezifikation gemäß Tabelle 6.10, auf die Veränderung der erforderlichen Temperatur für die Einstellung eines Festphasenanteils von 20%, 40%, 60% bzw. 80% untersucht. Dazu wurde zunächst mit der statistischen Versuchsplanningmethode nach Plackett-Burman und der Software-Tool Visual-XSel® 12.0 Weibull/Multivar (Ronniger, 2013) ein teilfaktorieller Versuchsplan erarbeitet (vgl. Tabelle A.14). Die simulativen Ergebnisse aus ThermoCalc können direkt in VisXSel® eingespielt werden. Mittels Regressionsanalyse können die Einflüsse der Legierungselemente auf die erforderliche Temperatur für die Einstellung bestimmter Festphasenanteile ermittelt werden. Die Werte in Abbildung 6.15 stellen jeweils die Änderung der Temperaturen dar, bei der verschiedene Festphasenanteile auftreten. Die Differenz ergibt sich aus der Verschiebung von der unteren Spezifikationsgrenze (min. Gehalt) an die obere Spezifikationsgrenze des jeweiligen Elements (gem. Tabelle 6.10).

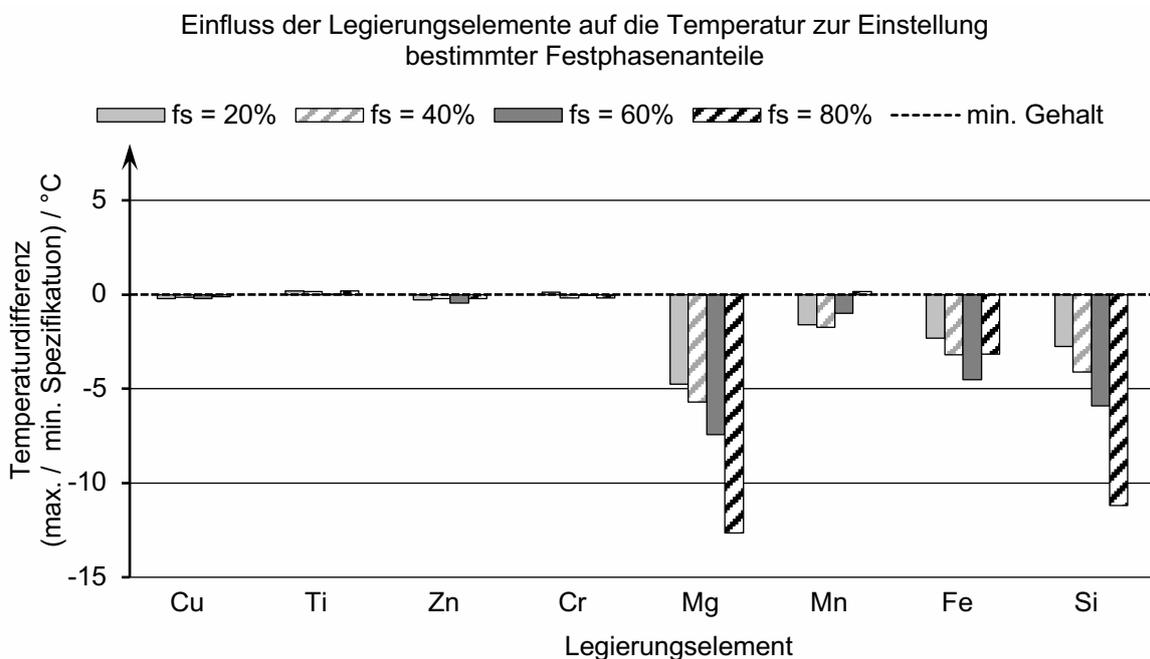


Abbildung 6.15: Einfluss der Legierungselemente auf die erforderliche Temperatur zur Einstellung der Festphasenanteile 20%, 40%, 60% und 80%

Es zeigt sich, dass nur die Elemente Mg, Si sowie in deutlich kleinerem Maße Fe und Mn die Lage der Festphasen-Temperatur-Kurve beeinflussen. Die Zunahme der Legierungselemente

verringert die erforderliche Temperatur zur Erreichung der entsprechenden Festphasenanteile. Daraus kann das Band der maximal möglichen Lage der Festphasen-Temperatur-Kurve dargestellt werden (vgl. Abbildung 6.16). Dafür wurden die Legierungselemente entsprechend der Ergebnisse aus Abbildung 6.15 an den unteren bzw. oberen Gehalts gesetzt, sodass die Kurve maximal zu tieferen bzw. höheren Temperaturen verschoben wurde. Unter Annahme eines korrekten Modells kann also die Kurve für keine Legierung innerhalb der Spezifikation außerhalb dieses Bandes liegen.

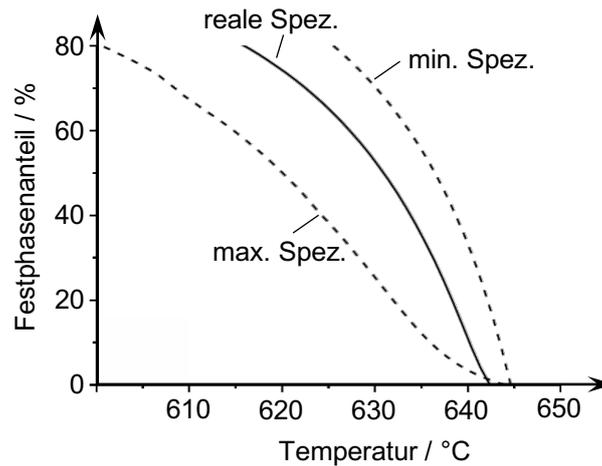


Abbildung 6.16: Band der möglichen Festphasen-Temperatur-Kurven (Gleichgewichtsberechnung) innerhalb der Spezifikationsgrenzen gem. EN AW 5154A

Unter Ausnutzung der Spezifikationsgrenzen können zwischen Proben unterschiedlicher Chargen im Extremfall Unterschiede von bis zu 40 % Festphasenanteil bei einer bestimmten Temperatur auftreten. Im Mittel wird der Wert kleiner sein, da eine bestimmte Charge nur selten mit allen Elementen genau an der Spezifikationsgrenze liegen wird. Der Legierungselementeinfluss ist bei hohen Festphasenanteilen wesentlich größer als bei kleineren. Zusammenfassend ist zu sagen, dass der Effekt von Aluminiumoxid auf den Festphasenanteil wesentlich geringer als der Einfluss von Legierungselementschwankungen innerhalb der Spezifikation ist. Für einen gegebenen Festphasenanteil führt die Zugabe von 5 % Aluminiumoxid zu Verschiebungen der Festphasen-Temperatur-Kurve um maximal 3 K. Die Legierungszusammensetzung hingegen kann trotz Einhaltung der zulässigen Normspezifikation den Festphasenanteil um bis zu 40 % schwanken lassen.

6.3.6 Differential Scanning Calorimetry

Um die Simulationsergebnisse zu verifizieren, wurde der Festphasenanteil mit der dynamischen Differenzkalorimetrie (Differential Scanning Calorimetry – DSC) experimentell gemessen. Dabei wird die Probe gemeinsam mit einer Referenzprobe in einer Temperierkammer erwärmt und deren Energieumsatz kalorimetrisch gemessen (Hemminger, Cammenga, 1989, S. 100). Dazu kam ein DSC-Gerät vom Typ STA 409C von Netzsch (Netzsch Gerätebau GmbH, 2014)

mit Aluminiumoxidriegeln zum Einsatz. Die Versuche wurden in Argon Atmosphäre mit einer Aufheiz- bzw. Abkühlrate von 5 K/min von Raumtemperatur bis 680 °C sowie von 680 °C bis auf Raumtemperatur durchgeführt. Die Datenauswertung erfolgte mit der Software Netzsch Proteus. Die Bestimmung des Festphasenanteils f_s ist mit der DSC-Methode nach folgender Gleichung möglich (Jenning, 2009, S. 14):

$$f_s = 1 - \int_{T_s}^T \frac{h(T)}{h_{ges}} dT \quad \text{Gleichung 6.3}$$

Das Integral $h(T)$ von T_s bis T entspricht der aufgenommenen Enthalpie von Beginn der Aufschmelzung bei T_s bis hin zur Temperatur T . Das Integral wird auf die während der gesamten Aufschmelzung aufgenommenen Enthalpie h_{ges} bezogen und entspricht somit dem Anteil an aufgeschmolzenem Material. Die Temperatur T_s ist die Solidustemperatur der Legierung und stellt bei Erwärmung den Beginn der Aufschmelzung dar. Die Berechnung gilt analog für die Erstarrung des Materials.

❖ Ergebnisse

Die Fasern weisen Oxidanteile von 0,12 % bzw. 0,18 % für die feinen Fasern sowie 0,03 % bzw. 0,06 % für die groben Fasern (vgl. Tabelle 6.8) auf. Für die DSC-Versuche lagen alle aluminiumoxidhaltigen Proben in Form von Fasergeweben vor, während die Probe ohne Aluminiumoxid (Referenzprobe) als Vollmaterial vorlag. Wie im angedachten Formgebungsprozess wird die Probe aus dem festen Zustand aufgeheizt (Aufheizversuche).

Wie im Kapitel 6.3.5 dargestellt, hat die Legierungszusammensetzung einen deutlich größeren Einfluss auf die Temperaturverschiebung als der Oxideinfluss. Die ermittelten DSC-Kurven (Abbildung 6.17) der oxidbehafteten Proben verlaufen qualitativ sehr ähnlich zu dem simulierten Verlauf bei max. Gehalt (linke Kurve). Quantitativ weisen die ermittelten Verläufe der oxidbehafteten Proben allerdings ähnlich hohe Temperaturwerte auf, wie der Simulationsverlauf bei min. Gehalt. Mit zunehmendem Aluminiumoxidanteil verschieben sich die Kurven zu höheren Festphasenanteilen bei gegebener Temperatur. Für den Vergleich wurden die ermittelten Simulationsverläufe aus der minimalen und maximalen Legierungsspezifikation (vgl. Abbildung 6.16) eingezeichnet.

Das verwendete Vollmaterial mit 0 % Oxidanteil weist unterhalb von 50 % Festphasenanteil einen anderen Verlauf als die oxidbehafteten Proben auf und gleicht in diesem Bereich dem Simulationsverlauf zur minimalen Gehaltsspezifikation. Unterhalb von 50 % Festphasenanteil sind höhere Schmelztemperaturen erforderlich als bei den oxidbehafteten Proben. Im oberen Festphasenbereich gliedert sich der Verlauf ein, sodass oberhalb von 50 % Festphasenanteil für alle Proben die Schmelztemperatur mit steigendem Oxidanteil steigt.

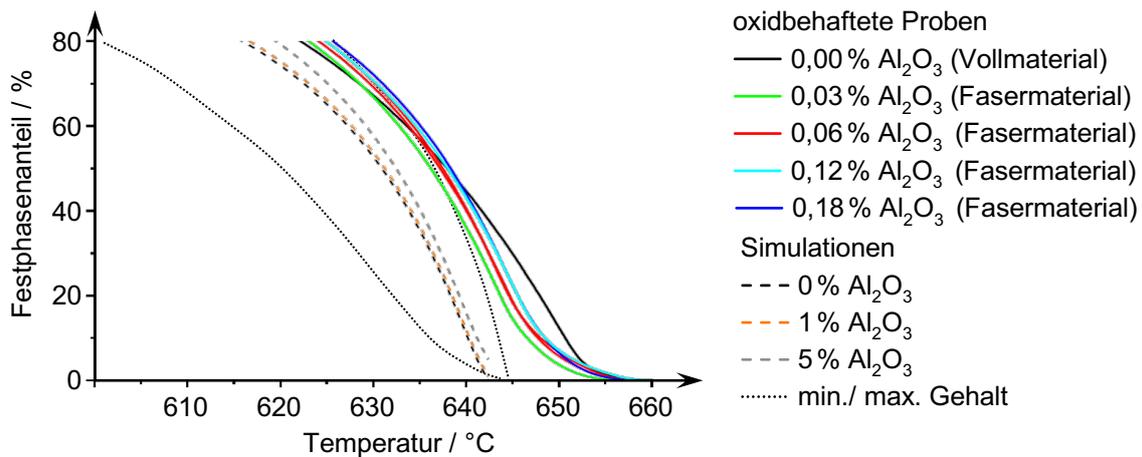


Abbildung 6.17: Überlagerung von Simulation und DSC-Messungen (Aufheizen) zur Ermittlung des temperaturabhängigen Festphasenanteils für verschiedene Aluminiumoxidgehalte

Auch wenn sich die Gleichgewichts- und Scheil-Gullvier-Verläufe im Festphasenbereich unterhalb von 40% kaum unterscheiden (vgl. Abbildung 6.14), so folgen die ermittelten DSC-Kurven qualitativ besser den Gleichgewichtskurven als den Scheil-Gullvier-Kurven, insbesondere bei der Betrachtung der Werte oberhalb von 40% Festphasenanteil. In Kapitel 6.3.4 wurden aufgrund der realen Prozessbedingungen wie lokale Unterkühlungen, Seigerungen und metastabilen Phasen von einem Kurvenverlauf nach Scheil-Gullvier ausgegangen. Die Fasern scheinen hingegen einen sehr schnellen Temperatúrausgleich und damit einen sehr schnellen Konzentrationsausgleich innerhalb der Probe zu begünstigen, sodass der Verlauf eher den Gleichgewichtsbedingungen folgt. Die Referenzprobe als Vollmaterial zeigt hier insbesondere bei hohen Flüssigphasenanteilen deutliche Abweichung vom Gleichgewichtskurvenverlauf. Dies spricht für mögliche lokale Überhitzungen, was den Annahmen der Scheil-Gullvier-Methode entspricht.

Der Vergleich in Abbildung 6.17 zeigt eine zufriedenstellende Übereinstimmung der Messungen mit den Simulationsrechnungen der realen Legierungszusammensetzung (vgl. Abbildung 6.14). Die Simulationen und DSC-Messungen zeigen dieselbe Tendenz bei der Abhängigkeit vom Aluminiumoxidgehalt und auch die Veränderungen mit zunehmendem Aluminiumoxidgehalt sind in derselben Größenordnung. Gegenüber den Simulationen sind die DSC-Messungen um etwa 5 °C zu höheren Temperaturen verschoben.

❖ Fehlerbetrachtung

Bei den Messungen lagen zwei unterschiedliche Probengeometrien vor, einerseits Vollmaterial als Referenzprobe mit 0% Al₂O₃ und andererseits Fasermaterial für die realen, oxidbehafteten Proben. Das Vollmaterial als Referenzmaterial wurde gewählt, um zusätzliche natürliche Oxide

durch einen Zerspanungsprozess zu vermeiden. Die Messungen in Abbildung 6.17 zeigen deutlich, dass die Ergebnisse für diese beiden Materialtypen nicht direkt vergleichbar sind. Die Kurvenformen unterscheiden sich, da im Falle des Fasergewebes die einzelnen Fasern leicht unterschiedlich aufschmelzen (schwankende Geometrien) und das Messergebnis die Summenkurve aller Einzelereignisse ist. Eine Vergleichbarkeit der Kurve für 0% Al₂O₃ (Vollmaterial) und die restlichen Kurven ist daher nur bedingt gegeben. Für den Verlauf können daher die Werte für sehr niedrige Aluminiumoxidgehalte ersatzweise herangezogen werden.

Im Abbildung 6.17 fällt auf, dass die realen Festphasen-Temperatur-Kurven nahe an der Liquidustemperatur wesentlich flacher verlaufen als die Simulationskurven. Dies wird auf die thermische Trägheit der DSC-Messungen am Beginn bzw. Ende des Phasenübergangs zurück geführt. Weitere Gründe für Abweichungen zwischen Simulation und Messungen könnten die Überhitzung in der Messung und Abweichungen in den thermodynamischen Datenbanken sein.

6.4 Rheologische Untersuchung

Eine initiierte Schubspannung verursacht die Deformation der Probe und diese Deformation wiederum bewirkt die Änderung der Strukturstärke. Daher muss eine genügend hohe Schubspannung/Schubkraft vorliegen, damit dies eine Viskositätsänderung zur Folge hat. (Mezger, 2010, S. 79)

Allgemeingültige rheologische Messungen für Aluminium-Magnesium-Legierungen wurden bisher kaum veröffentlicht und Messungen mit spezifischen Oxidanteilen sind bisher nicht bekannt. Da die temperaturabhängige Viskosität über den gesamten semi-solid Bereich von Interesse ist, wurden rheologische Versuche durchgeführt. Die Messungen erfolgten an einem Rotationsrheometer der Firma Anton Paar vom Typ MCR 501 (Abbildung 6.18). Das Rheometer verfügt über einen Konvektionsofen vom Typ CTD 1000, mit dem die Probekörper für die Messungen in den entsprechenden Temperaturbereich erhitzt, quasi-isotherm gehalten und geregelt abgekühlt werden konnten. Es wurden Rotationsversuche des temperierten Fluides bei vorgegebenen Scherraten $\dot{\gamma}$ (CSR – Controlled Shear Rate) durchgeführt.

Für die Messung der rheologischen Daten wird ein koaxiales Zylinder-Messsystem verwendet. Zwei rotationssymmetrische Zylinder (äußerer Messbecher und innerer Messzylinder) sind im Messspalt durch das Fluid getrennt. Nun kann in das Fluid eine Schubspannung bzw. Scherrate über den rotierenden Messzylinder initiiert werden. Die rheologischen Daten können mit der Messsensorik erfasst werden.

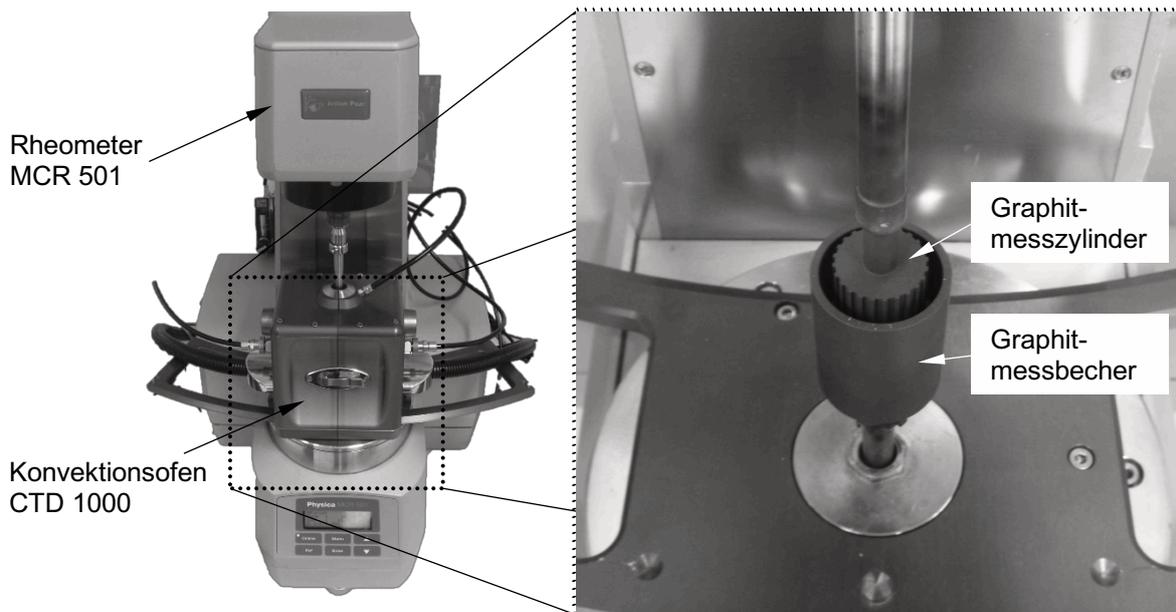


Abbildung 6.18: Rotationsrheometer Anton Paar Typ MCR 501 mit Konvektionsofen CTD 1000, Messzylinder und Messbecher aus Graphit

Bei konzentrierten Suspensionen sowie Suspensionen mit großen Teilchen nimmt der Slipeffekt zwischen Fluid und der äußeren Wandung zu (Barnes, 1995, S. 223). In Proben mit Wandgleiten ist die Scherbelastung nicht an allen Stellen konstant, ein Teil der Substanz fließt und ein Teil nicht (Mezger 2010, S. 58). Für die Einleitung von Kräften und Schubspannungen werden die Oberflächen der Messzylinder gerillt (vgl. Abbildung 6.18). Dadurch werden Gleiteffekte an den Wandungen und Entmischungen weitestgehend vermieden. (Modigell, Koke, 1999, S. 19) Aufgrund der zu erwartenden Reaktivität des schmelzflüssigen Aluminiums mit konventionellen eisenhaltigen Metalltiegel⁸, wurden Tiegel und Rotationskegel aus Graphit angefertigt. Um den eigenstellten Oxidanteil im Probematerial nicht zu verändern und unerwünschte Reaktionen in der Versuchsanordnung zu vermeiden, wurde die Versuchskammer dauerhaft mit Stickstoff gespült.

6.4.1 Versuchskörper

Es wurden neue Viskositätsmessungen an Proben aus flexiblen Aluminiumfasern sowie aus konventionellem Stranggussmaterial gleicher Legierungszusammensetzung durchgeführt. Die erforderlichen zylindrischen Probekörper für die Viskositätsmessungen hatten eine Höhe von 20mm und einen Durchmesser von 25,5 mm (Abbildung 6.19). Die flexiblen Aluminiumfasern konnten aufgrund des großen Volumens nicht direkt in die Graphittiegel eingeführt werden. Daher wurde das faserige Aluminium, entsprechend dem Gewicht eines Referenzzylinders, zusammengestellt und anschließend in die geforderte Zylinderform gepresst.

⁸ Die Flüssigmetallkorrosion stellt besondere Anforderung für die Verarbeitung von schmelzflüssigem bzw. teilflüssigem Aluminium in eisenhaltigen Werkzeugen.

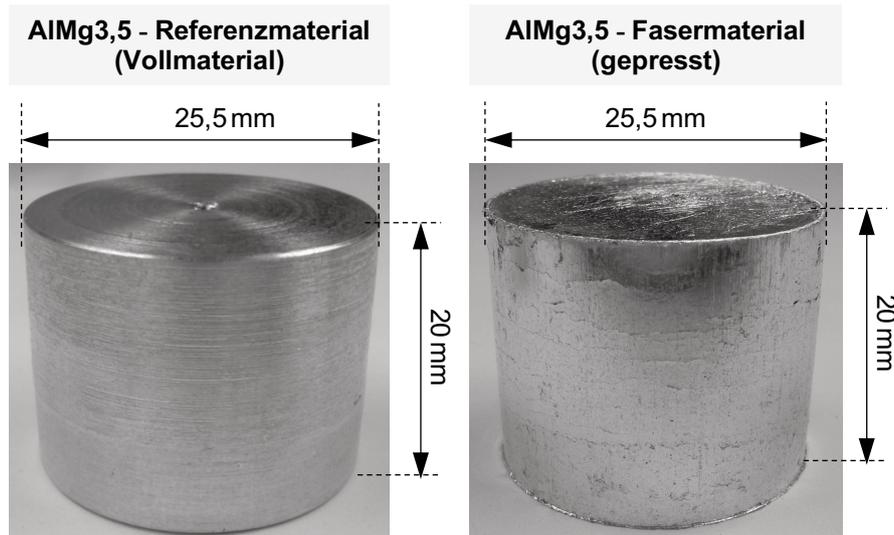


Abbildung 6.19: Probekörper (Vollmaterial und Fasermaterial) der Legierung AlMg3,5 für Viskositätsmessungen

Für die Ermittlung der Viskositätswerte wurde der Graphittiegel zunächst mit dem Probekörper bestückt und anschließend im stickstoffgespülten Konvektionsofen auf eine Temperatur von 700 °C erwärmt. Durch diese hohe Temperatur wird das Versuchsmaterial in den vollständigen Schmelzzustand überführt. Nun kann der Messzylinder in die Probe eintauchen und die vorgegebene Scherrate über die Drehzahl aufbringen. Die Abkühlung von flüssig in teilflüssig findet unter kontinuierlicher Scherbeanspruchung statt, d.h. eine Agglomeration der Festphasenbestandteile kann aufgrund der Belastung nicht stattfinden.

6.4.2 Rheologische Messungen

Für die Bestimmung der temperaturabhängigen Viskosität wurden Versuche mit feinen und groben Faserproben sowie Referenzproben bei einer Abkühlrate von 2 K/min ausgehend von der Starttemperatur 660°C durchgeführt. Die initiierte Scherrate kann über das Drehmoment (Schubspannung) messtechnisch erfasst werden.

Das Abbildung 6.20 zeigt für alle Proben erwartungsgemäß die Viskositätszunahme mit fallender Temperatur. Der Viskositätsverlauf ist nicht linear. Innerhalb jeder Probereihe nimmt die Viskosität mit zunehmender Scherrate ab (vgl. Anhang A - 6.6). Dies deutet auf ein scher- verdünnendes Verhalten – bei konstanter Scherrate – hin.

Das Abbildung 6.20 zeigt die Viskositätsverläufe der Proben, mit unterschiedlichen Oxidgehalten, bei verschiedenen Scherraten. Im Schmelzzustand ($T > 650\text{ °C}$) ist die Viskosität der Proben aus der feinen Fasern bei allen Scherraten am größten. Die geringste Viskosität in diesem Zustand weist das Referenzmaterial auf. Damit haben die Proben mit dem größten Oxidanteil auch die höchsten Viskositätswerte im flüssigen Zustand. Je höher die temperatur-unabhängige Festphase in Form der Oxide, desto größer ist auch die Viskosität im schmelz-flüssigen Zustand.

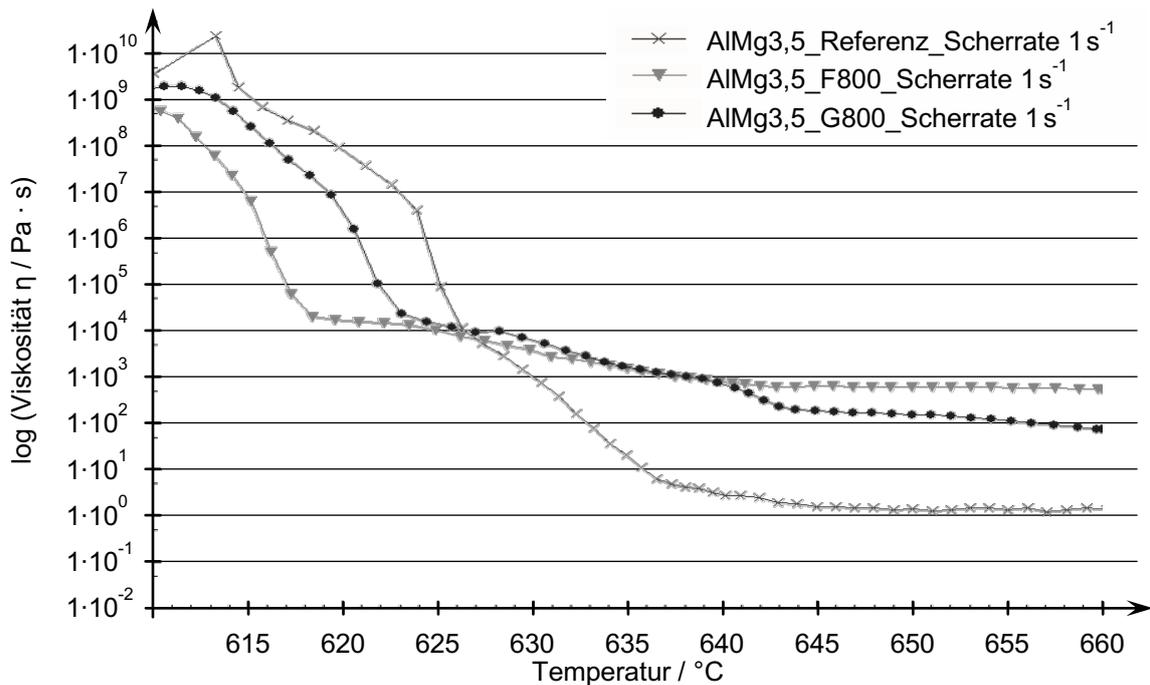


Abbildung 6.20: Einfluss der Oxidanteile auf die Viskosität der unterschiedlichen AlMg3,5-Probekörper bei einer konstanten Scherrate von 1 s^{-1}

Das Abbildung 6.21 stellt die Zeitabhängigkeit der Viskosität bei konstanter Scherrate von 50 s^{-1} und einer Temperatur von 640°C dar. Auch hier zeigt sich die zunehmende Viskosität mit steigendem Oxidanteil. Die Viskositätsverläufe der verschiedenen Proben ähneln sich qualitativ. Trotz konstanter Scherrate von 50 s^{-1} reduziert sich die Viskosität mit der Zeit, was auf ein zeitabhängiges Viskositätsverhalten deuten lässt.

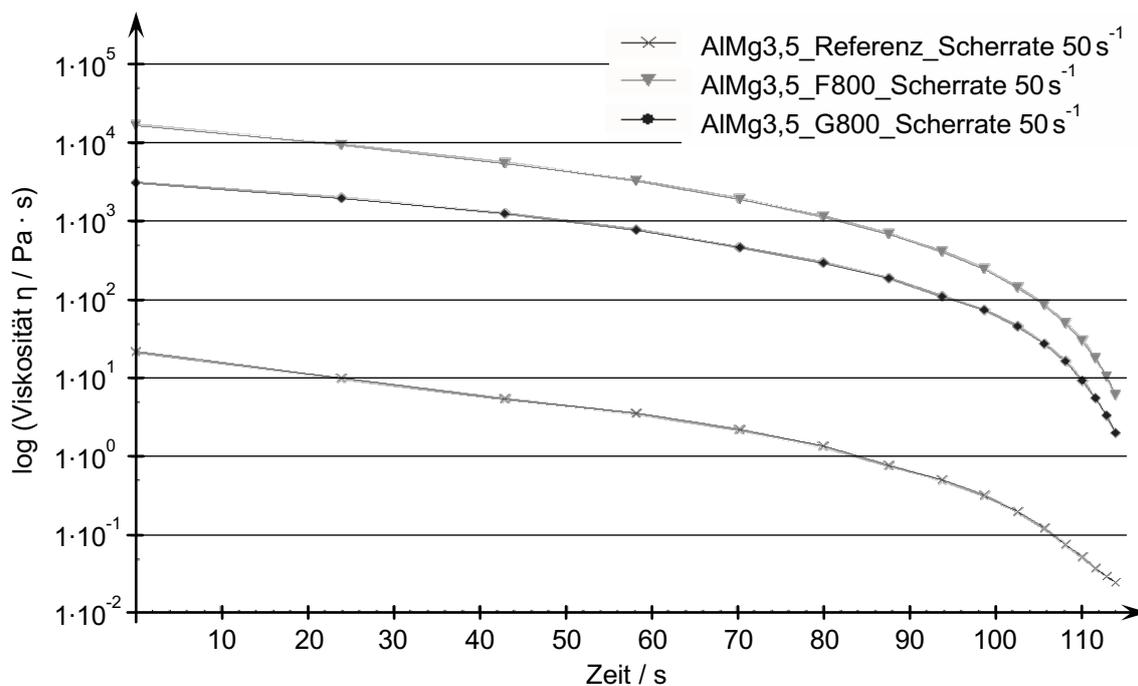


Abbildung 6.21: Zeitabhängiger Viskositätsverlauf bei konstanter Scherrate von 50 s^{-1} und einer Temperatur von 640°C

Bei der Darstellung von rheologischen Ergebnissen wird zwischen Fließkurven τ ($\dot{\gamma}$) und Viskositätskurven η ($\dot{\gamma}$) unterschieden. Die Messdaten für beide Kurvenarten wurden bei konstanter Temperatur und bei der Variation der Scherrate $\dot{\gamma}$ ermittelt. Daher wird für die durchgeführten Messungen die Viskositätskurve dargestellt.

Thixotropes Verhalten ist ersichtlich, wenn die Fließspannung bei konstanter Scherrate zeitabhängig abnimmt und bei sinkender Scherrate wieder zunimmt. Das thixotrope Verhalten ist die Folge der zeitlich verzögerten Bildung eines Schmierfilmes (Dicke 0,1 - 10 μm) aus dünnflüssiger Phase zwischen den Festpartikeln. Die Feststoffe in der Dispersion können mit Hilfe des Schmierfilms leicht aneinander abgleiten, wodurch die Fließspannung abnimmt. Mit höherem Festphasenanteil wird der Schmierfilm immer geringer und die Viskosität steigt wieder an. (Barnes, 1995, S. 247)

Das Abbildung 6.20 zeigt einen zeitabhängigen Viskositätsabfall bei allen oxidbehafteten Proben. Von einem thixotropen Verhalten kann allein durch diese rheologischen Messungen nicht gesprochen werden. Sowohl der zeitverzögerte Viskositätsabbau, als auch die Regeneration der Ausgangsviskosität sind notwendige Kriterien für den Nachweis eines thixotropen Verhaltens. Technisch sind Sprungfunktionen der Scherrate zum Nachweis der vollständigen Thixotropie (vgl. Abbildung 2.6) in rheologischen Messvorrichtungen nicht immer realisierbar. Auch bei den eigenen Versuchen konnte keine Sprungfunktion der Scherrate aufgebracht werden. Es wurden alternative Messungen zum Nachweis der Viskositätsregeneration durchgeführt. Dazu wurde die Scherung der Proben zunächst unterbrochen und nach einer Ruhephase von 10 min ohne Scherung erneut belastet. Die Unterbrechung der Scherung stellt eine Sprungfunktion dar und die Suspensionsviskosität kann sich regenerieren. Der zeitliche Verlauf der Regeneration kann dabei allerdings nicht erfasst werden. Abbildung 6.22 zeigt, dass bei den oxidbehafteten Proben (F800 und G800) die Ausgangsviskosität bei jeder Wiederholungsmessung geringer ist, als bei der Messung zuvor. Der Viskositätsverlust zwischen den Wiederholungsversuchen ist bei den feinen Faserproben (F800) größer, als bei den groben Fasern (G800). Qualitativ verläuft die scherratenabhängige Viskosität aller Messungen identisch und parallel. Die Proben ohne zusätzlichen Oxidanteil (Referenz) weisen trotz Mehrfachbelastung kaum einen Viskositätsverlust auf.

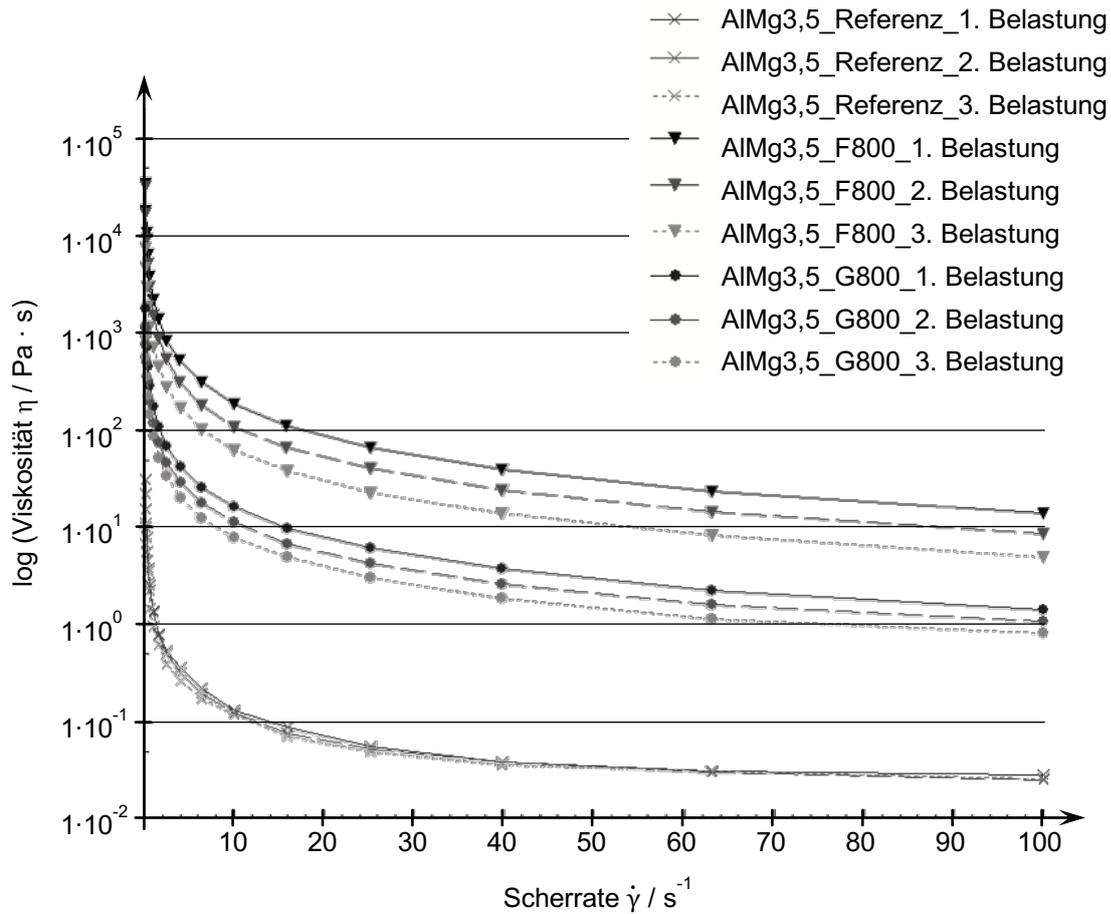


Abbildung 6.22: Viskositätskurven mit Regenerationsversuche für die Probekörper mit unterschiedlichen Oxidanteilen bei einer Temperatur von 640 °C

Die Verläufe entsprechen formal zunächst einem scherverdünnenden Verhalten. Die Viskositätskurven zeigen, dass der Abbau der Struktur im Fluid direkt von der Höhe der Scherrate bzw. Schubspannung abhängt. Auch hier zeigt sich die höchste Viskosität bei den Proben mit dem höchsten Oxidanteil (feine Fasern). Dies ist auf die erhöhte Konzentration an Oxiden zurückzuführen, denn in der ausgebildeten Strömung tritt vermehrt Reibung zwischen den unlöslichen Partikeln auf. Dadurch resultieren erhöhte Viskositätswerte (Mezger, 2010, S. 233).

Die sinkenden Viskositätswerte gem. Abbildung 6.22 hängen unmittelbar mit dem Strukturabbau innerhalb der Suspension zusammen, der wiederum durch die Höhe der eingeleiteten Schubkräfte beeinflusst wird. Die Versuche wurden bei 640 °C, d.h. bei einem hohen Flüssigphasenanteil, durchgeführt. Bei hohen Flüssiganteilen bestimmt das Fließverhalten der Flüssigphase das Deformationsverhalten des gesamten teilflüssigen Werkstoffs (Heußen, 1997, S. 44). Die zusätzlichen Oxide innerhalb der Matrix haben mit zunehmendem Anteil einen größeren Einfluss auf den inneren Strukturaufbau und somit auf den Viskositätsverlust. Die Wiederholungsmessungen der Proben ohne zusätzlichen Oxidanteil weisen diesen Effekt trotz Mehrfachscherung nicht auf.

Da die Ausgangsviskosität nicht regeneriert werden konnte, spricht dies für eine irreversible Strukturveränderung in der Suspension und somit für ein pseudoplastisches Fließverhalten. Die Zeitabhängigkeit der Viskosität schließt ein pseudoplastisches Fließverhalten hingegen aus. Aufgrund des irreversiblen Strukturabbaus kann formal auch nicht mehr von einer echten Thixotropie gesprochen werden. Das zeitabhängige, scherverdünnende Verhalten des oxidbehafteten Werkstoffs kann somit als unvollständiges, thixotropes Fließverhalten (Mezger, 2010, S. 75 - 76) beschrieben werden.

6.4.3 Fehlerbetrachtung

Besonders bei hohen Festphasenanteilen sind die Messungen mittels Rotationsrheometern fehlerbehaftet (Heußen, 1997, S. 14). Abhängig von der Oberflächenrauigkeit der Messzylinder, dem Zustand des Gefüges und den Randbedingungen des Experiments sind die Ergebnisse zwischen nicht exakt identischen rheologischen Versuchen schwer untereinander vergleichbar (Modigell, Koke, 1999, S. 26).

Unterhalb des Temperaturbereichs von 610°C verlaufen die Viskositätswerte in keinem bekannten rheologischen Muster. Diese Erscheinung konnte auf die Verwendung der Graphittiegel zurückgeführt werden. Die Graphittiegel konnten dem korrosiven Angriff der Aluminiumschmelze widerstehen, allerdings kam es bei abnehmender Viskosität der Aluminiumprobe zu einem Slipeffekt an der Tiegelwandung. Die zunehmend erstarrende Aluminiumprobe wird im Scherspalt nicht homogen geschert und rutscht an der Tiegelinnenwand ab. Das Rheometer detektiert einen Widerstand, bei dem es sich nicht um den Scherwiderstand innerhalb der Probe handelt, sondern um den Reibungswiderstand zwischen abkühlender Probe und Tiegelwand. Aufgrund des Wandgleitens sind die Bedingungen des Schergleitens nicht mehr erfüllt. Die Indikatoren dafür sind die auftretenden Einbrüche der Viskositätskurve unterhalb von 610°C. Mit zunehmendem Fließwiderstand steigt auch die Normalkraft des Messzylinders an, um die Scherrate konstant zu halten. Um die Luftlager des Messzylinders zu schützen, bricht das Rheometer die Messung ab einem gewissen Schwellwert ab. Die Viskosität unterhalb von 610°C konnte dementsprechend nicht ermittelt werden.

Neben der Globulisierung der Festphase, können die Wiederholungen der Versuche auch zu einer Entmischung von der Flüssigphase und den Oxiden führen. Zu Beginn der Viskositätsmessung wird die Aluminiumlegierung in den vollständigen, schmelzflüssigen Zustand überführt. Der zusätzliche Oxidanteil aufgrund der hohen Schmelztemperatur hingegen nicht. Zwischen den Phasenanteilen bestehen Dichteunterschiede ($\rho_{\text{AlMg}_{3,5}\text{liquid}} = 2,37 \text{ g/cm}^3$; $\rho_{\text{Al}_2\text{O}_3\text{solid}} = 3,94 \text{ g/cm}^3$). Die schwereren Oxide sammeln sich verstärkt am Boden des Tiegels und reduzieren somit die Festphasenanteile im oberen Bereich der Suspension. Dadurch entstehen Bereiche mit verschiedenen Phasenanteilen, die wiederum unterschiedliche Viskositätswerte aufweisen. Die verändernden Bedingungen durch die Entmischung können

den Schergradient innerhalb des strömenden Fluides beeinflussen (Mezger, 2010, S. 236), sodass eine inhomogene Strömung auftreten kann. Das beobachtete Auftreten des Wandgleitens geht damit einher. Gegen die entmischungsbedingte Viskositätsabnahme spricht der qualitativ sehr ähnliche Viskositätsverlauf bei jeder Wiederholungsmessung. Weiterhin wird die Suspension bei den rheologischen Messungen mehr als 2 min geschert und homogenisiert. Dichteunterschiede sollten damit fluiddynamisch ausgeglichen werden. Problematisch erscheint auch die Tatsache, dass die Belastungen des Materials im Rheometer nicht den realen Belastungszuständen während der Formgebung entsprechen (Heußen, 1997, S. 12). Bei den rheologischen Messungen im Rheometer wird das teilflüssige Material im Messspalt einer einachsigen Schubspannung mittels konstanter Scherrate ausgesetzt (Jenning, 2009, S. 25). Bei der Formgebung im vertikalen Hub unterliegt das Material einer Quetschströmung mit ausgeprägtem Strömungsprofil, welche durch Druckspannungen hervorgerufen wird. Die ermittelten Viskositätswerte aus den rheologischen Messungen sind demnach mit den Messdaten der Formgebung zu vergleichen und entsprechend zu interpretieren.

Die rheologischen Größen werden bei den Versuchen durch die Abkühlung der Schmelze ermittelt. Durch die mechanische Belastung der verflüssigten Legierung wird die Struktur während der Abkühlung beeinflusst und entspricht nicht dem Verhalten des aus dem festen Zustand erwärmten Materials unter Erstbelastung. Die Morphologieevolution findet im Rheometer bereits in der Frühphase der Erstarrung statt (Heußen, 1997, S. 14). Die Anfangsviskosität im unbelasteten Zustand kann mit diesem Messsystem prozesstechnisch nicht nachgewiesen werden. In realen Versuchen mit sehr kurzen Formgebungszeiten ist aber die Anfangsviskosität dominierend. Dennoch lässt sich mit den Versuchen der Einfluss der Oxide auf die steady-state Viskosität nachweisen, die für Umformungen mit langen Fließwegen entscheidend ist.

7 Formgebungsversuche

Die beheizbare Werkzeugfläche bietet die Möglichkeit ebene Probekörper mit den Abmaßen von 302mm x 302mm herzustellen (vgl. Abbildung 5.4). Beide Werkzeughälften sind horizontal ausgerichtet. Das Oberwerkzeug bewegt sich durch die Stößelbewegung der Presse vertikal. Das Unterwerkzeug hingegen ist feststehend. Die Werkzeugbewegung entspricht dabei einem Schmiedewerkzeug und der Formgebungsdruck wirkt auf die gesamte Werkstückoberfläche.

7.1 Probenvorbereitung

Für die Versuche wurde Material mit definiertem Flächengewicht (800 g/m^2) hergestellt und als Rollen angeliefert (Abbildung 6.3). Der Zuschnitt erfolgte manuell mit Hilfe des Stapelschneider IDEAL 4315 (Krug & Priester GmbH & Co. KG, 2011). Die Breite der Zuschnitte wurde während der Versuche verändert, um diverse Einflüsse (u.a. Fließweg) zu betrachten.

Nach dem Zuschnitt wurden die Einzellagen zu Stacks im Lagenaufbau zusammengestellt. Sowohl die Unter- als auch Oberseiten wurden mit einer zugeschnittenen Aluminiumfolie (AA 8079) abgedeckt. (Maaß et al., 2014, S. 5)

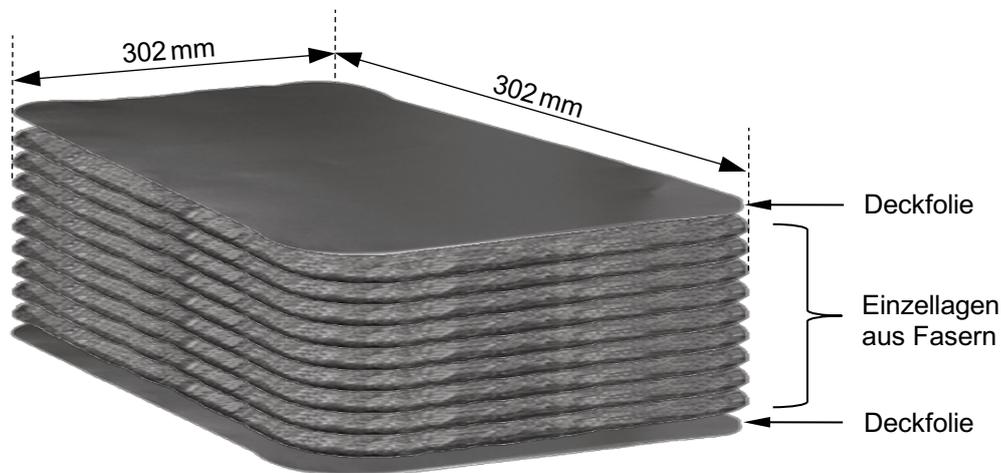


Abbildung 7.1: Versuchsstack mit Einzellagen aus flexiblen Aluminiumfasern und Deckfolie (Maaß et al., 2016, S. 229)

Die Aufbringung der Aluminiumfolie ist erforderlich, um die Verwendung eines Trennmittels zu ermöglichen, da dieses ansonsten zwischen die Fasern gelangen und somit eine Verbindung der einzelnen Fasern während der Formgebung verhindern würde (Maaß et al., 2016, S. 229). Auch beim Thixoschmieden (Leiber, 2003, S. 38) ist die Verwendung von Trennmitteln gängige Praxis, da die Reaktivität der Aluminiumschmelze mit eisenhaltigen Werkzeugen immer wieder zu Problemen hinsichtlich der Entformung führt. Damit die Aluminiumfolie die schützende Wirkung auch während der Formgebung zeigt, muss die Aluminiumfolie aus einer höherschmelzenden Legierung als die Aluminiumfasern bestehen. Die Aluminiumfolie besteht aus der Legierung AA 8079 und weist eine Schmelztemperatur von 700 °C auf (Nakamura et al., 2010, S. 38). Die Einzelzugfestigkeit der 0,03 mm dicken Aluminiumfolie von 150 MPa (Hesse 2008, S. 384) trägt möglicherweise auch zur Festigkeit des Bauteils bei. Als Trennmittel wurde Bornitrid Spray (BN Spray) (Kennametal Sintec Keramik GmbH, 2009) beidseitig auf die Versuchskörper aufgebracht. Entsprechend der Herstellerangaben wurde dabei eine Absaugung verwendet, um die flüchtigen Anteile in Form eines Sprühnebels aus der Umgebung zu entfernen. Weiterhin garantiert die vertikale Absaugung, dass der Sprühnebel nicht seitlich in die Fasern eindringt. Nach den Umformversuchen wurde das überschüssige Trennmittel mechanisch entfernt und die Bauteile mit Hilfe von Industrialkohol entfettet.

7.2 Versuchsreihen

Wenngleich die Oxide die eigenschaftsbestimmenden Parameter der teilflüssigen Suspension beeinflussen, so stellt die Temperatur den wichtigsten Prozessparameter bei der teilflüssigen

Formgebung dar (vgl. Kapitel 2.9.1). In Formgebungsversuchen soll der Einfluss der Formgebungstemperatur und des Formgebungsdruckes untersucht werden (Abbildung 7.2).

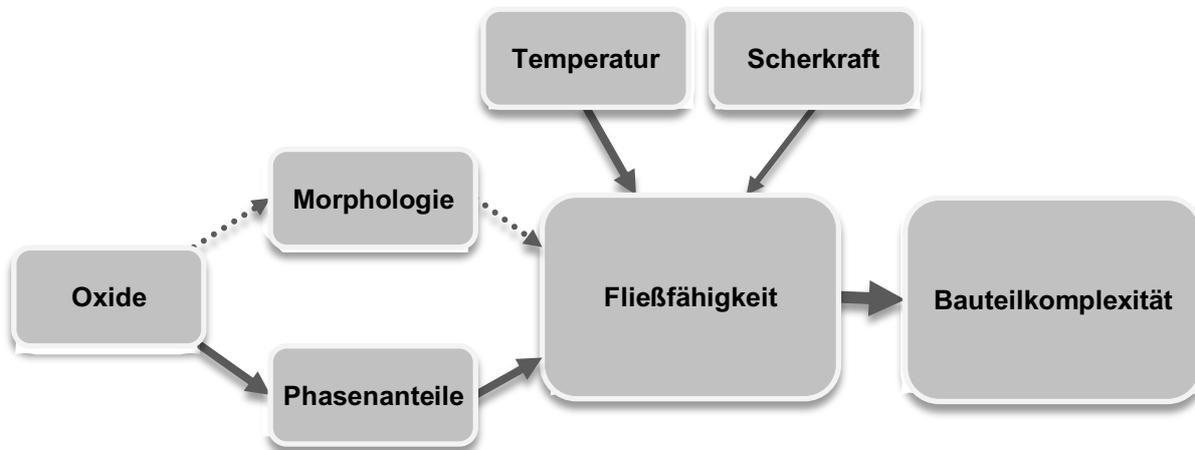


Abbildung 7.2: Eigenschaftsbestimmende Parameter oxidbehafteter Suspension

Bei der Variation der Formgebungstemperatur bzw. des Formgebungsdruckes wurde der jeweilige andere Parameter nicht verändert. Aufgrund von potentiellen Kraftschwankungen der hydraulischen Presse (Ölerwärmung) wurden die Kraftverläufe für jeden Versuch aufgezeichnet und konnten anschließend ausgewertet werden. Die Temperaturerfassung ist für die Prozesssteuerung ohnehin erforderlich. Das vorrangige Ziel der Formgebungsversuche ist, wie beim Thixoschmieden die Erreichung eines homogenen Gefüges.

7.3 Einflussparameter Formgebungstemperatur

Für die Legierung AlMg_{3,5} hat sich durch die empirischen Messungen ein semi-solid Intervall zwischen 576°C - 642°C ergeben. Der verwendete Versuchsaufbau weist eine Temperaturunsicherheit von $\pm 2,7$ K auf (vgl. Kapitel 5.4), weshalb die Versuche einer Temperaturvariation in 5 K-Schritten unterlagen (Maaß et al., 2016, S. 230). Die vorherrschenden Phasenanteile können mit Hilfe der Temperaturerfassung während der Versuche bestimmt werden. Entsprechend der Probenvorbereitung müssen die Ergebnisse hinsichtlich der Faserorientierung unterschieden werden (vgl. Abbildung 6.2).

7.3.1 Alternierender Schichtaufbau

Für diese Versuche wurden die Faserlagen alternierend zusammengestellt, wobei jede der 9 Einzellagen gegenüber der nächsten Einzellage um 90° gedreht ist. Es wurden sowohl feine Fasern (F800), als auch grobe Fasern (G800) verwendet. Die Größe der Zuschnitte beträgt 302 mm x 302 mm (Abbildung 7.3). Damit wurde das Einsatzmaterial flächendeckend über die gesamte Werkzeugkavität ausgelegt und es wurde im Material kein Fließweg generiert, da die Proben nur über die Höhe gepresst (Stauchung) werden.

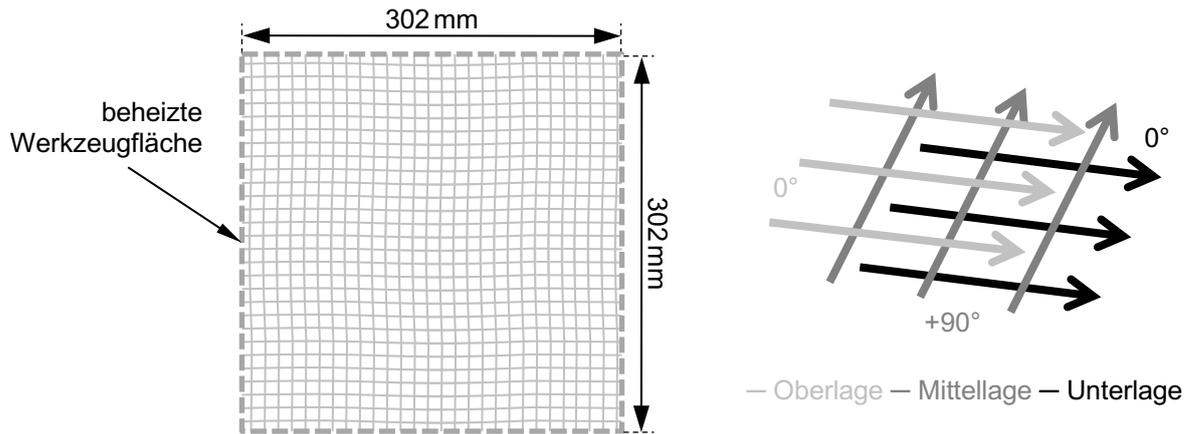


Abbildung 7.3: Schichtaufbau für Versuche mit alternierenden Einzellagen

Das auf Rollen gelieferte Material wurde vom Hersteller bereits mit 3 alternierenden Einzellagen (Ober-, Mittel- und Unterlage) vorkonfektioniert. Beim Zusammenstellen der Stacks muss darauf geachtet werden, dass die 9 Einzelbahnen nach dem Zuschnitt auch übergreifend alternierend zusammengestellt werden. Ansonsten könnten zwei Einzelbahnen übereinander liegen, die eine gleiche Ausrichtung innehaben und den Aufbau stören.

Aufgrund der metallurgischen Ergebnisse konzentrierte man sich für weitere Versuche auf den Temperaturbereich von 600 °C bis 635 °C. In diesem Bereich weisen die Proben einen Flüssigphasenanteil f_L zwischen 20 % (600 °C) und 68 % (635 °C) auf (vgl. Tabelle 7.1) (Maaß et al., 2016, S. 233).

Tabelle 7.1: Korrespondierender Flüssigphasenanteil zur eingestellten Formgebungstemperatur bei AlMg3,5 (Auszug aus Tabelle A.12 und Tabelle A.13)

Temperatur	600 °C	605 °C	610 °C	615 °C	620 °C	625 °C	630 °C	635 °C
f_L nach Scheil-Gullvier	0,20	0,22	0,26	0,30	0,35	0,42	0,53	0,68
f_L nach Gleichgewicht	---	---	---	0,20	0,26	0,35	0,47	0,64

Wie die DSC-Messungen bereits ergeben haben, zeigt die verwendete Legierung eher den Festphasenverlauf entsprechend der Gleichgewichtserstarrung auf (vgl. Abbildung 6.14).

Nach der Formgebung bei unterschiedlichen Temperaturen wurden Schlibfbilder der geformten Proben angefertigt. Bei der Auswertung wird zwischen den Proben aus feinen Fasern (F800) und groben Fasern (G800) unterschieden.

Zunächst werden die korrespondierenden Schlibfbilder der Proben aus feinen Fasern (Abbildung 7.4). dargestellt. Die Gefügehomenität nimmt in größeren Bereichen bis zu einer Formgebungstemperatur von 620 °C kontinuierlich zu. Ab 625 °C verschlechtert sich die Gefügequalität leicht und ab 630 °C deutlich.

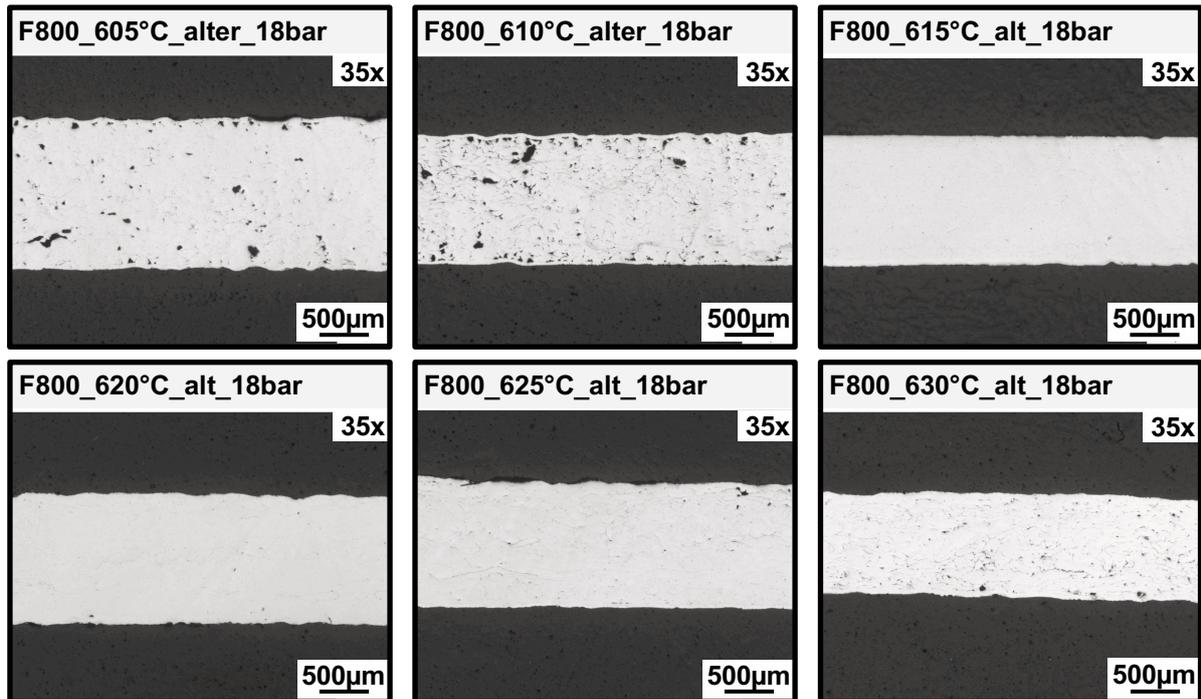


Abbildung 7.4: Schliffbilder zu geformten Proben aus feinen Fasern (F800) mit alternierendem Schichtaufbau

Auch für die Versuche mit groben Fasern (G800) wurden metallurgische Schliffe angefertigt und ausgewertet (Abbildung 7.5). Auch in diesen Proben sind Faserstrukturen nach der Formgebung bei 610°C bzw. 615°C noch zu erkennen. Die Homogenität des Gefüges nimmt bis 630°C kontinuierlich zu. Ab einer Temperatur von 635°C nimmt die Gefügequalität wieder ab.

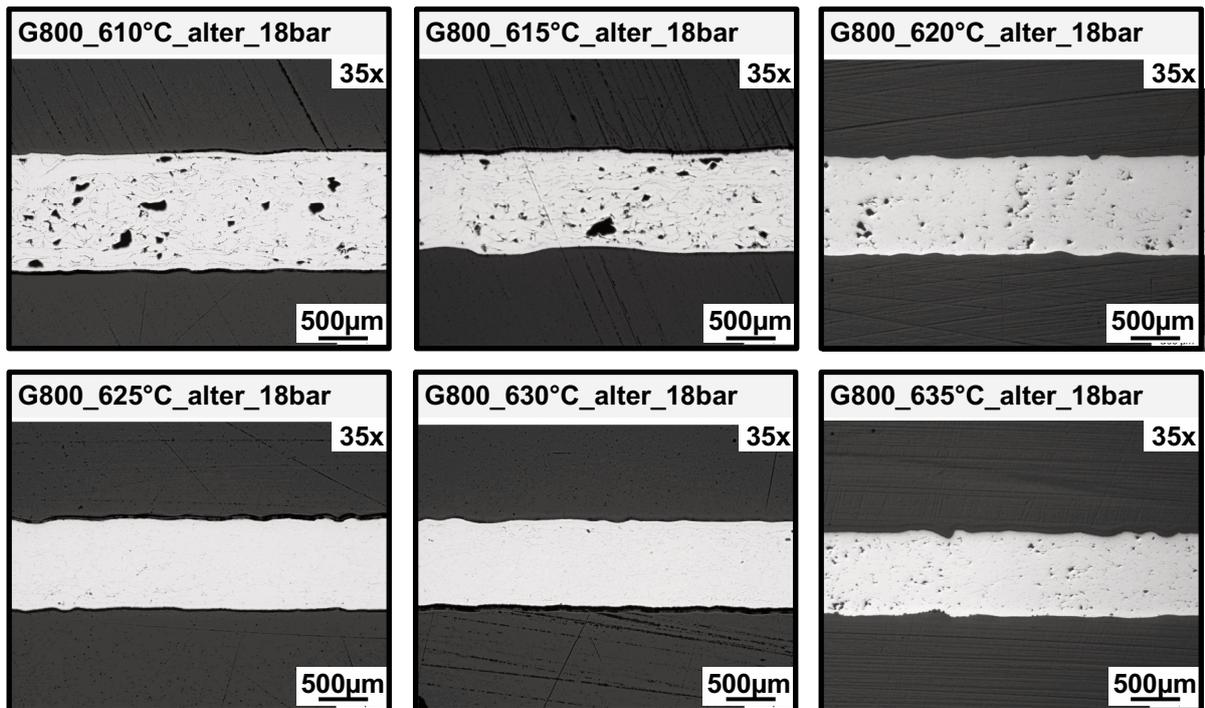


Abbildung 7.5: Schliffbilder zu geformten Proben aus groben Fasern (G800) mit alternierendem Schichtaufbau

Die beste Homogenität wird bei feinen Fasern zwischen 615 °C - 625 °C und bei groben Fasern zwischen 620 °C - 625 °C erreicht. In diesem Bereich werden auch die höchsten Festigkeitswerte gemessen (vgl. Abbildung 7.7). Unterhalb dieser Temperaturen sind schlechtere Gefügestände zu erkennen, die darauf schließen lassen, dass nicht genügend Flüssigphase für die Verbindung der Fasern vorhanden ist. Oberhalb von 625 °C nehmen Gefügequalität und Festigkeit der Proben wieder ab. Die Verschlechterung der Gefügequalität und der mechanischen Eigenschaften gehen mit der Zunahme des seitlichen Schmelzaustrittes (Abbildung 7.6) einher. Die Schmelzaustritte werden in Kapitel 7.5 gesondert betrachtet.

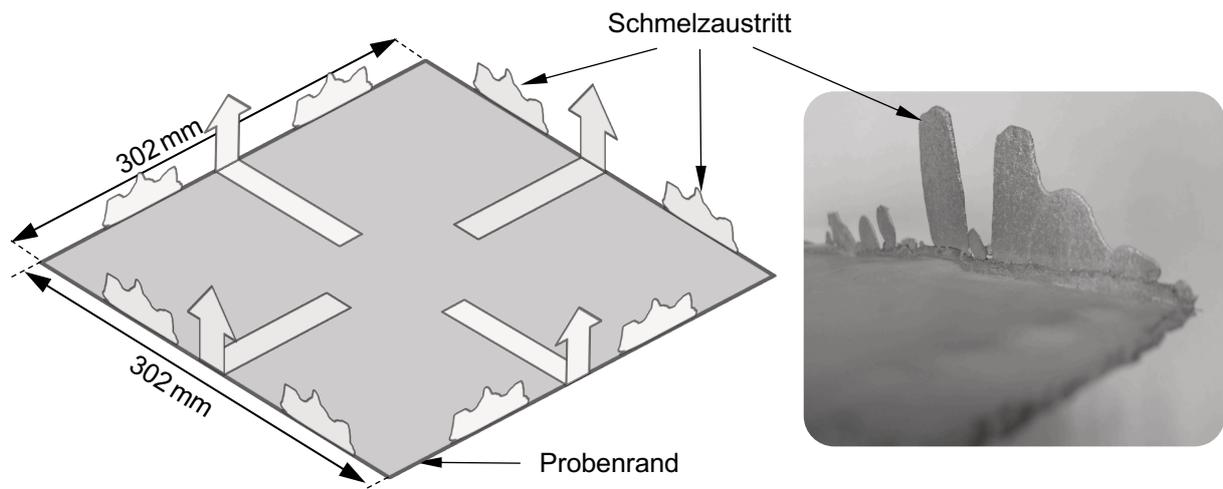


Abbildung 7.6: Seitlicher Schmelzaustritt bei geformten Proben

Die Auswertung der mechanischen Eigenschaften nach der Formgebung (Abbildung 7.7) erfolgte an jeweils 5 Einzelproben, die unter gleichen Bedingungen gefertigt wurden.

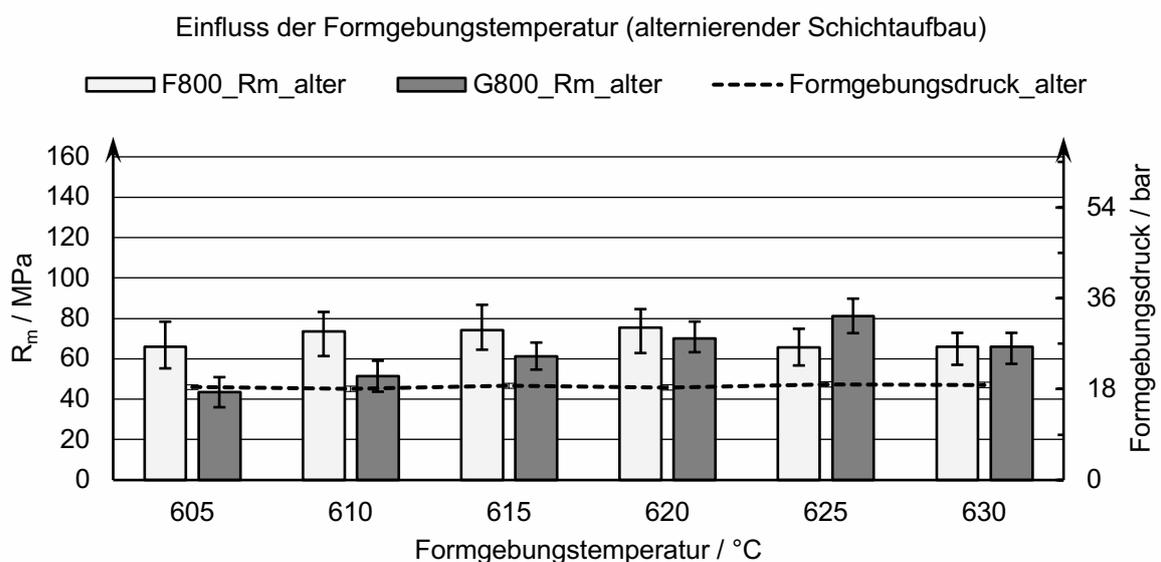


Abbildung 7.7: Verlauf der Zugfestigkeit in Abhängigkeit der Formgebungstemperatur für die teilflüssige Formgebung mit alternierendem Schichtaufbau

Die größten Zugfestigkeitswerte unter Verwendung feiner Fasern (F800) sind im Formgebungstemperaturbereich zwischen 605 °C und 630 °C zu finden. Zu sehen ist auch die große Standardabweichung der Festigkeitswerte mit bis zu ± 12 MPa bei 605 °C/615 °C. Bei den Proben aus groben Fasern nimmt die Zugfestigkeit bis zur Formgebungstemperatur von 625 °C kontinuierlich zu. Ab 630 °C fällt die Zugfestigkeit wieder ab. Die Standardabweichung beträgt hier maximal $\pm 8,5\%$ bei 620 °C/625 °C.

Es ist eine raue Bruchfläche der Zugproben deutlich erkennbar. Aufgrund dessen wurden die Bruchflächen der Zugproben mittels REM (Abbildung 7.8) analysiert.

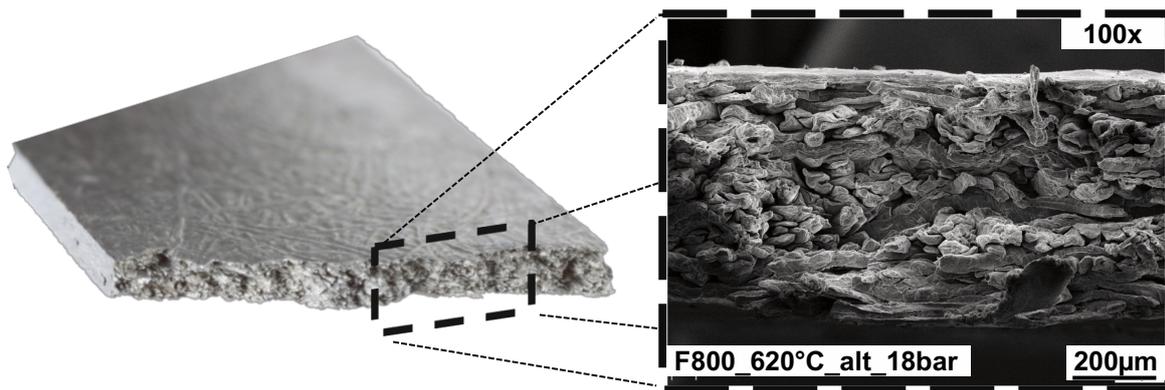


Abbildung 7.8: Die Bruchflächenanalyse der Proben mit alternierendem Aufbau mittels REM

Die REM-Aufnahmen der Bruchflächen bestätigen, dass nach der Formgebung noch Reststrukturen der Aluminiumfasern vorhanden sind. Durch den Verbleib von Faserreststrukturen muss von einem anisotropen Werkstoffverhalten ausgegangen werden und der alternierende Schichtaufbau kann nicht zu maximalen Festigkeiten der Proben führen.

7.3.2 Unidirektionaler Schichtaufbau

Um eine mögliche Richtungsabhängigkeit der Bauteileigenschaften zu bewerten, wurden Versuchsstacks mit unidirektionalem Aufbau (UD) vorbereitet (Abbildung 7.9). Auch bei diesen Versuchen betragen die Zuschnitte 302 mm x 302 mm.

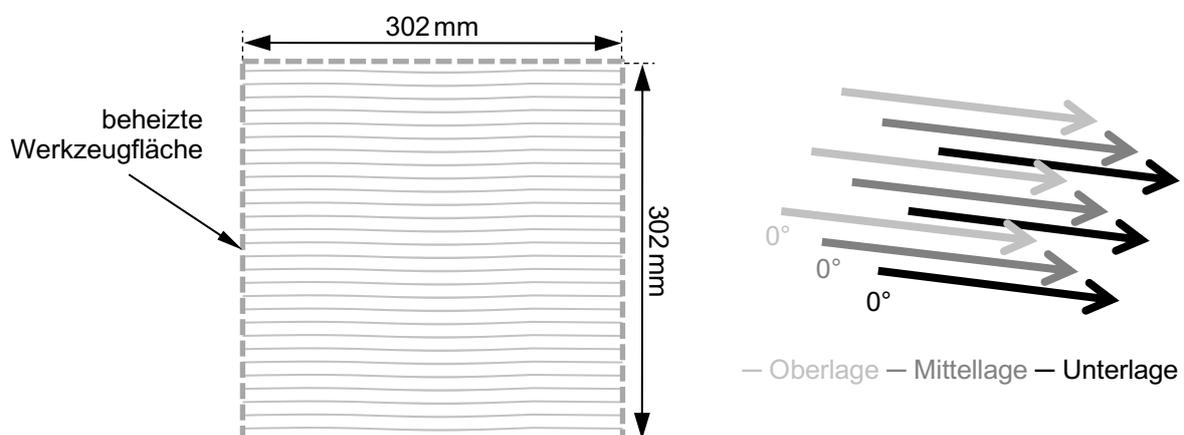


Abbildung 7.9: Schichtaufbau für Versuche mit unidirektionalen Einzellagen

Beim Zusammenstellen der zugeschnittenen Einzellagen muss auch hier beachtet werden, dass die Fasern aus Ober-, Mittel- und Unterlagen identisch ausgerichtet sind. Für die unidirektionalen Formgebungsversuche wurden feine als auch grobe Fasern verwendet. Bei den Versuchen mit alternierendem und unidirektionalem Aufbau sind Probenvorbereitung und Prozessablauf identisch.

Die Schliffbilder der Proben aus feinen Fasern (Abbildung 7.10) weisen bei 620 °C und 625 °C eine ähnlich gute Gefügehomoogenität auf, wie die Versuche mit alternierendem Versuchsaufbau (vgl. Abbildung 7.4). Nach einer Formgebung bei 630 °C hat sich die Gefügequalität gegenüber dem alternierendem Schichtaufbau leicht verbessert.

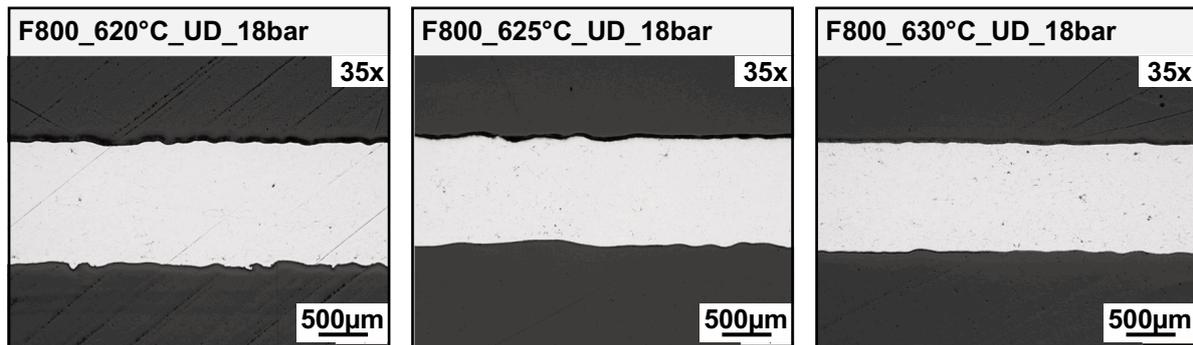


Abbildung 7.10: Schliffbilder zu geformten Proben aus feinen Fasern (F800) mit unidirektionalem Schichtaufbau

Die Schliffbilder der Proben aus groben Fasern mit unidirektionalem Schichtaufbau zeigen im Temperaturbereich von 620 °C - 630 °C die beste Homogenität des Gefüges und die geringste Porosität (Abbildung 7.11).

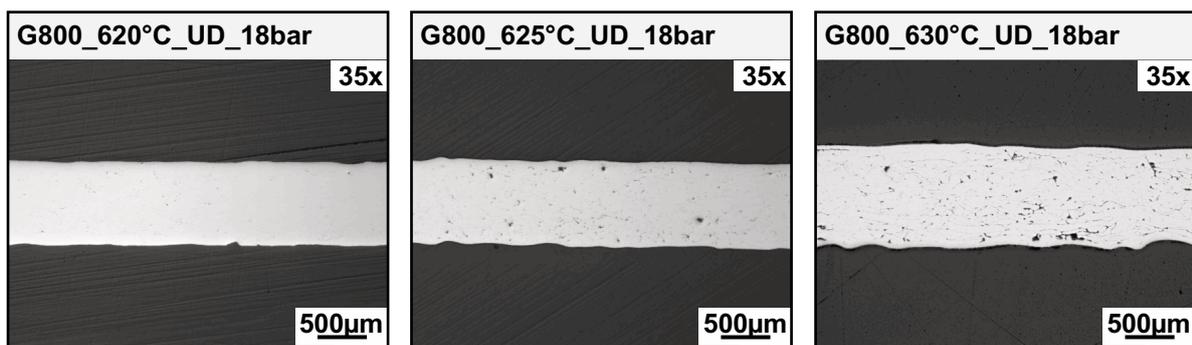


Abbildung 7.11: Schliffbilder zu geformten Proben aus groben Fasern (G800) mit unidirektionalem Schichtaufbau

Die Belastungsrichtung während der Festigkeitsermittlung (Abbildung 7.12) erfolgte in Faserrichtung. Die höchsten Festigkeitswerte wurden bei den Proben aus feinen Fasern mit unidirektionaler Faserausrichtung bei einer Formgebungstemperatur zwischen 620 °C und 625 °C erreicht. Die maximale Zugfestigkeit beträgt 131 MPa bei 620 °C mit einem Flüssigphasenanteil von 26%. Die Festigkeit nimmt bei 630 °C wieder ab, was auch bei diesen Versuchen mit dem seitlichen Schmelzaustritt verbunden ist.

Die größte Festigkeit bei den Proben aus groben Fasern wurde bei 620 °C mit 126 MPa erzielt. Die mittlere Standardabweichung beträgt maximal ± 8 MPa bei 625 °C und minimal ± 6 MPa bei 605 °C. Die Festigkeit nimmt oberhalb von 620 °C wieder ab.

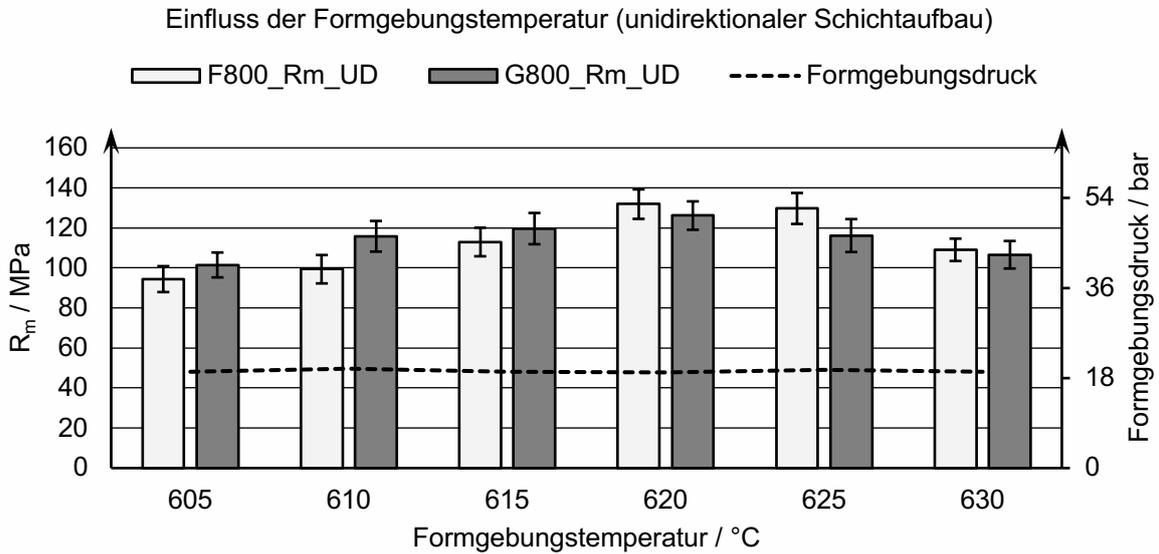


Abbildung 7.12: Zugfestigkeit in Abhängigkeit der Formgebungstemperatur für die teilflüssige Formgebung mit unidirektionalem Schichtaufbau

Unter Verwendung feiner Fasern konnten die Festigkeitswerte mit dem unidirektionalen Versuchsaufbau (131 MPa) gegenüber dem alternierenden Versuchsaufbau (73 MPa) um 79% gesteigert werden (bei 620 °C). Auch die Streuung der Zugfestigkeitswerte der Proben wurde dadurch von ± 9 MPa auf ± 7 MPa verringert.

Die REM-Aufnahmen (Abbildung 7.13 und Abbildung 7.14) zeigen auch bei den unidirektionalen Schichtaufbauten die Reststrukturen der Aluminiumfasern. Die Detailaufnahmen weisen Wabenstrukturen an den Bruchflächen der Einzelfasern auf, was wiederum auf einen Gewaltbruch deutet.

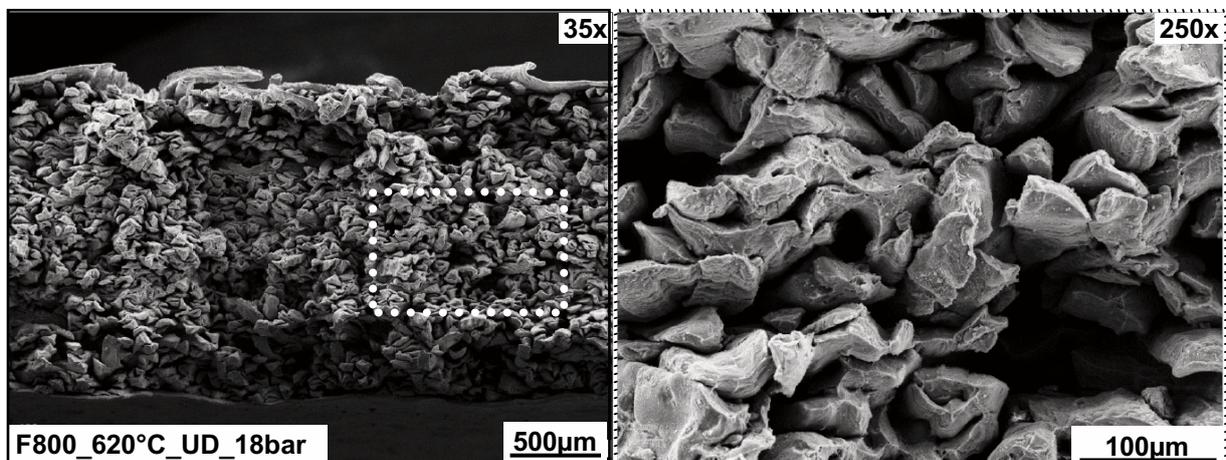


Abbildung 7.13: REM-Aufnahmen der Bruchflächen von Proben mit unidirektionalem Aufbau aus feinen Fasern (F800)

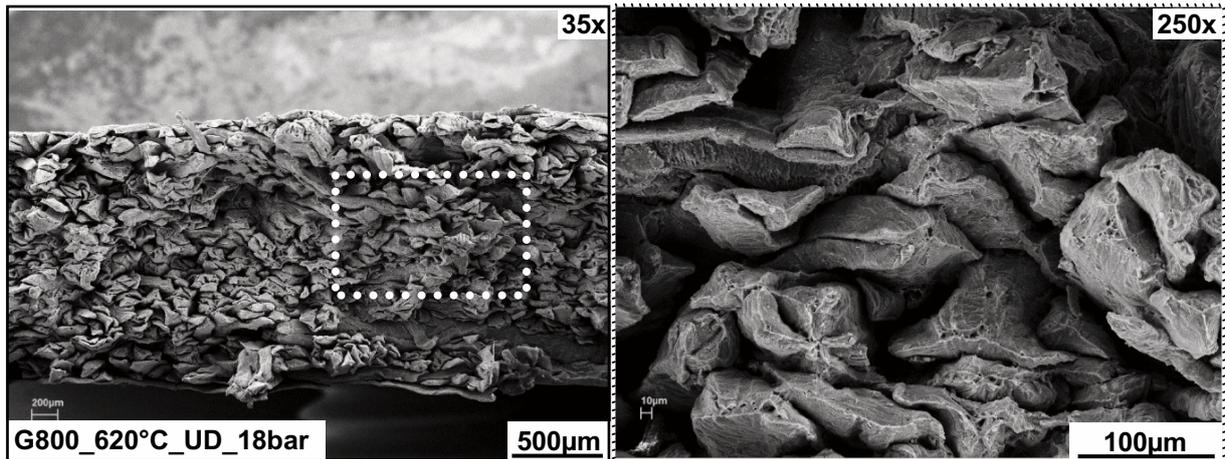


Abbildung 7.14: REM-Aufnahmen der Bruchflächen von Proben mit unidirektionalem Aufbau aus groben Fasern (G800)

7.3.3 Diskussion

Die vorherrschende Formgebungstemperatur repräsentiert die Phasenanteile im Werkstück während des Formgebungsprozesses. Beim Thixoschmieden, an dem sich der eigene Prozess orientiert, variiert der Flüssigphasenanteil bei ähnlichen Versuchen zwischen 20% - 50% (Wolf, 2004, S. 74). Die eigene Auswertung bestätigt, dass die besten Ergebnisse ebenfalls in diesem Phasenbereich zu finden sind.

Ist die schmelzflüssige Phase an den Korngrenzen nicht vollständig ausgebildet und nicht in ausreichender Menge vorhanden, so kann die Deformation bei entsprechend hoher Spannung über die Versetzungsbewegung bzw. über die Deformation der Körner erfolgen (Heußen, 1997, S. 132). Aufgrund der geringen Faserdicken wird nicht von einem Festphasenabgleiten innerhalb der teilflüssigen Fasern ausgegangen. Die Flüssigphase dient vorrangig der Verbindung der Fasern untereinander, in dem sich diese an den Fasergrenzen vermischt und während der Abkühlung im Stoffschluss miteinander erstarrt. Unterhalb von 600 °C mit $f_L \ll 20\%$ (vgl. Abbildung 7.4/Abbildung 7.5) ist scheinbar nicht ausreichend Flüssigphase vorhanden, die zwischen den Fasern miteinander in Kontakt treten kann. Ab einem Flüssigphasenanteil größer 64% ($T > 630^\circ\text{C}$) ist so viel Flüssigphase vorhanden, sodass diese aufgrund des initiierten Formgebungsdrucks an die Seite der Probe gedrängt und teilweise herausgedrückt wird.

Die Formgebungstemperatur zur Erreichung des Optimums der Gefügequalität bei gleichzeitig größtmöglicher Zugfestigkeit liegt bei unidirektionalem Schichtaufbau bei beiden Fasertypen bei 620 °C. Die erzielbaren maximalen Festigkeitswerte sind bei den Proben aus feinen Fasern um 6 MPa höher (+4,5%) als bei denen aus groben Fasern. Die erreichten Zugfestigkeiten (Tabelle 7.2) sind im Allgemeinen als gering einzustufen. Konventionelles AlMg_{3,5} weist eine Zugfestigkeit von mindestens 200 MPa auf.

Tabelle 7.2: Zusammenfassung der maximal erreichten Zugfestigkeiten aus den Versuchen

Fasertyp	Alternierende Schichtaufbau		Unidirektionaler Schichtaufbau	
	R _{m_max}	T(R _{m_max})	R _{m_max}	T(R _{m_max})
F800	75,54 MPa	620 °C	131,88 MPa	620 °C
G800	81,21 MPa	625 °C	126,16 MPa	620 °C

Die temperaturabhängige Festigkeitszunahme bei den Proben aus groben Fasern mit unidirektionalem Schichtaufbau beträgt 24% (102 MPa bei 605 °C bis 126 MPa bei 620 °C). Unter Verwendung von feinen Fasern beträgt die temperaturabhängige Steigerung 39% (94 MPa bei 605 °C bis 131 MPa bei 620 °C). Der Einfluss der Temperatur ist bei den groben Fasern damit geringer als bei den feinen Fasern. Der charakteristische Festigkeitsabfall oberhalb von 620 °C wird in allen Versuchen bestätigt und geht mit dem zunehmenden Schmelzaustritt am seitlichen Rand der Proben einher.

Die Analysen der Bruchflächen zeigen Reststrukturen der Aluminiumfasern nach der Formgebung. Es kommt zu lokalen Stoffschlüssen der Fasern, die zur Steigerung der Festigkeit beitragen, denn ohne zunehmende lokale Stoffschlüsse würde die Zugfestigkeit unabhängig von der Formgebungstemperatur und dem Flüssigphasenanteil konstant bleiben. Innerhalb der Fasern war nachweislich Flüssigphase vorhanden, die bei hohen Temperaturen seitlich ausgetreten ist. Dennoch reicht das Vorhandensein der Flüssigphase allein nicht aus, um die Fasern global untereinander zu verbinden. Möglicherweise ist der Fließweg nicht ausreichend, um die durchgehende Oxidschicht auf den einzelnen Fasern aufzubrechen und die Flüssigphase untereinander in Kontakt zu bringen. Der Einfluss der Oxide wird im Weiteren beschrieben.

7.4 Einflussparameter Formgebungsdruck

Die bisherigen Untersuchungen zum Temperatureinfluss wurden mit einem Druck von 18 bar durchgeführt. Zur Ermittlung des Einflusses des Formgebungsdruckes wurde dieser in zwei weiteren Schritten erhöht – auf 36 bar und 54 bar. Die Versuche wurden bei einer konstanten Temperatur mehrfach wiederholt, bevor die Temperatur ebenfalls variiert wurde.

7.4.1 Feine Fasern

Für die weiteren Versuche wurde der unidirektionale Schichtaufbau beibehalten. Die Zugfestigkeiten wurden in Faserrichtung ermittelt (Abbildung 7.15).

Bei einem mittleren Umformdruck von 36,2 bar beträgt die maximal erreichbare Zugfestigkeit 139 MPa bei einer Formgebungstemperatur von 625 °C ($f_L = 0,35$). Nach Überschreitung der Formgebungstemperatur von 630 °C sinkt die Festigkeit um 6% auf 130 MPa. Die durchschnittliche Streuung der Festigkeitswerte beträgt ± 7 MPa. Die Steigerung der Festigkeit von 117 MPa bei 605 °C auf 139 MPa bei 625 °C beträgt 18,6%.

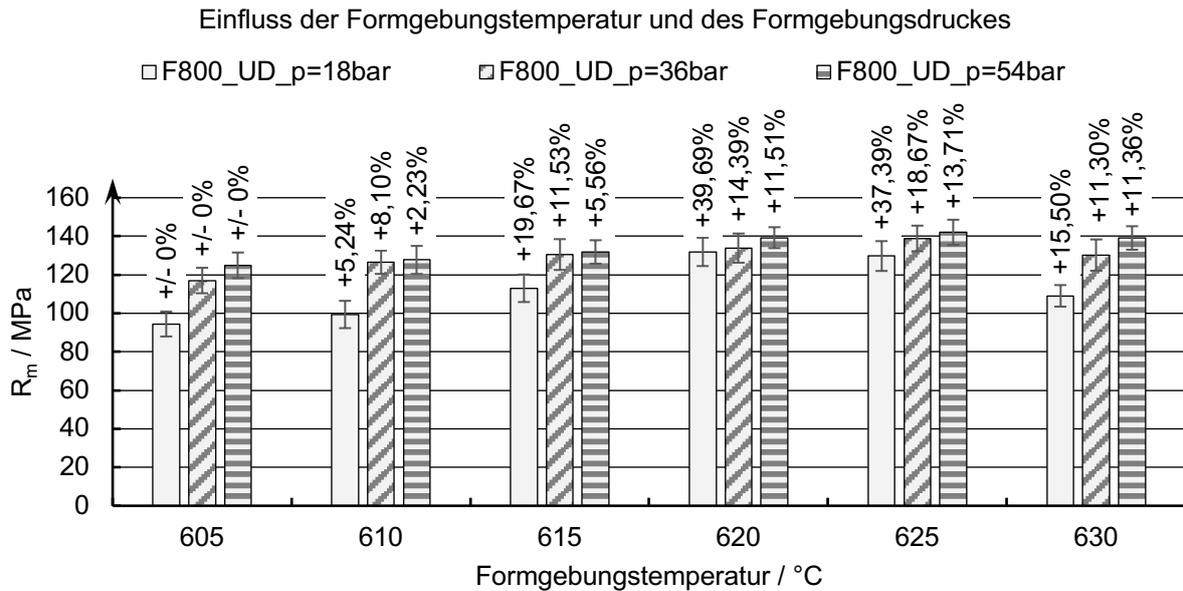


Abbildung 7.15: Temperatur- und druckabhängige Festigkeiten nach der Formgebung mit feinen Fasern (F800)

Die maximale Festigkeit bei einem mittleren Formgebungsdruck von 54,1 bar und einer Formgebungstemperatur von 625 °C beträgt 142 MPa. Die Festigkeitswerte bei den Temperaturen 620 °C (139 MPa), 625 °C (142 MPa) und 630 °C (142 MPa) liegen auf einem ähnlichen Niveau. Die Steigerung der Festigkeit von 125 MPa (605 °C) auf 142 MPa (625 °C) beträgt 14%. Die Gefügequalität (Abbildung 7.16) nimmt, wie bei den vorangegangenen Untersuchungen, mit zunehmender Temperatur zu und oberhalb der Formgebungstemperatur von 630 °C wieder ab. Die Veränderung der Gefügequalität korrespondiert mit der Verbesserung bzw. Verschlechterung der Festigkeitswerte gem. Abbildung 7.15. Durch die Erhöhung des Formgebungsdruckes auf 54 bar wurde die Gefügehomoogenität gegenüber den unter 18 bar geformten Proben verbessert.



Abbildung 7.16: Schliffbilder zu geformten Proben aus groben Fasern (G800) mit unidirektionalem Schichtaufbau (Maaß et al. 2016, S. 238)

7.4.2 Grobe Fasern

Analog zu den Versuchen mit feinen Fasern, wurden die Versuche mit groben Fasern, unidirektionalem Schichtaufbau und mit erhöhten Formgebungsdrücken durchgeführt. Die Zugfestigkeiten (Abbildung 7.4) wurden in Faserrichtung ermittelt.

Die maximale Zugfestigkeit bei einem mittleren Formgebungsdruck von 34,1 bar beträgt 136 MPa und wurde bei einer Formgebungstemperatur von 620 °C erreicht. Bis zu dieser Formgebungstemperatur nimmt die Festigkeit kontinuierlich zu. Oberhalb von 620 °C fällt die Zugfestigkeit gegenüber dem maximalen Wert wieder um -5,15 % (625 °C) bzw. -11,50 % (630 °C).

Die mit einem mittleren Formgebungsdruck von 55,1 bar geformten Proben mit groben Fasern und unidirektionaler Faserausrichtung erreichen bei einer Formgebungstemperatur von 620 °C eine maximale Zugfestigkeit von 138 MPa. Innerhalb dieser Versuchsreihe konnte die Festigkeit von 119 MPa (605 °C) auf 138 MPa (620 °C) um +15,79 % gesteigert werden. Nach dem Überschreiten der Formgebungstemperatur von 620 °C fällt die Festigkeit um -4,44 % (625 °C) und -9,22 % (630 °C) ab (Abbildung 7.17).

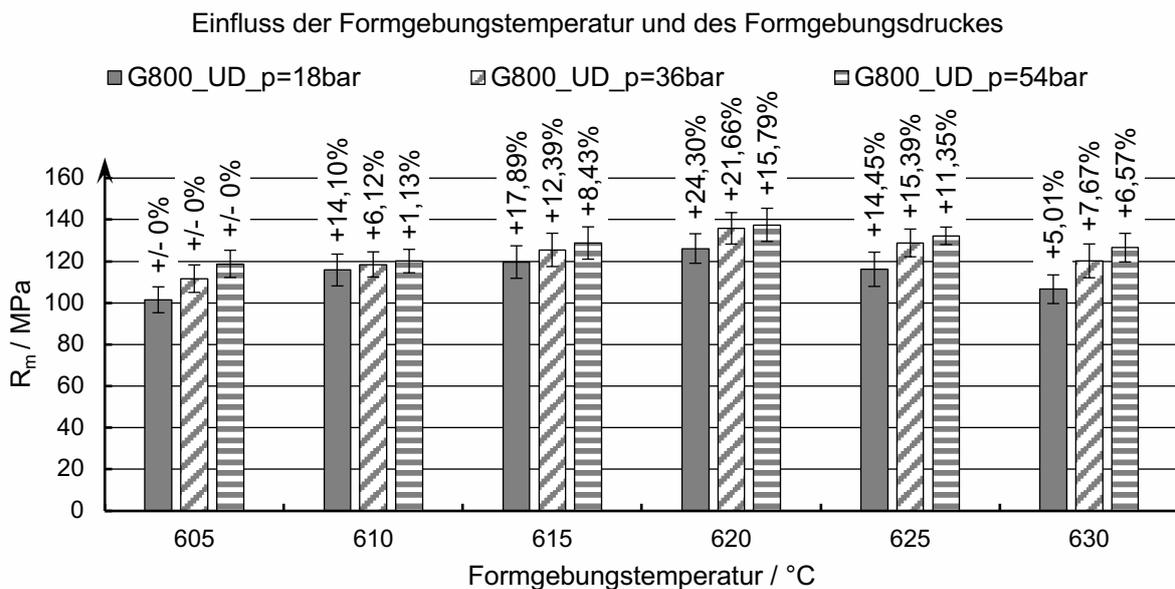


Abbildung 7.17: Temperatur- und druckabhängige Festigkeiten nach der Formgebung mit groben Fasern (G800)

Die Schlifffbilder (Abbildung 7.18) zeigen im optimalen Temperaturbereich von 620 °C bis 625 °C keine sichtbaren Unterschiede. Bei 630 °C steigt die Porosität wieder an, was mit der sinkenden Zugfestigkeit (vgl. Abbildung 7.17) korrespondiert. Gegenüber den Versuchen mit groben Fasern und einem Formgebungsdruck von 18 bar (Abbildung 7.11) ist eine Verbesserung der Gefügehomoenität im oberen Temperaturbereich (625 °C/630 °C) erkennbar.

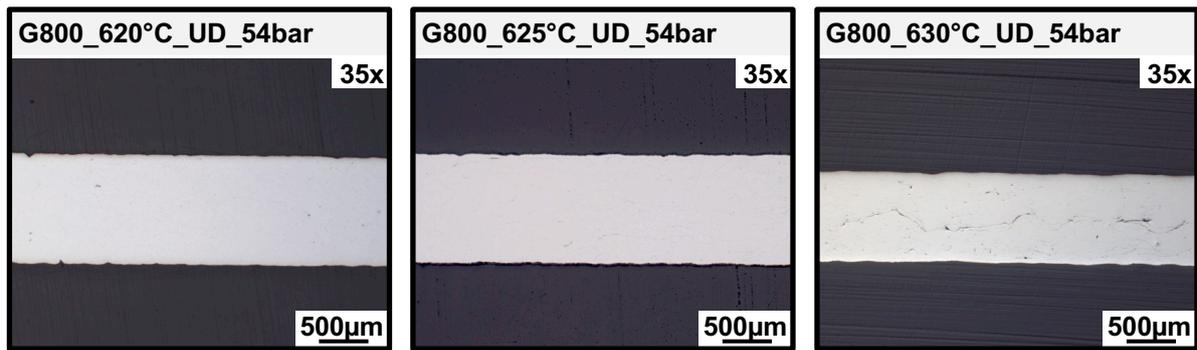


Abbildung 7.18: Schliffbilder zu geformten Proben aus groben Fasern (G800) mit unidirektionalem Schichtaufbau

7.4.3 Bruchflächenanalyse

Die Bruchflächen der Proben aus feinen und groben Fasern, welche unter einem Druck von 54 bar entstanden sind wurden mittels REM analysiert. Die Aufnahmen (Abbildung 7.19/Abbildung 7.20) zeigen Faserreststrukturen in den Proben aus beiden Fasertypen. Gegenüber den unter geringerem Formgebungsdruck (18 bar) hergestellten Proben (Abbildung 7.13/Abbildung 7.14) weisen die unter höherem Formgebungsdruck (54 bar) geformten Proben Bereiche auf, in denen erstarrte Flüssigphase zwischen den Fasern deutlich zu sehen ist (gepunktete Markierung in Detailaufnahme). Lokale Verbindungen (gestrichelte Markierung in Detailaufnahme) zwischen den einzelnen Fasern sind in den Detailaufnahmen (Abbildung 7.13/Abbildung 7.14) ebenfalls sichtbar. Bei 620°C Formgebungstemperatur beträgt der Flüssigphasenanteil 26%.

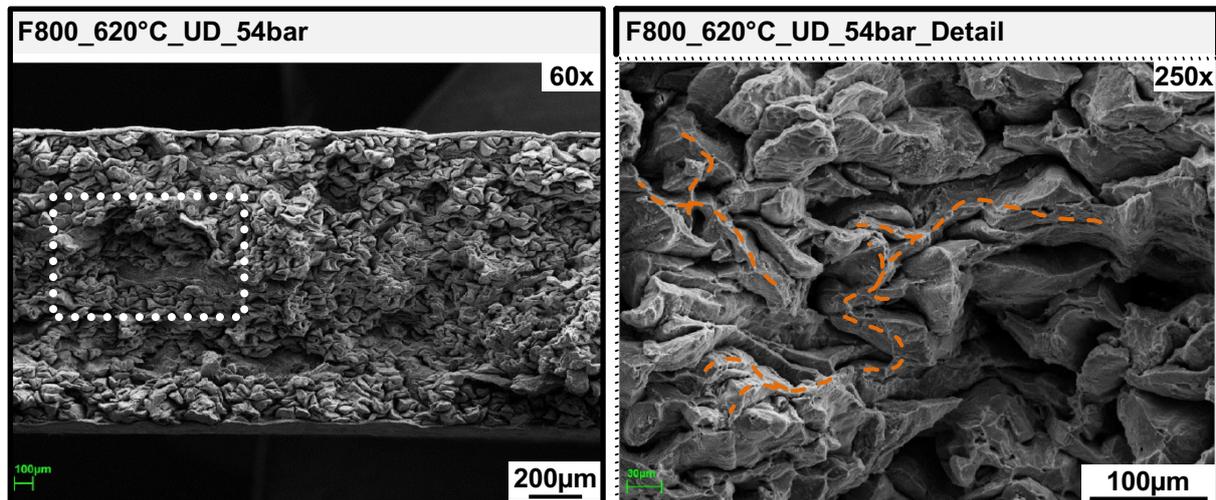


Abbildung 7.19: REM-Aufnahmen (Übersicht links/Detail rechts) der Bruchflächen von Proben mit unidirektionalem Aufbau aus feinen Fasern (F800)

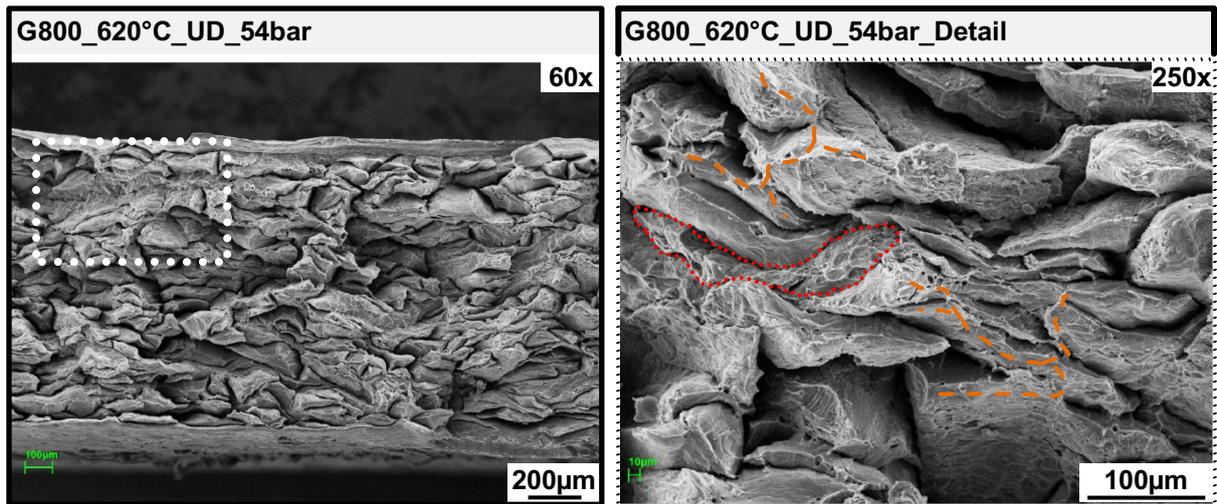


Abbildung 7.20: REM-Aufnahmen (Übersicht links/Detail rechts) der Bruchflächen von Proben mit unidirektionalem Aufbau aus groben Fasern (G800)

7.4.4 Diskussion

Zu Beginn wird der eingestellte Maximaldruck initiiert und das teilflüssige Material im Werkzeugspalt gequetscht. Dabei beginnt das Material unter der Einwirkung der Scherung zu fließen. Der Fließwiderstand des Materials sinkt zeitverzögert. Der dargestellte Verlauf in Abbildung 7.21 entspricht dem typischen Druckverlauf eines teilflüssigen, thixotropen Werkstoffes unter Scherbeanspruchung (vgl. Abbildung 2.18) bei unterschiedlichen Formgebungsdrücken. Nach Erreichen der Werkzeugendposition wird die Werkzeugtemperatur auf unter 570 °C gesenkt (Unterschreitung der Solidustemperatur). Während der Abkühlung wird der eingestellte Druck bis zur Entformung aufrechterhalten.

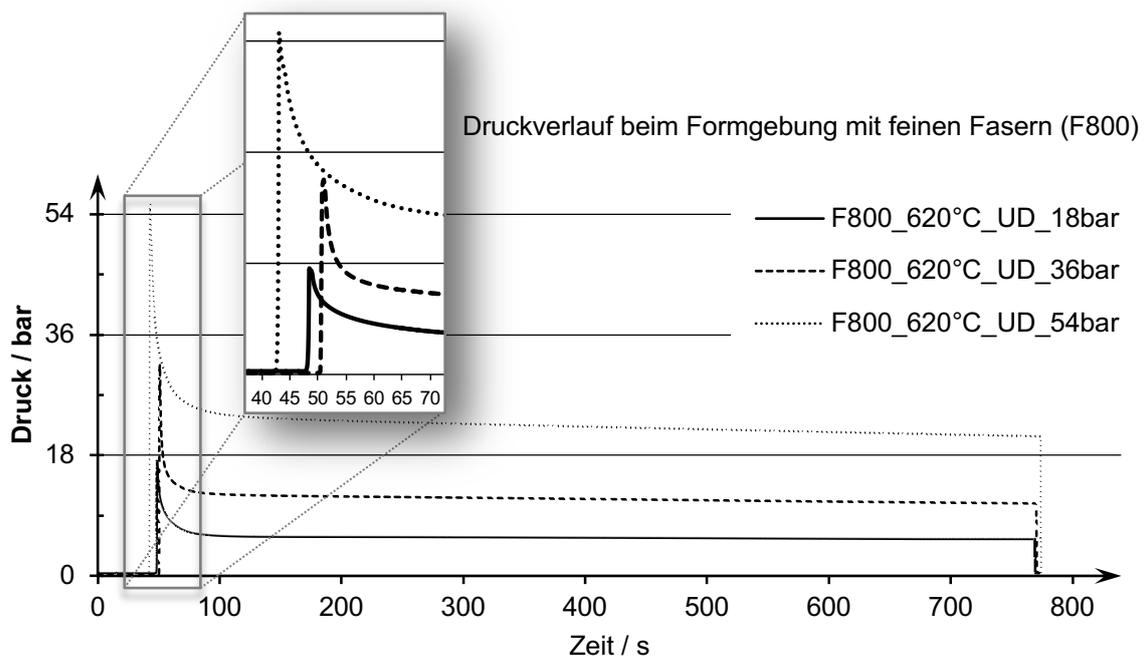


Abbildung 7.21: Druckverlauf bei der teilflüssigen Formgebung unter variablen Drücken

Bei den unter 18bar geformten Proben mit unidirektionalen Schichtaufbau konnte eine optimale Formgebungstemperatur von 620 °C für beide Fasertypen ermittelt werden. Durch die Steigerung des Formgebungsdruckes auf 36 bar bzw. 54 bar konnte diese Formgebungstemperatur für die groben Fasern bestätigt werden. Für feine Fasern verschiebt die optimale Formgebungstemperatur mit zunehmenden Formgebungsdruck auf 625 °C.

Bei Verwendung feiner Fasern wird das Festigkeitsniveau durch die Druckerhöhung gesamthaft erhöht. Der Einfluss der Formgebungstemperatur auf die Festigkeitssteigerung wird mit zunehmendem Formgebungsdruck abgeschwächt. So ändern sich die erreichten Zugfestigkeiten der unter 54 bar geformten Proben bei den Temperaturen 620 °C (139 MPa), 625 °C (142 MPa) und 630 °C (139 MPa) nur noch geringfügig. Bei einem Formgebungsdruck von 18bar beträgt die Steigerung der Festigkeit infolge der Temperaturerhöhung 39,7%. Bei 36 bar Formgebungsdruck beträgt die Steigerung hier 18,7% und bei 54 bar noch 13,7% (Tabelle 7.3).

Tabelle 7.3: Erreichbare Zugfestigkeiten der Proben aus feinen Fasern (F800) innerhalb der Versuchsreihen mit konstantem Formgebungsdruck

Unidirektionaler Schichtaufbau				
Fasertyp	Formgebungsdruck	R _{m_max}	T (R _{m_max})	max. Steigerung
F800	18bar	131,9 MPa	620 °C	39,69 %
F800	36bar	138,8 MPa	625 °C	18,67 %
F800	54bar	142,0 MPa	625 °C	13,71 %

Erfolgt der Vergleich der Versuchsreihen mit feinen Fasern untereinander, so kann die Zugfestigkeit gegenüber dem geringsten Werte von 94 MPa, bei einer Formgebungstemperatur von 605 °C und einem Formgebungsdruck von 18 bar, durch einen Formgebungsdruck von 54 bar mit der optimalen Formgebungstemperatur von 625 °C um +50% auf 142 MPa gesteigert werden. Die temperaturabhängige Festigkeitssteigerung kann mit der Zunahme der Flüssigphase erklärt werden, die sich zwischen den Fasern häufiger miteinander verbindet. Durch die Steigerung des Formgebungsdruckes können die Festigkeitswerte zusätzlich erhöht werden, wengleich auch unter erhöhtem Formgebungsdruck Reststrukturen der Aluminiumfasern vorhanden sind (Abbildung 7.19). Durch die Erhöhung des Formgebungsdruckes auf 54 bar steigt die mechanische Belastung in und zwischen den einzelnen Fasern, was zu einem häufigeren Aufbrechen der Oxidschicht führt. Dadurch kommt die Flüssigphase mit den Einzelfasern lokal häufiger in Kontakt und es sind in der Folge mehr Verbindungsstellen zwischen den Fasern erkennbar (vgl. Abbildung 7.19). Der größere Druck bewirkt aber auch eine größere geometrische Verzahnung der Fasern untereinander. Beide Mechanismen bewirken die Festigkeitssteigerung infolge der Druckerhöhung. Der Druck reicht allerdings nicht aus, um die Oxide großflächig aufzubrechen, sodass eine vergleichbare Festigkeit gegenüber einem konventionellen Aluminiummaterial (min. 200 MPa) erreicht wird. Die

vorhandenen durchgängigen Oxide haben auch hier großen Einfluss auf die erzielbaren Festigkeitswerte der Proben mit feinen Fasern.

Auch bei den Versuchen mit groben Fasern wurden die Festigkeiten durch die Drucksteigerung gesamthaft erhöht. Die maximale Zugfestigkeit wurde in allen Versuchsreihen bei einer Formgebungstemperatur von 620 °C erreicht. Mit zunehmendem Formgebungsdruck wird auch bei diesen Versuchen die Festigkeitssteigerung infolge des Temperatureinflusses gemindert. Betrug die Steigerung infolge der Temperaturerhöhung bei einem Formgebungsdruck von 18 bar noch 24,30 %, so sinkt diese bei 36 bar auf 21,66 % und bei 54 bar auf 15,79 % ab (Tabelle 7.4).

Tabelle 7.4: Erreichbare Zugfestigkeiten der Proben aus groben Fasern (G800) innerhalb der Versuchsreihen mit konstantem Formgebungsdruck

Unidirektionaler Schichtaufbau				
Fasertyp	Formgebungsdruck	R_{m,max}	T (R_{m,max})	max. Steigerung
G800	18 bar	126,2 MPa	620 °C	24,30 %
G800	36 bar	135,8 MPa	620 °C	21,66 %
G800	54 bar	137,5 MPa	620 °C	15,79 %

Im Vergleich der druckabhängigen Versuchsreihen kann die Festigkeit über die Druck- und Temperaturerhöhung von 101,5 MPa (18 bar/605 °C) auf 137 MPa (54 bar/620 °C) gesteigert werden. Dies entspricht einer Zunahme von +35,50 %.

In den einzelnen, druckabhängigen Versuchsreihen mit groben Fasern ist die Festigkeitssteigerung durch die Temperaturerhöhung geringer als in den Versuchsreihen mit feinen Fasern. Dies deutet auf eine größere Druckabhängigkeit der Festigkeit bei den Proben aus groben Fasern hin. In den Proben aus groben Fasern sind, nach der Formgebung, Reststrukturen der Aluminiumfasern vorhanden. Daher ist die Festigkeitssteigerung infolge der Drucksteigerung – wie bei den feinen Fasern – auch durch die zunehmende geometrische Verzahnung der Einzelfasern begründet. Der festigkeitssteigernde Einfluss der temperaturabhängigen Flüssigphasenanteile ist bei den groben Fasern größer als bei den feinen Fasern. Obwohl die groben Fasern den gleichen Flüssigphasenanteil wie die feinen Fasern aufweisen, ist die Flüssigphase in den Proben aus groben Fasern seltener durch die Oxidschichten getrennt. Bei groben Fasern liegen daher größere lokale Flüssigphasenmengen vor und es müssen weniger Oxidschichten durchbrochen werden, um alle Fasern miteinander zu verbinden. Nach dem Aufbrechen einer Oxidschicht kann eine größere Menge an Flüssigphase aus den Einzelfasern heraustreten, die sich zwischen den Fasern verteilt und dort erstarrt (vgl. Abbildung 7.20). Weiterhin kann die ausgetretene Flüssigphase die umliegenden Fasern umschließen und miteinander verkleben. Da die Fasern trotz Einbettung in erstarrter Flüssigphase durch Oxide voneinander getrennt sind, ist die mögliche Kraftübertragung geringer als beim direkten Stoffschluss der Fasern.

Die flüssige Phase kann sich entlang der Fasern ausbreiten und aus der Probe austreten. Das

entsprechende Material fehlt dann für die Verbindung der Fasern untereinander. Nach Überschreitung des Flüssigphasenanteils von 35 % (625 °C) nimmt der seitliche Schmelzaustritt bei konstantem Druck zu. In den korrespondierenden Schliffbildern für 630 °C (Abbildung 7.18) sind mittige Risse im Gefüge zu erkennen (Maaß et al., 2016, S. 233). Diese Spannungsrisse können auch durch die Aufrechterhaltung des Formgebungsdruckes während der Erstarrung nicht kompensiert werden.

Die ermittelten Festigkeiten sind unter Verwendung beider Fasertypen als gering einzustufen. Die maximal erzielbare Zugfestigkeit der Proben aus groben Fasern (G800) ist druckabhängig um $-4,3\%$ (18 bar), $-2,2\%$ (36 bar) und $-3,2\%$ (54 bar) geringer als bei den Versuchen mit feinen Fasern (F800). In einem Probenquerschnitt bestehend aus groben Fasern liegen weniger Einzelfasern vor als bei einem Vergleichsquerschnitt aus feinen Fasern. Die Fasern unterliegen geometrischen Schwankungen und können unter Belastung unterschiedlich schnell versagen. Das Versagen einer einzelnen groben Faser im Probenquerschnitt hat eine größere Reduzierung des tragenden Querschnitts zur Folge als in einer Probe aus feinen Fasern. Solange noch Reststrukturen nach der Formgebung vorliegen, werden die erzielbaren Festigkeiten der Proben aus groben Fasern geringer sein als bei den Proben aus feinen Fasern.

7.5 Segregation

Bei den bisherigen Versuchen wurde das flexible Einsatzmaterial großflächig in die Gravur eingelegt. Die Auswertung hat ergeben, dass nach der Formgebung Reststrukturen der Aluminiumfasern aufgrund der Oxidschichten vorhanden sind. Diese Oxidschichten müssen für einen Stoffschluss der Fasern untereinander aufgebrochen werden. Um die mechanische Belastung auf die Oxidschichten im Quetschspalt zu erhöhen, wurde ein potentieller Fließweg für das Material erzeugt. Dazu wurden die unidirektionalen Stacks schmaler zugeschnitten (Abbildung 7.22) und die Stackhöhe entsprechend erhöht, um das Einsatzvolumen konstant zu halten. Die Stackbreite quer zur Faser blieb mit 302 mm unverändert und ein Fließweg wurde nur in Faserausrichtung ermöglicht.

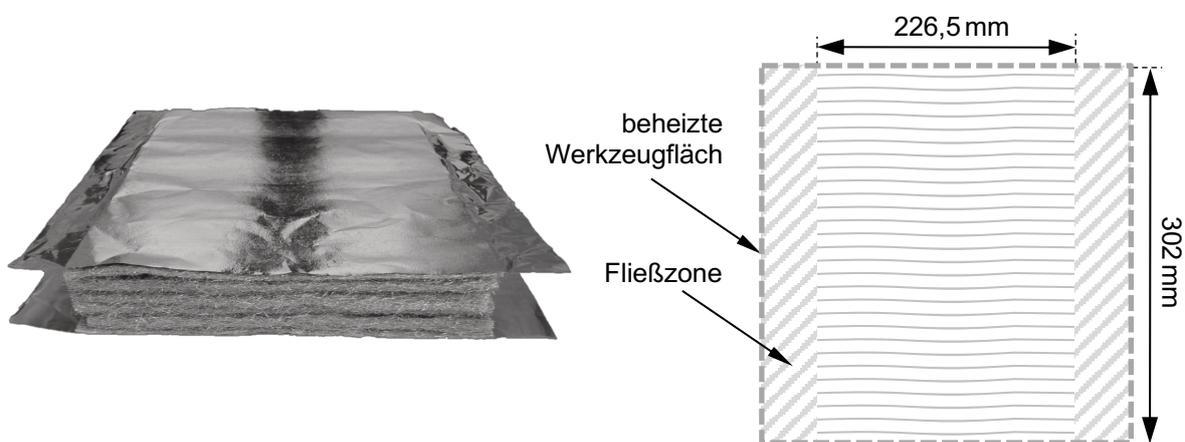


Abbildung 7.22: Versuchsstack für einen potentiellen Fließweg entlang der Faserrichtung

Weiterhin weisen die groben Fasern mehr agglomerierte Flüssigphase und einen geringeren Oxidanteil auf, weshalb für diese Versuche nur grobe Fasern verwendet wurden. Wie in den vorangegangenen Versuchen wurden sowohl die Formgebungstemperatur, als auch der Formgebungsdruck variiert. Die Auswertung erfolgte anhand verschiedener Zugproben. Die Ergebnisse werden den Versuchen mit groben Fasern ohne potentiellen Fließweg gegenübergestellt. Die Veränderungen sind in Abbildung 7.23 exemplarisch bei einem Formgebungsdruck von 54 bar dargestellt.

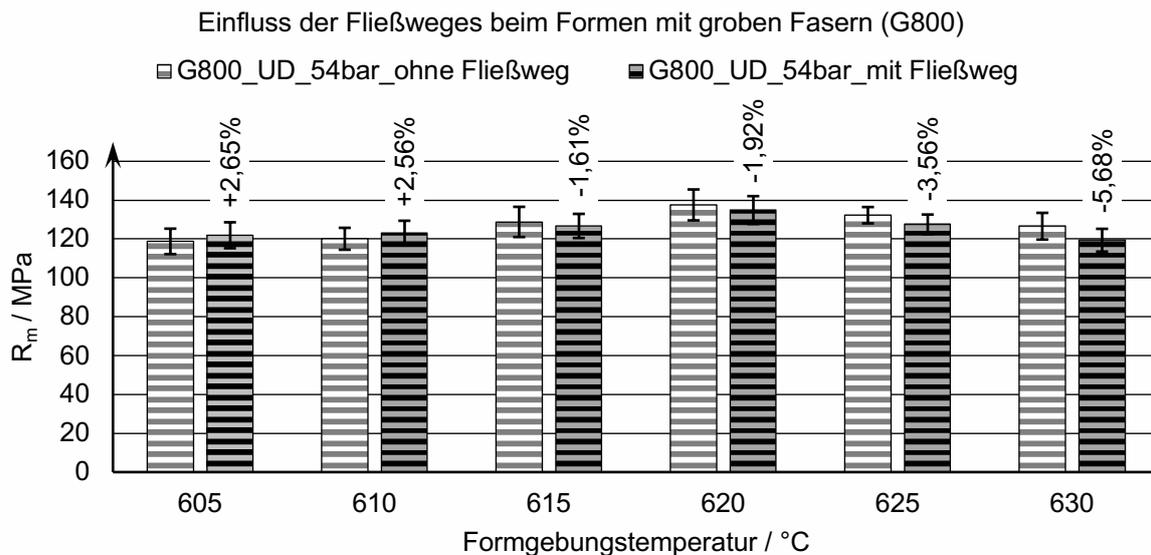


Abbildung 7.23: Vergleich der erreichten Zugfestigkeiten bei der teilflüssigen Formgebung von groben Fasern (G800) mit und ohne potentiellen Fließweg

Bei den jeweiligen Versuchsreihen (18 bar/36 bar/54 bar) werden im unteren Temperaturbereich (605 °C/610 °C) leichte Steigerungen der Festigkeit zwischen 2 - 3% durch den potentiellen Fließweg erzielt. Mit steigendem Flüssigphasenanteil ($T > 610$ °C) verschlechtern sich die Festigkeitswerte zunehmend. Es war festzustellen, dass sich die Proben während der Formgebung nicht wesentlich verbreitert haben (Ausgangsbreite 226,5 mm). Mit zunehmender Temperatur steigt lediglich der seitliche Schmelzaustritt an den Proben, der den Freiraum im Werkzeug aufgefüllt hat (Abbildung 7.24).

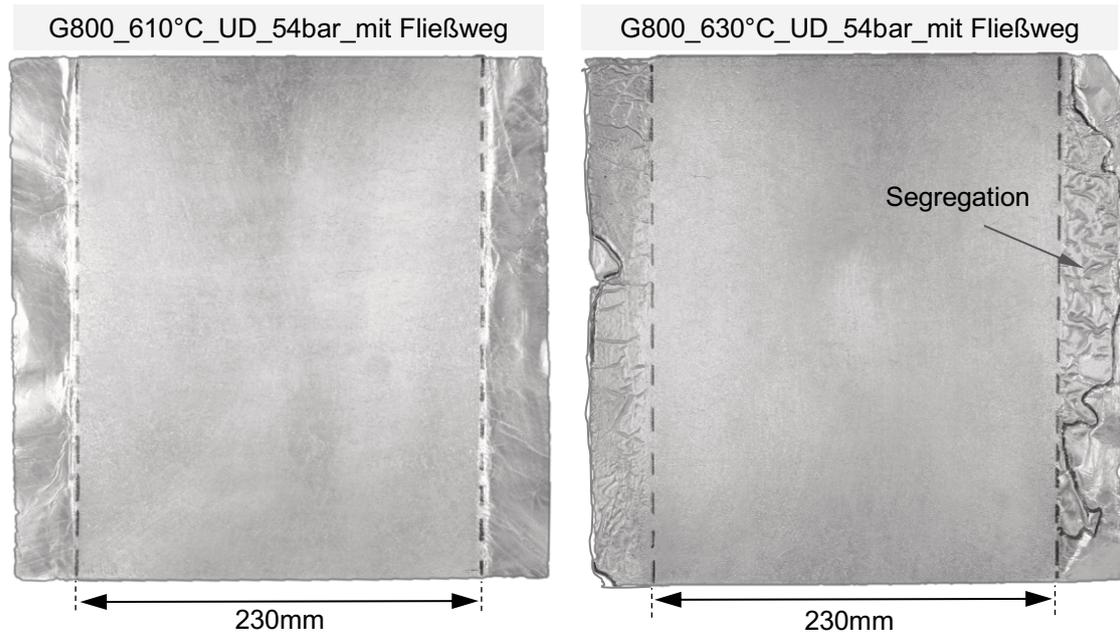


Abbildung 7.24: Geformte Proben aus groben Fasern (G800) mit unidirektionalem Schichtaufbau unter einem Umformdruck von 54 bar

Der Schmelzaustritt der einzelnen Proben wurde abgetrennt und gewogen. Die ermittelten Gewichte werden im Vergleich zur Gesamtmasse dargestellt und als Entmischungsgrad in Masseprozent angegeben (Abbildung 7.25). Im Weiteren werden die Ergebnisse mit den bereits vorausgegangenen Versuchsergebnissen mit groben Fasern verglichen.

Bei den Versuchen ohne Fließweg wurde eine Festigkeitssteigerung bis zu einer Temperatur von 620 °C erzielt (Abbildung 7.23). Oberhalb von 620 °C nimmt der Flüssigphasenanteil zu, wobei die reale Segregation gleichzeitig den Wert von 1 % (Abbildung 7.25) übersteigt und die Festigkeit dadurch abnimmt. Bei diesen Versuchen nimmt die Segregation zu, weil die Oxidschicht nicht aufgebrochen werden konnte.

Auch bei den Versuchen mit Fließweg erhöhen sich die Festigkeitswerte unterhalb der einprozentigen Entmischung zunächst leicht. Diese Steigerungen können auf die größere Umformung der Fasern zurückgeführt werden. Die Stacks mit Fließweg hatten eine größere Ausgangshöhe, um das Einsatzgewicht trotz der seitlichen Verschmälerung konstant zu halten. Durch die größere Verquetschung wird die mechanische Verzahnung der Fasern untereinander erhöht, was eine leichte Festigkeitssteigerung zur Folge hat. Nach Überschreitung des einprozentigen Entmischungsgrades fallen die Festigkeitswerte, vergleichbar mit den Versuchen ohne Fließweg, ab. Der kritische Entmischungsgrad ab dem der Festigkeitsverlust beginnt liegt damit bei ca. 1 %.

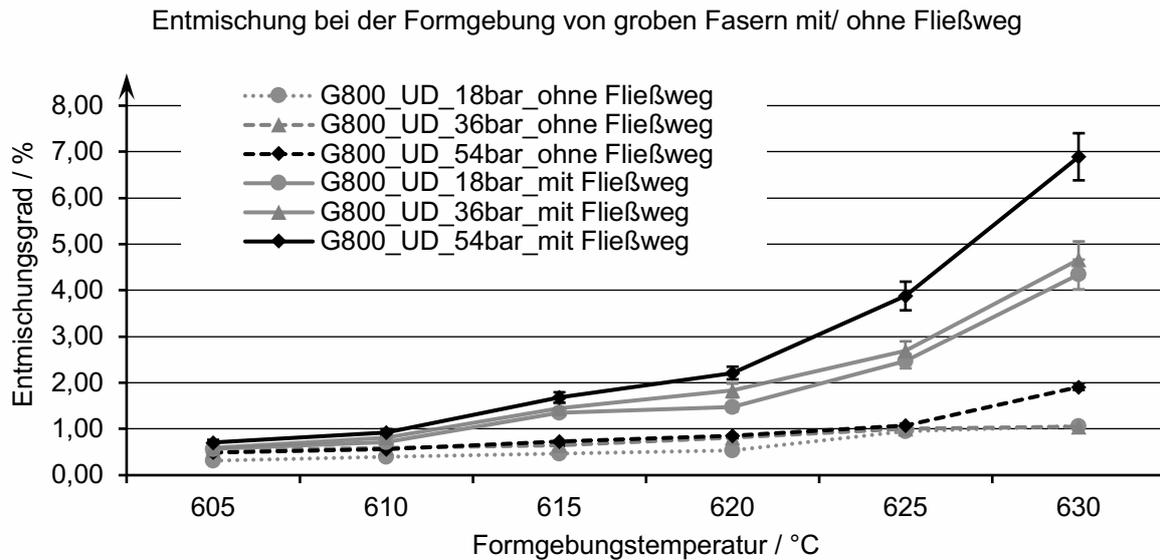


Abbildung 7.25: Temperatur- und druckabhängige Entmischungsgrade bei den Versuchen mit groben Fasern und unidirektionalem Schichtaufbau

Die REM-Aufnahmen zeigen auch hier Reststrukturen der Einzelfasern. Da bei Segregationserscheinungen auch Inhomogenitäten im Bauteil auftreten können, wurden die erzielten Festigkeiten der Lage der entnommenen Proben im Bauteil zugeordnet. Alle über die Breite des Bauteils entnommen Proben weisen eine ähnliche Zugfestigkeit auf. Lokal unterschiedliches Materialverhalten konnte damit nicht festgestellt werden. Die Flüssigphase tritt nach gleichmäßiger Verteilung zwischen den Fasern aufgrund des Druckes aus.

7.5.1 Analyse Schmelzaustritt

Für die Bewertung des Einflusses der ausgetretenen Schmelzphase wurde diese metallurgisch analysiert. Zur Elementbestimmung wurde ein Teil der jeweiligen Probe in Säure gelöst und anschließend mittels optische Emissionsspektrometrie (ICP-OES) analysiert (Weinberger, 2015).

Im Vergleich zur chemischen Zusammensetzung der groben Fasern gem. Tabelle 6.9 weist der Schmelzaustritt die 2-fache Menge an Eisen und 1,5-fache Menge an Magnesium auf. Dies beeinflusst die verbleibende Konzentration dieser Elemente im Bauteil. Die Anteile für Titan und Kupfer sind um das 10-fache geringer. Das hat gem. Abbildung 6.15 marginale Auswirkungen auf die Schmelztemperatur. Die restlichen Elemente im Schmelzaustritt entsprechen den Konzentrationen in den Fasern.

Tabelle 7.5: Elementgehalte der analysierten temperaturabhängigen Schmelzaustritte aus optischer Emissionsspektrometrie ICP-OES

Element	Einheit	605 °C	615 °C	620 °C	625 °C	630 °C
Si	[%]	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04
Fe	[%]	0,37	0,39	0,49	0,43	0,40
Cu	[%]	< 0,001	< 0,001	< 0,001	< 0,001	< 0,001
Mn	[%]	0,29	0,28	0,29	0,29	0,29
Mg	[%]	4,71	4,76	5,49	5,12	5,10
Cr	[%]	0,023	0,022	0,021	0,022	0,022
Ti	[%]	0,007	0,009	0,006	0,007	0,007
Zn	[%]	0,007	0,007	0,008	0,008	0,008
V	[%]	< 0,001	< 0,001	< 0,001	< 0,001	< 0,001
Al	[%]	Rest	Rest	Rest	Rest	Rest

Die Auswertung ergab, dass die sichtbare Segregation maximal 1 % betragen kann ohne eine Reduzierung der Festigkeitswerte zu verursachen. Unter der Akzeptanz einer einprozentigen Entmischung bei 620 °C würde im Bauteil der Magnesiumanteil von 3,50 % auf 3,48 % und der Eisenanteil von 0,18 % auf 0,178 % sinken. Bei 620 °C weist das Fasermaterial einen Flüssigphasenanteil von 26 % auf (vgl. Tabelle 7.1). In diesem Phasenbereich bewirkt eine Variation von 0,8 % Magnesiumanteil eine Schmelztemperaturveränderung von ca. 6,5 °C (vgl. Abbildung 6.15). Die Veränderung des Magnesiumanteils um 0,02 % während der einprozentigen Segregation hat damit eine Reduzierung der Schmelztemperatur des verbliebenen Materials im Bauteil von 0,17 °C zur Folge. Die Verarmung der Eisenanteile führt mit 0,03 °C zu einer noch geringeren Temperaturveränderung.

Die Schliffbilder des Schmelzaustrittes zeigen ein gussähnliches Gefüge mit Ausscheidungen. Die Globuliten sind in primärer α -Phase eingebettet (Abbildung 7.26).

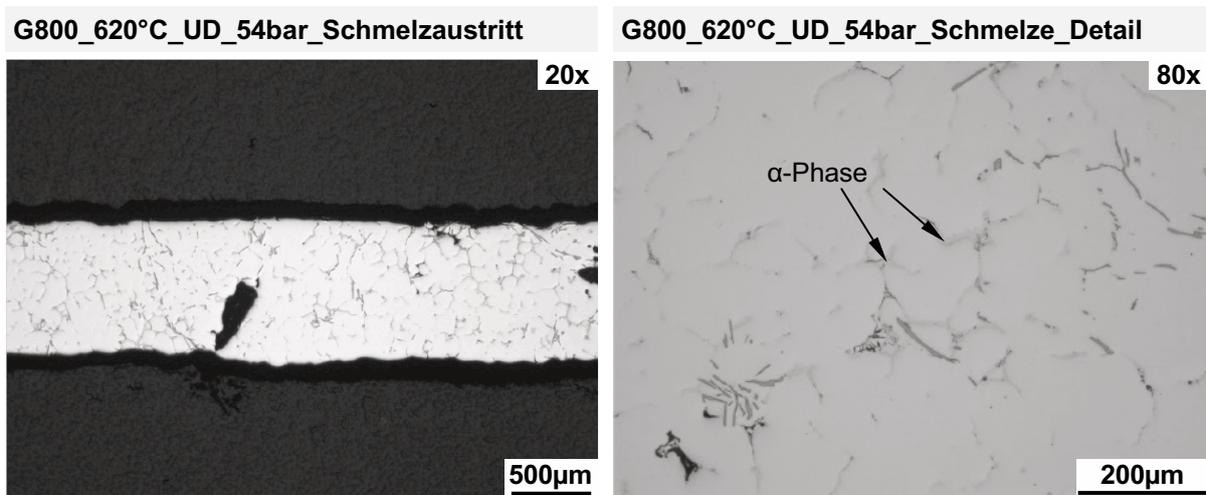


Abbildung 7.26: Schmelzaustritt der geformten Probe aus groben Fasern (G800) bei 620 °C

7.5.2 Diskussion

Im Zusammenhang mit der Beschreibung des thixotropen Verhaltens anhand diverser Parameter, hat UGGOWITZER bei der Untersuchung von verschiedenen Aluminium- und Magnesiumlegierungen festgestellt, dass ein thixotropes Verhalten erst ab einem Flüssigphasenanteil von 30% zu beobachten ist. Unterhalb dieses Flüssigphasenanteils ist das Festphasenskelett stark ausgeprägt, was sich in hohen Viskositätswerten widerspiegelt während die Flüssigphasen herausgepresst werden. (Uggowitzer, Gullo, Wahlen, 2000, S. 102) In der Literatur sind Fluide mit einem Quetschströmungsprofil durch eine asymmetrische Geschwindigkeitsverteilung über die Probenbreite charakterisiert (Gerlich, 1997, S. 41). Der Werkzeugstempel bewegt sich vertikal auf die feste Werkzeugmatrize zu (Abbildung 7.27). Im ausweichenden Material nehmen der Druckgradient und das Geschwindigkeitsprofil nach außen zu (vgl. Gleichung 2.7). Die Segregation wiederum tritt bei hohem Druckgradienten während der Formfüllung auf (Kiuchi, Kopp, 2002, S. 664).

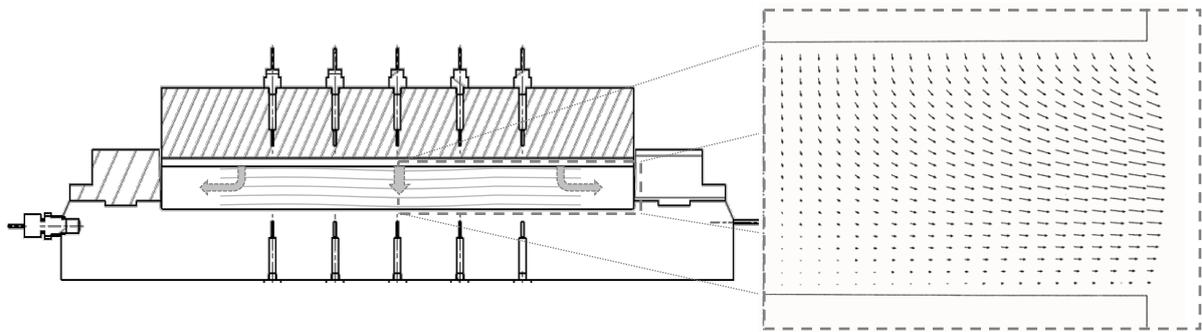


Abbildung 7.27: Quetschung des flexiblen Versuchsmaterials mit Fließweg im Werkzeugspalt

Die vorherrschenden Spannungen in der Probe sind Druckspannungen, die durch die vertikale Bewegung des Werkzeugs initiiert werden. Aufgrund der besonderen Form des Fasermaterials mit einer prozessbedingten Oxidhülle, steigt der Faserinnendruck mit zunehmendem Formgebungsdruck an. Durch Scherung wird die faserumgebende Oxidschicht punktuell aufgebrochen und die Flüssigphase kann aus den Einzelfasern entweichen. Diese Flüssigphase wird zunächst zur Füllung der vorhandenen Hohlräume im verdichtenden Material aufgebraucht (vgl. Kapitel 7.4.3). Dabei kann sich die Flüssigphase festigkeitssteigernd mit der Flüssigphase anderer Fasern verbinden oder andere Fasern einbetten. Überschüssiges, flüssiges Material wird – je nach vorherrschenden Druckverhältnissen – aus der Probe gedrückt und fehlt insbesondere während der Erstarrung für die Verbindung der Fasern untereinander. So entstehen ab einem Entmischungsgrad von mehr als 1% Warmrisse während der Formgebung und Kontraktionsrisse während der Abkühlung, welche in den entsprechenden Schliffbildern zu sehen sind (vgl. Abbildung 7.18 bei 630 °C). Bei den Versuchen ohne Fließweg wurde dieses Verhalten zunächst nicht in diesem Ausmaß festgestellt, da die Gravur bereits bis zum Rand

mit dem flexiblen Material ausgelegt wurde. Somit konnte die Flüssigphase aufgrund der Dichtigkeit der Gravur in den Proben gehalten werden. Entscheidend ist weiterhin die mangelnde Verbindung der Fasern untereinander, die zu den vergleichsweise schlechten mechanischen Werten führt und durch ausgepresste Flüssigphase begünstigt wird. Dies begründet auch die große Variation der gemessenen Festigkeitswerte. Weiterhin können dadurch Seigerungen im Werkstück entstehen, die zu Inhomogenitäten im Bauteil führen können.

Der gemessene Druckverlauf während der Formgebung zeigt kein lineares Fließverhalten. Der starke Druckabfall nach Spannungsinduzierung (Abbildung 7.21) lässt ein Abgleiten der Körner vermuten. Allerdings ist dieses Verhalten nicht mit der beobachteten Phasenseparation konform. Ein Verhaken von Körnern von benachbarten Fasern kann nicht zu Stande kommen, da die vorhandenen Oxidschichten dies verhindern. Gleichzeitig wird die Fließfähigkeit der gesamten Probe durch jene Oxidschichten behindert, die regelmäßige Barrieren im Material darstellen. In Verbindung mit den gemessenen Viskositätswerten im Rheometer spricht dies zunächst für ein thixotropes Verhalten. Gegen ein thixotropes Verhalten spricht allerdings das mangelnde Fließverhalten. Die starke Segregation deutet auf ein mushy-state Verhalten hin, welches teilflüssige Stoffe mit schlechtem Fließverhalten aufweisen (Maaß et al., 2016, S. 238). Auch zeigt das Bauteil keine lokal unterschiedlichen Festigkeitswerte, was für das gesamthafte, schlechte Fließverhalten des Werkstoffs und für das mushy-state Verhalten sprechen. Das mangelhafte Fließverhalten ist hier auf die eingeschränkte Fließfähigkeit der Suspension durch die eingrenzenden Oxidschichten zurückzuführen.

Die Nutzung der Temperatur als Steuerungsgröße für die Phasenanteile ist nur dann prozesssicher, wenn die Legierungszusammensetzung des Bauteils und der Rheologieprobe identisch ist. Insbesondere bei kleineren Losgrößen werden verschiedene Chargen an Ausgangsmaterial verwendet, die sich aufgrund des Herstellungsprozesses der Lieferanten unterscheiden können. Bei temperaturempfindlichen Werkstoffen kann die Legierungszusammensetzung zu starken Abweichungen der Phasenanteile führen. Die Entmischungen verändern die Legierungszusammensetzung des Werkstückes ebenfalls. Diese entmischungsbedingten Veränderungen haben aber keinen Einfluss auf die Prozessführung, da die Verarmung erst nach Überführung in den teilflüssigen Zustand, nämlich während der Formgebung entsteht. Der Verlust an Flüssigphase hat eine wesentlich größere Bedeutung, da diese für die Verbindung zwischen Fasern fehlt.

Können die Oxidschichten auf den Fasern nicht durch eine geeignete Prozessführung aufgebrochen werden, so sollte das Einsatzmaterial bereits großflächig in der Werkzeuggravur ausgelegt werden, um eine Segregation räumlich einzugrenzen und die Flüssigphase im Material zu halten. Allerdings wird dadurch die Realisierung komplexer geometrischer Formen, als allgemeinen Vorteil der semi-solid Verfahren, stark eingeschränkt.

7.6 Anisotropie

Die Analysen der Bruchflächen der Zugproben mittels REM zeigen, dass die einzelnen Aluminiumfasern nach der Formgebung nicht vollständig miteinander verbunden sind. Dies hat zur Folge, dass die in den Proben eingeleiteten Kräfte nicht gleichmäßig über den Probenquerschnitt verteilt werden und die Fasern – aufgrund des fehlenden Stoffschlusses untereinander – lokal unabhängig voneinander versagen (Maaß et al., 2016, S. 235). Aus den Versuchsplatten mit unidirektionalem Schichtaufbau wurden Flachzugproben nach DIN ISO 50125 unter Berücksichtigung der Faserausrichtung geschnitten.

Die Versuchsplatten aus feinen Fasern (F800) und unidirektionalem Schichtaufbau wurden unter einem Formgebungsdruck von 54 bar gefertigt. Hier konnte die größte Zugfestigkeit (142 MPa) bei einer Formgebungstemperatur von 625 °C und einem Belastungswinkel von 0° zur Faserrichtung erreicht werden (Maaß, et al., 2016, S. 233). Mit zunehmendem Belastungswinkel sinken die Festigkeitswerte in allen Einzelversuchsreihen. Der größte Festigkeitsabfall zeigt sich bei der Zunahme des Belastungswinkels von 0° auf 15° (Abbildung 7.28).

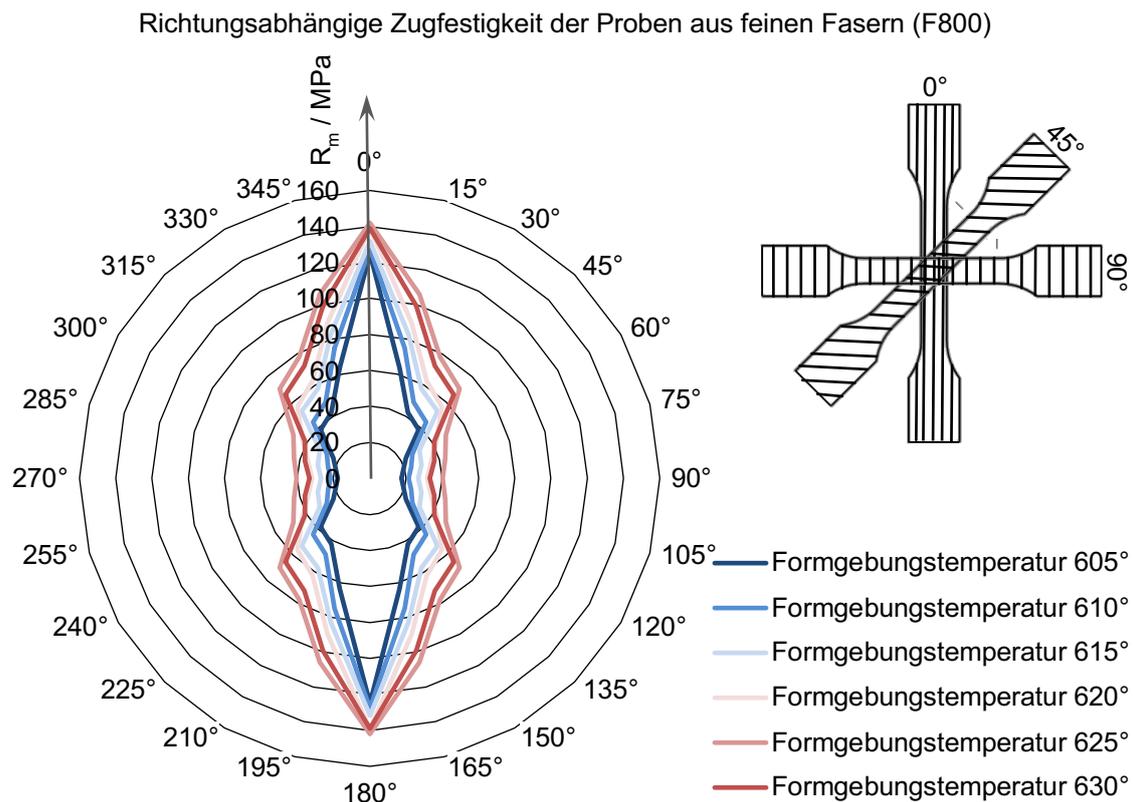


Abbildung 7.28: Polardiagramm mit den temperaturabhängigen Zugfestigkeiten der Proben aus feinen Fasern (F800) und unidirektionalem Schichtaufbau

Zusätzlich wurde die relative Änderung der Festigkeit in Abhängigkeit der Formgebungstemperatur in den einzelnen Versuchsreihen mit konstantem Belastungswinkel ausgewertet. Die größten Festigkeitssteigerungen (110% - 130%) wurden in den Versuchsreihen mit den Belastungswinkeln 90°, 75°, 60° bis zu einer Temperatur von 625 °C erreicht. Bei kleineren

Belastungswinkeln liegen die Festigkeitswerte bereits bei geringeren Formgebungstemperaturen auf höherem Niveau und eine weitere Festigkeitssteigerung durch eine Temperaturerhöhung geringer (vgl. Tabelle 7.6).

Tabelle 7.6: Steigerung der Zugfestigkeiten in den Einzelversuchsreihen mit feinen Fasern (F800) und konstantem Belastungswinkel

Belastungsrichtung	Formgebungstemperatur					
	605 °C	610 °C	615 °C	620 °C	625 °C	630 °C
F800_UD_0°	+/- 0 %	+2,23 %	+5,56 %	+11,51 %	+13,71 %	+11,30 %
F800_UD_15°	+/- 0 %	+17,79 %	+29,75 %	+40,55 %	+66,36 %	+55,78 %
F800_UD_30°	+/- 0 %	+15,80 %	+36,05 %	+48,93 %	+84,83 %	+71,44 %
F800_UD_45°	+/- 0 %	+15,17 %	+38,43 %	+47,06 %	+83,33 %	+71,59 %
F800_UD_60°	+/- 0 %	+18,96 %	+37,28 %	+85,70 %	+111,85 %	+79,95 %
F800_UD_75°	+/- 0 %	+22,60 %	+54,10 %	+82,94 %	+124,37 %	+92,80 %
F800_UD_90°	+/- 0 %	+23,50 %	+53,27 %	+81,30 %	+131,01 %	+90,72 %

Analog zu den Untersuchungen mit feinen Fasern wurden hier Versuchsplatten aus groben Fasern (G800) mit unidirektionalem Schichtaufbau verwendet. Bei diesen Versuchen konnte die höchste Zugfestigkeit (138 MPa) bei einer Formgebungstemperatur von 620 °C und einem Belastungswinkel von 0° zur Faserrichtung erreicht werden. In allen Einzelversuchsreihen sinken die erreichbaren Festigkeitswerte mit zunehmendem Winkel (Abbildung 7.29).

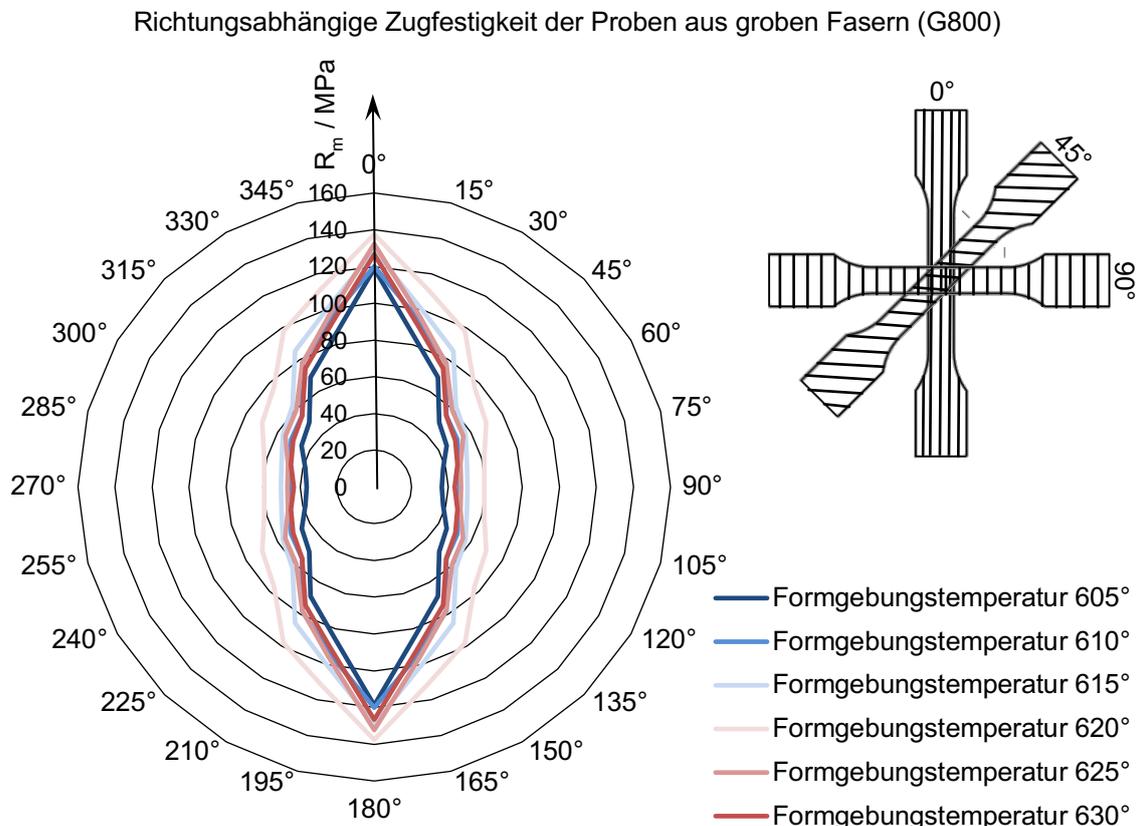


Abbildung 7.29: Polardiagramm mit den temperaturabhängigen Zugfestigkeiten der Proben aus groben Fasern (G800) und unidirektionalem Schichtaufbau

Die richtungsabhängigen Steigerungen der Festigkeiten betragen, ausgehend von 605 °C, bei der optimalen Temperatur von 620 °C zwischen 15 % - 63 % (vgl. Tabelle 7.7).

Tabelle 7.7: Steigerung der Zugfestigkeiten in den Einzelversuchsreihen mit groben Fasern (G800) und konstanter Belastungsrichtung

Belastungsrichtung	Formgebungstemperatur					
	605 °C	610 °C	615 °C	620 °C	625 °C	630 °C
G800_UD_0°	+/- 0 %	+1,13 %	+8,43 %	+15,79 %	+11,35 %	+6,57 %
G800_UD_15°	+/- 0 %	+11,42 %	+18,78 %	+32,40 %	+13,96 %	+8,01 %
G800_UD_30°	+/- 0 %	+12,91 %	+24,23 %	+42,16 %	+12,69 %	+8,05 %
G800_UD_45°	+/- 0 %	+10,38 %	+25,37 %	+53,77 %	+19,35 %	+10,70 %
G800_UD_60°	+/- 0 %	+14,74 %	+26,06 %	+54,48 %	+22,90 %	+11,71 %
G800_UD_75°	+/- 0 %	+23,35 %	+34,71 %	+60,77 %	+25,78 %	+21,34 %
G800_UD_90°	+/- 0 %	+26,22 %	+38,49 %	+63,49 %	+28,98 %	+19,51 %

Damit resultiert aus den Untersuchungen eine Richtungsabhängigkeit der Zugfestigkeit, welche sich analog zu klassischen Faserverbundwerkstoffen verhält (Maaß et al., 2016, S. 234).

❖ Diskussion

Die untereinander nicht verbundenen Fasern entsprechend in diesem Zustand dem Urformprozess „Herstellung von Faserplatten“ gem. DIN 8580 und führen zu anisotropem Werkstoffverhalten.

Die erstarrte Flüssigphase zwischen den Einzelfasern gewinnt als Matrixmaterial für die Kraftübertragung bei der Zunahme des Belastungswinkels an Bedeutung. Bei einer Belastungsrichtung von 90° zur Faserrichtung wird nur noch die erstarrte Flüssigphase zwischen den Reststrukturen belastet. Die Flüssigphase hat eine ähnliche Legierungszusammensetzung wie das aus Fest- und Flüssigphase bestehende Fasermaterial (vgl. Abbildung 7.5). Damit weist die separierte Flüssigphase eine vergleichbare Festigkeit zu den Fasern auf. Bei einer Formgebungstemperatur von 625 °C (feine Fasern) und 620 °C (grobe Fasern) liegt die größte Menge an Flüssigphase zwischen den Reststrukturen vor. Bei höheren Formgebungstemperaturen steigt die Segregation. Die entsprechende Menge an Flüssigphase zwischen den Fasern nimmt ab und fehlt somit für die Kraftübertragung. Auch wenn die relativen Festigkeitssteigerungen innerhalb der Versuchsreihen hoch ausfallen, sind die Festigkeitswerte gegenüber konventionellen Aluminiumlegierungen als gering einzustufen. Dies wird dadurch begründet, dass die potentielle Festigkeit der erstarrten Flüssigphase nicht ausreichend genutzt werden kann. Die Flüssigphase hat sich um die Reststrukturen gelegt und wird durch die verbliebenen Oxidschichten getrennt. Die REM-Aufnahmen konnten nicht belegen, ob die Flüssigphase auch gleichmäßig zwischen Faserreststrukturen verteilt ist und die Reststrukturen gesamthaft einbettet werden. Die Verteilung der Flüssigphase wird durch lokale Druckbedingungen im

Material beeinflusst. Bereiche ohne Flüssigphase zwischen den Reststrukturen führen zu lokal unterschiedlichen Verformungsverhalten unter Belastung.

Je geringer der Belastungswinkel, desto geringer ist der tragende Anteil der Flüssigphase zwischen den Einzelfasern, wodurch die Belastung der Einzelfasern zunimmt. Bei 0° entspricht die Belastungsrichtung der Faserrichtung im Material und die Fasern erfahren theoretisch eine reine Zugbelastung. Aufgrund der herstellungsbedingten Ondulation (vgl. Kapitel 6.1.1) werden die Fasern auch im Idealfall bei einer 0° -Belastung einer anteiligen Schubbelastung ausgesetzt. Damit kann die maximale Festigkeit der Fasern nicht genutzt werden. Zumal die Fasern zusätzlich auch geometrischen Schwankungen unterliegen, was wiederum zu lokal unterschiedlich schnellen Versagensmechanismen führen kann.

Die Festigkeitssteigerungen innerhalb der Versuchsreihen mit groben Fasern sind geringer als bei den Versuchen mit feinen Fasern (F800). Die größere Menge erstarrter Flüssigphase mit isotropen Eigenschaften zwischen den groben Fasern führt bereits bei großen Belastungswinkeln zu höheren Festigkeitswerten. Bei den Belastungswinkeln 90° , 75° , 60° sind die erzielten Festigkeitswerte der Proben aus groben Fasern (G800) bis zu einer Formgebungstemperatur von 620°C doppelt so hoch verglichen mit denen aus feinen Fasern (F800). Ab einem Winkel unter 45° steigen die Festigkeitswerte bei beiden Fasertypen deutlich an und erreichen vergleichbare Festigkeitswerte. Die Versuchsteile aus beiden Fasertypen weisen somit anisotrope Eigenschaften auf, die nicht auf scherinduzierte Strukturänderungen (vgl. Seite 83) sondern auf Faserreststrukturen zurückzuführen sind, die das Werkstoffverhalten dominieren. Wenngleich die Proben aus feinen Fasern die höchsten Zugfestigkeiten in Faserrichtung aufweisen, ist die Richtungsabhängigkeit bei den Proben aus groben Fasern aus den genannten Gründen geringer.

Ein anisotropes Verhalten kann auch bei konventionellem stranggepressten Ausgangsmaterial festgestellt werden. Dabei ist die Flüssigphase ungünstig zwischen langgestreckten Primärkristallen verteilt und führt nicht zur gewünschten Fließfähigkeit bzw. Umformbarkeit. Die langgestreckten Primärkristalle führen bereits im Ausgangsgefüge zu einem anisotropen Werkstoff. (Leiber, 2003, S. 51ff.)

7.7 Schutzatmosphäre

Neben dem Aufbrechen stellt auch die Vermeidung der Oxide eine Möglichkeit dar, um die Fasern im teilflüssigen Zustand miteinander zu verbinden. Im Anlieferungszustand konnten keine durchgängigen Oxidschichten auf den Fasern nachgewiesen werden. Ohne Schutzatmosphäre nimmt die Oxidschichtdicke durch prozessbedingte Oxidation während der Erwärmung zu. Um den Einfluss der prozessbedingten Oxide auf den Fasern für die teilflüssige Formung bewerten zu können, wurden Versuche unter Schutzgasatmosphäre durchgeführt.

Dazu wurde das Werkzeug gekapselt und mit dem inerten Edelgas Argon (Reinheit 99,999%) geflutet. Die Überwachung des Sauerstoffgehalts während der Formgebung wurde mit dem Messgerät Rosemount XStream X2GP mit paramagnetischem Detektor durchgeführt. Der Restsauerstoffgehalt während der Versuche beträgt zwischen 0,03 vol.-% und 0,05 vol.-%. (Maaß, et al. 2016, S. 233)

Die Festigkeiten der Proben konnten im Temperaturbereich von 620°C - 625°C unter Verwendung des Schutzgases Argon um 10% (F800) (Maaß et al., 2016, S. 237) bzw. 12% (G800) gesteigert werden. Nach Überschreitung der optimalen Temperatur von 620°C (G800) bzw. 625°C (F800) werden die erreichbaren Festigkeiten, auch unter Verwendung einer Schutzgasatmosphäre, reduziert (Abbildung 7.30).

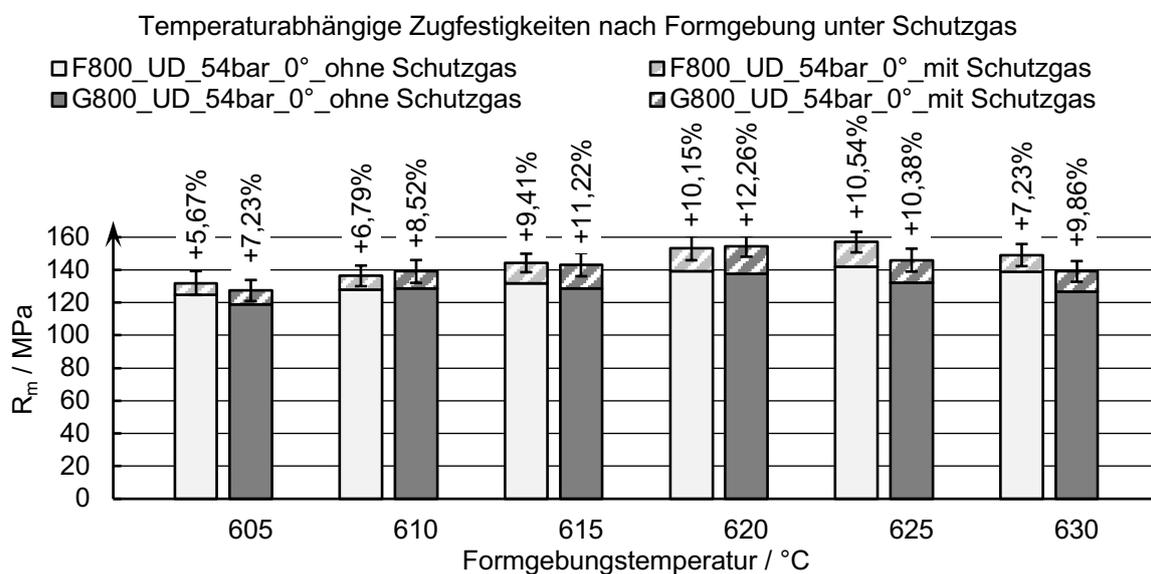
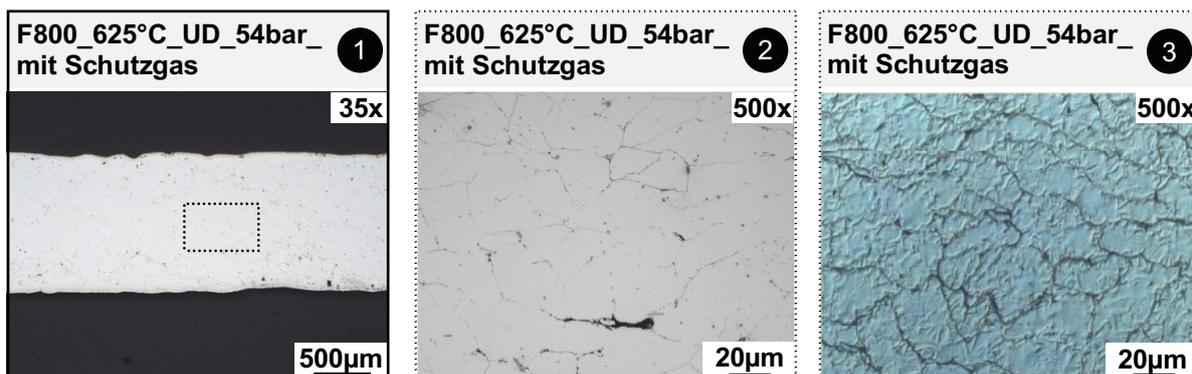


Abbildung 7.30: Temperaturabhängige Festigkeitssteigerung durch Verwendung einer Schutzgasatmosphäre bei einem Formgebungsdruck von 54 bar

In Abbildung 7.31 zeigen die Einzelbilder ① bis ⑥ Proben aus feinen Fasern (F800) und die Einzelbilder ⑦ bis ⑫ Proben aus groben Fasern (G800). Die unter Schutzgas geformten Proben sind in ① bis ③ und ⑦ bis ⑨ dargestellt. Die Abbildungen ④ bis ⑥ sowie ⑩ bis ⑫ zeigen die Proben ohne Schutzgasfertigung.



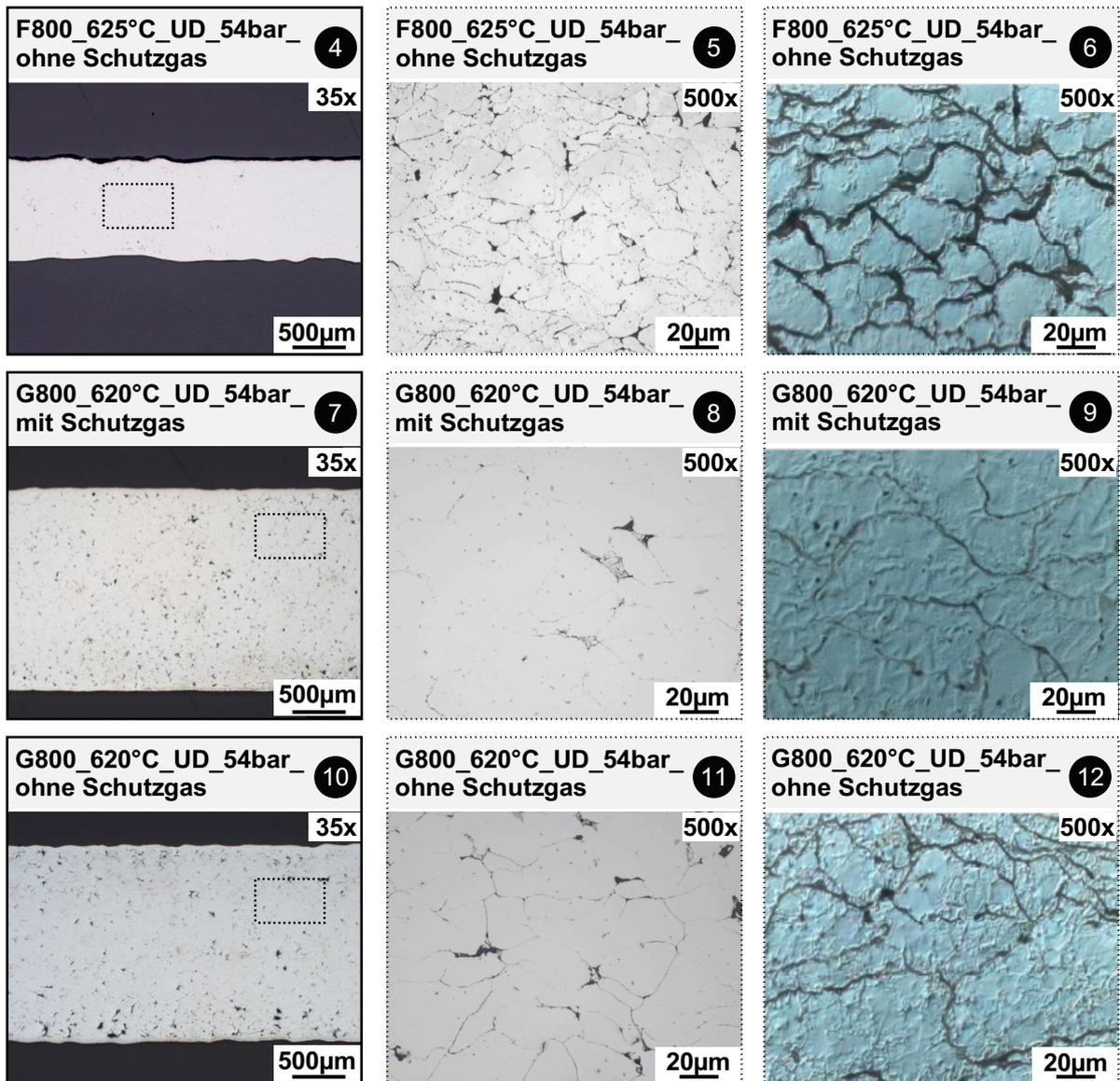


Abbildung 7.31: Gefügebilder und Reliefpolituren von Proben, die mit und ohne Schutzgas geformt wurden (Maaß et al. 2016, S. 239)

Alle analysierten Proben weisen Porosität auf. Weiterhin sind in allen Detailaufnahmen Faserreststrukturen sichtbar. Im Vergleich der faserspezifischen Bilder ② mit ⑤ sowie ⑧ mit ⑪ weisen die Proben unter Fertigung mit einer Schutzgasatmosphäre schmalere Trennfugen (schwarz) zwischen den Fasern auf. Diese Trennfugen werden durch die vorhandenen Oxidschichten auf den Fasern hervorgerufen. In den mit Natriumhydroxid geätzten Proben sind die Trennfugen deutlicher erkennbar. Unter Schutzgasfertigung sind die Fugen von feinen und groben Fasern etwa gleich dick ausgeprägt (Bildvergleich ③ und ⑨). Wurden die Proben ohne Schutzgas gefertigt, nimmt die Fugenbreite bei beiden Fasertypen zu. Bei den feinen Fasern ist der Zuwachs deutlicher zu erkennen.

❖ Diskussion

Bei der Präparation der Reliefpolituren wird die vorhandene Oxidschicht zwischen den gepressten Fasern mit Hilfe von Natriumhydroxid aufgelöst und an den Stellen der oxidierten Oberflächen der Aluminiumfasern entstehen Fugen. Durch das Einwirken der Lauge werden allerdings auch die Kanten an den Reststrukturen zeitabhängig angegriffen und abgetragen, sodass die eingestellte Fugenbreite nicht der tatsächlichen Oxidschichtdicke entsprechen muss. Bei konstanter Ätzungsdauer kann die Fugenbreite jedoch für den qualitativen Vergleich herangezogen werden.

Unter Schutzgasfertigung weisen feine (F800) und grobe (G800) Fasern eine ähnliche Fugenbreite auf. Dies ist konform mit der Bildung der natürlichen Oxidschicht auf den Fasern, die sehr dünn und faserspezifisch nicht zu unterscheiden ist. Ohne eine Schutzgasatmosphäre während der Fertigung nimmt die Fugenbreite bei beiden Fasertypen zu. Bei den feinen Fasern ist die Ausprägung deutlicher, da auf den feinen Fasern (F800) eine dickere Oxidschicht vorhanden ist (vgl. Tabelle 6.7). Durch die Verwendung einer Schutzgasatmosphäre während der Formgebung können prozessbedingte Oxide und somit das Wachstum der Oxidschicht vermieden werden. Die geätzten Schliffbilder bestätigen damit zugleich, dass eine natürliche Oxidschicht auf den Fasern vorhanden ist, die durch TEM zunächst nicht nachgewiesen werden konnte (vgl. Kapitel 6.2.1). Die geätzten Schlitze zeigen, dass diese dünnen natürlichen Schichten unter Verwendung einer Schutzgasatmosphäre häufiger unterbrochen werden konnten. An den Durchbrüchen konnte sich die Flüssigphase der einzelnen Fasern miteinander verbinden. Dadurch wurde die Festigkeit infolge zusätzlicher partieller Verbindungen von Fasern gesteigert. (Maaß et al., 2016, S. 237) Die Steigerung ist bei Proben aus groben Fasern um etwa 2% höher als bei feinen Fasern. Dies ist, wie bereits dargelegt, auf den größeren Einfluss der lokalen, verfügbaren Flüssigphasenmenge zurückzuführen. Beide Fasertypen weisen nach der Formgebung ohne Schutzgas durchgehende, dickere Oxidschichten auf. Die angewachsene Oxidschicht kann bei beiden Fasern nicht so häufig durchbrochen werden.

Die vorhandenen Oxidtypen haben aufgrund der Ionenbindung hohe Schmelzpunkte ($T_{S_Al_2O_3} = 2054\text{ °C}$; $T_{S_MgO} = 2825\text{ °C}$) (Lide, 2008, S. 4 - 45ff.) und verhalten sich gegenüber chemischen Reaktionen inert (Riedel et al., 2007, S. 480). Die Oxide wirken damit als Trennmittel zwischen den einzelnen Fasern und bedingen die fehlende Verbindung der Fasern untereinander. Um einen regelmäßigen Stoffschluss der Fasern untereinander zu generieren, muss die durchgängige Oxidschicht global aufgebrochen werden. Dies konnte auch unter Schutzgas nur sporadisch realisiert werden (Maaß et al., 2016, S. 235). Damit verhindern bereits die natürlichen Oxidschichten die Verbindung der Fasern untereinander. Mit zunehmender Oxidschichtdicke wird die Verbindung der Fasern unter einer vertikalen Druckbelastung immer schwieriger und unwahrscheinlicher.

7.8 Wärmebehandlung

Das binäre Aluminium-Magnesium-Legierungssystem weist eine eutektische Temperatur $T_E = 450^\circ\text{C}$ auf. Bei der eutektischen Zusammensetzung können 35 vol.-% (37,34 at.-%) des Hauptlegierungselements Magnesium gelöst werden. Im festen Zustand hingegen sinkt die maximale Löslichkeit auf 14,9 vol.-% (16,26 at.-%). Beim Abkühlen scheiden sich aufgrund lokaler Konzentrationsunterschiede auch bei untereutektischer Zusammensetzung intermetallische Phasen aus. Diese sehr wenigen Phasen haben einen kaum merkbaren Einfluss auf die Festigkeit (Hatch, 1984, S. 27). Wärmebehandlungen führen in der 5xxx Aluminiumgruppe zu keiner merklichen Verbesserung der mechanischen Eigenschaften und sind daher ökonomisch nicht sinnvoll.

Die ungünstig verteilten Oxide entlang der Faseroberfläche verhindern die Verbindung der Fasern untereinander auch bei Formgebungstemperaturen mit hohem Flüssigphasenanteil. Daher wurde untersucht, inwiefern die Oxide durch eine zusätzliche Wärmebehandlung im Gefüge besser verteilt werden können. Wärmebehandlungen sind bei Thixobauteilen aus der Legierung AlMgSi1 bekannt (Leiber, 2003, S. 22). Diese Legierung weist im Anlieferungszustand – vor der Formgebung und Wärmebehandlung – eine Festigkeit von 195 MPa auf (Leiber, 2003, S. 48). Da für diese Aluminiumgruppe keine gezielten Wärmebehandlungen existieren, wurde sich an den Wärmebehandlungen der 6xxx Gruppe orientiert. Die Zustände der Versuche können gem. DIN EN 515 eingeordnet werden. Der in Tabelle 7.8 beschriebene Zustand T1 stellt alle Proben ohne zusätzliche Wärmebehandlungsschritte dar.

Tabelle 7.8: Wärmebehandlungsschritte gem. DIN EN 515 unter Berücksichtigung der legierungsspezifischen Temperaturen

Zustand	Behandlung
T1	Warmumgeformt ($T=570^\circ\text{C}$) + abgeschreckt ($T=50^\circ\text{C}$) + kaltausgelagert ($T=25^\circ\text{C}$)
T5	Warmumgeformt ($T=570^\circ\text{C}$) + abgeschreckt ($T=50^\circ\text{C}$) + warmausgelagert ($T=155^\circ\text{C}$)
T6	Warmumgeformt ($T=570^\circ\text{C}$) + abgeschreckt ($T=50^\circ\text{C}$) + lösungsgeglüht ($T=525^\circ\text{C}$) + abgeschreckt ($T=50^\circ\text{C}$) + warmausgelagert ($T=155^\circ\text{C}$)

Die Versuche wurden mit Probekörpern aus feinen Fasern durchgeführt. Die Proben haben einen unidirektionalen Schichtaufbau und wurden sowohl mit als auch ohne Schutzgasatmosphäre (SG) geformt. Die Bauteile einer Versuchsreihe wurden nach der Formgebung bei 570°C entformt und zusätzlich warmausgelagert (155°C für 10 h/20 h) bzw. lösungsgeglüht (525°C für 6 h) und warmausgelagert (155°C für 10 h/20 h). Die Angabe „Schutzgas während der Formung“ bezieht sich auf die Formgebung im teilflüssigen Zustand. Die zusätzlichen Wärmebehandlungen im Anschluss an die teilflüssige Formgebung finden ausschließlich unter Verwendung einer Schutzgasatmosphäre statt. Die Schutzgasatmosphäre während der Wärmebehandlung wird nicht explizit angegeben.

Die Wärmebehandlungen an den ohne Schutzgas geformten Proben führen zu einer kleinen Festigkeitssteigerung (Abbildung 7.32). Durch die Warmauslagerung bei 155 °C für 10 h kann die Festigkeit um maximal +2,1 % gegenüber den unbehandelten Proben gesteigert werden (Probe 625 °C). Durch die Verlängerung der Auslagerungszeit auf 20 h wird die Steigerung auf +2,5 % erhöht. Das Lösungsglühen als ersten Wärmebehandlungsschritt lässt die Festigkeitswerte um -11,5 % sinken. Eine anschließende Warmauslagerung kann diese Werte um +1,1 % (10 h) bzw. +1,8 % (20 h) erhöhen, aber den hohen Festigkeitsverlust durch das Lösungsglühen nicht kompensieren.

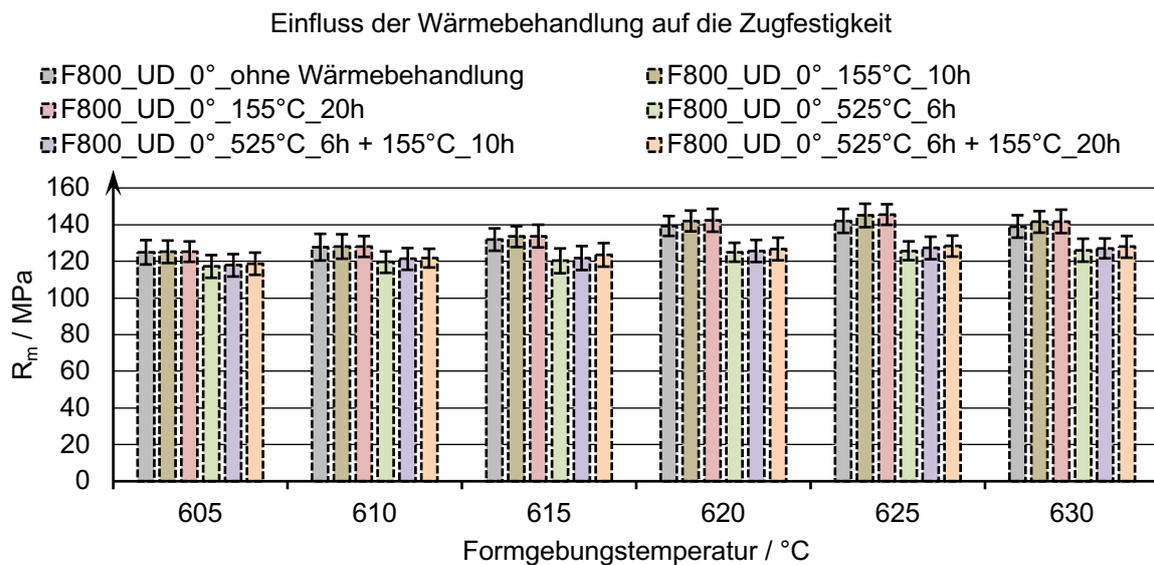


Abbildung 7.32: Einfluss der Wärmebehandlung auf die Zugfestigkeit der Proben aus feinen Fasern, die ohne Schutzgasatmosphäre geformt wurden

Auch die unter Schutzgas hergestellten Proben zeigen geringe Festigkeitssteigerungen infolge einer zusätzlichen Wärmebehandlung (Abbildung 7.33). Durch eine ausschließliche Warmauslagerung bei 155 °C kann die Festigkeit über eine Auslagerungszeit von 10 h um +3,6 % und von 20 h um +3,9 % gesteigert werden (Probe 625 °C). Werden die Proben zunächst bei 525 °C für 6 h lösungsgelüht, so sinken die Festigkeiten auch hier deutlich ab. Der Festigkeitsverlust beträgt dabei maximal -8,7 % und ist damit etwas geringer als bei den Proben ohne Schutzgasformung. Dieser Festigkeitsverlust kann durch die zusätzliche Warmauslagerung nur um +1,9 % (10 h) bzw. +2,1 % (20 h) ausgeglichen werden.

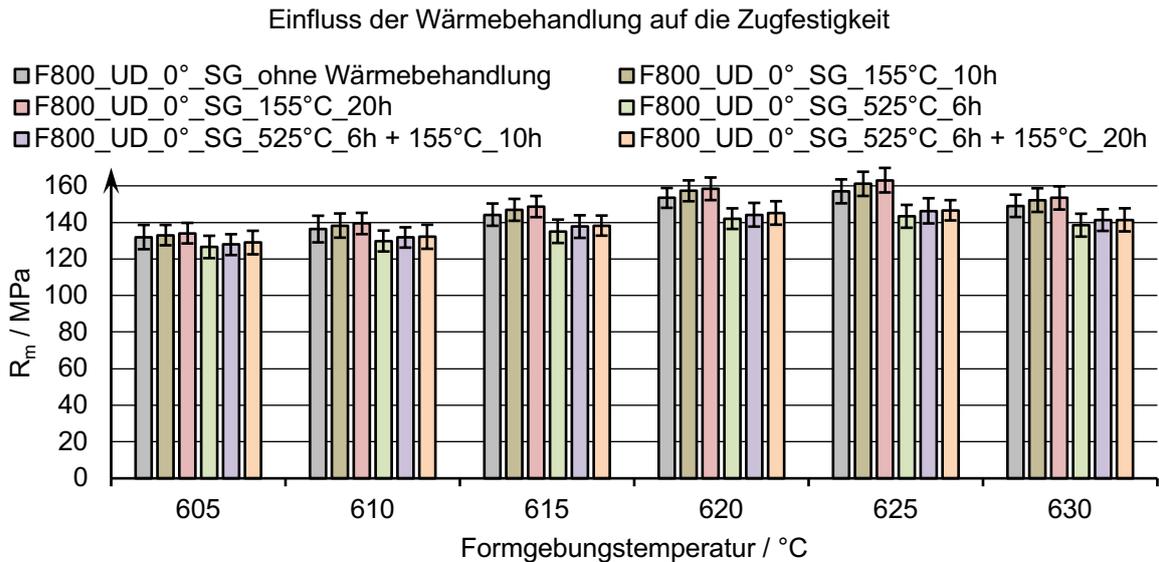


Abbildung 7.33: Einfluss der Wärmebehandlung auf die Zugfestigkeit der Proben aus feinen Fasern, die mit Schutzgasatmosphäre geformt wurden

Die korrespondierenden Gefügebilder (Abbildung 7.34) weisen keine deutlichen Veränderungen der Fugen durch die Wärmebehandlungen auf. Zusätzliche Durchbrüche der Fugen, die am effektivsten zur Festigkeitssteigerung beitragen würden oder eine homogenere Verteilung der Oxide über das Gesamtgefüge hinweg gewährleisten, sind nicht erkennbar. Die Oxide sind trotz Wärmebehandlung weiterhin an den Orten der Faseroberfläche aufzufinden und wirken damit immer noch als Trennschicht zwischen den Einzelfasern.

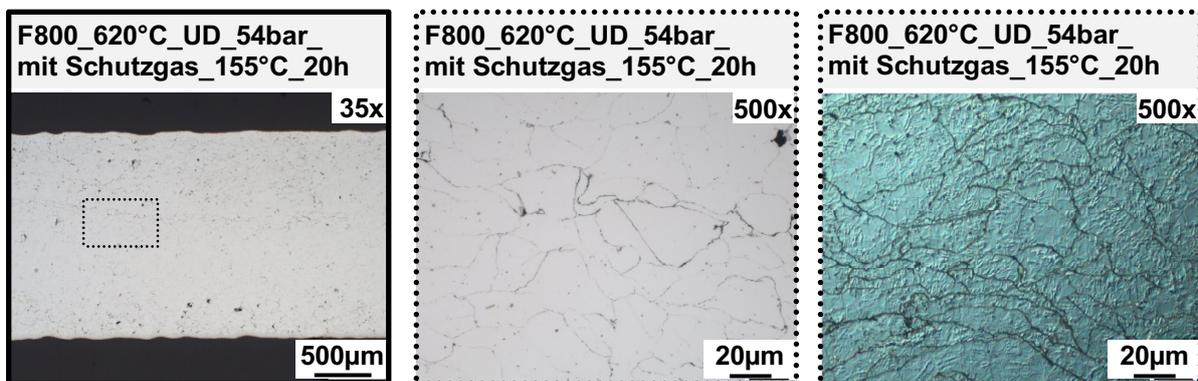


Abbildung 7.34: Schliffbilder der Probe aus feinen Fasern nach Warmauslagerung

7.8.1 Porosität

Die bisherigen Schliffbilder weisen eine Restporosität im Gefüge aus. Für eine lunkerfreie Erstarrung ist die Aufrechterhaltung des Druckes während der Erstarrung zwingend erforderlich. Nur dadurch können gute mechanische Eigenschaften erzielt werden (Meßmer, 2006, S. 14). Durch den anliegenden Druck während der gezielten Abkühlung unter die Solidustemperatur wird das Material bei der Erstarrung dauerhaft belastet. Allerdings wird das Bauteil nach Unterschreitung der Temperatur von 570 °C entformt, sodass eine Lunkerbildung

durch die thermische Kontraktion nicht verhindert werden kann. Eine längere Abkühlung verschlechtert die Taktzeit des Gesamtprozesses.

Um den Einfluss der Wärmebehandlung auf die Porosität des Gefüges zu bewerten, wurden Schliffbilder an mehreren Stellen der Proben angefertigt und ausgewertet (Abbildung 7.35). Für die Ermittlung der Porosität wurde die Software ImageJ verwendet. Über einen Kontrastabgleich kann die Porosität der Schliffbilder berechnet werden. Die Auswertung erfolgte an 5 verschiedenen Stellen einer Probe und bildet somit den mittleren Porositätswert einer Einzelprobe. Der Mittelwert von 5 Einzelproben bildet wiederum den repräsentativen Porositätswert der Proben, die unter gleichen Formgebungsbedingungen hergestellt wurden. Bei der Anwendung der Software sind auf Randeffekte und Reflektionen durch die Schliffpräparation zu achten. Fehlinterpretationen durch optische Fehlinformationen sind zu vermeiden.

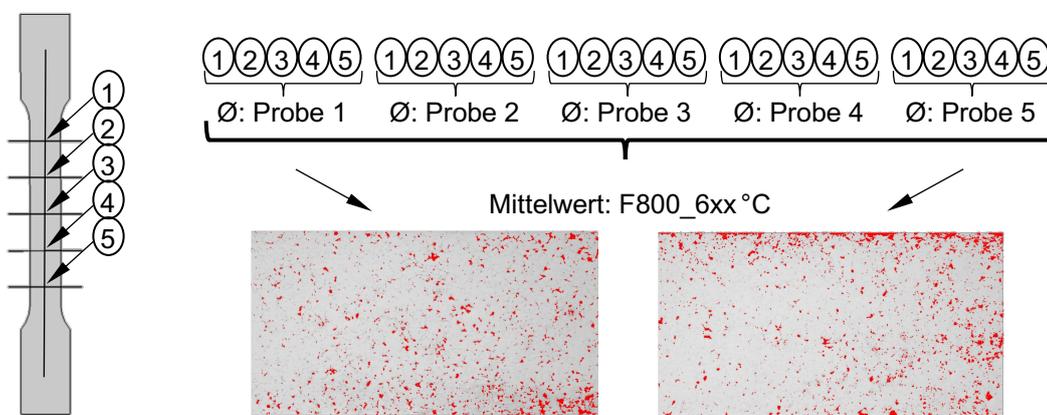


Abbildung 7.35: Vorgehensweise zur Ermittlung der repräsentativen Porosität der Proben. Die Porosität wird an 5 verschiedenen Stellen einer Probe gemessen

Die Auswertung (Abbildung 7.36) zeigt, dass die unter Schutzgas geformten Proben ohne Wärmebehandlung eine Porosität von 9,0% aufweisen. Durch eine Warmauslagerung bei 155 °C für 20 h wird die Porosität nicht verändert und liegt auf einem Niveau mit der Porosität der Proben ohne Wärmebehandlung. Durch das Lösungsglühen steigt die Porosität um +1,6% an. Die Porosität bleibt auch nach der anschließenden Warmauslagerung bei 155 °C für 20 h auf diesem Niveau. Demnach hat die Warmauslagerung keine signifikante Auswirkung auf die Porosität, das Lösungsglühen hingegen schon. Gleiches gilt für die Proben, die ohne Schutzgas geformt wurden.

Beim Referenzmaterial geht die Veränderung der Festigkeitswerte nicht mit der Veränderung der Porosität einher. Unter Berücksichtigung der Streuung bleibt die Porosität im Referenzmaterial bei allen Wärmebehandlungsstufen konstant.

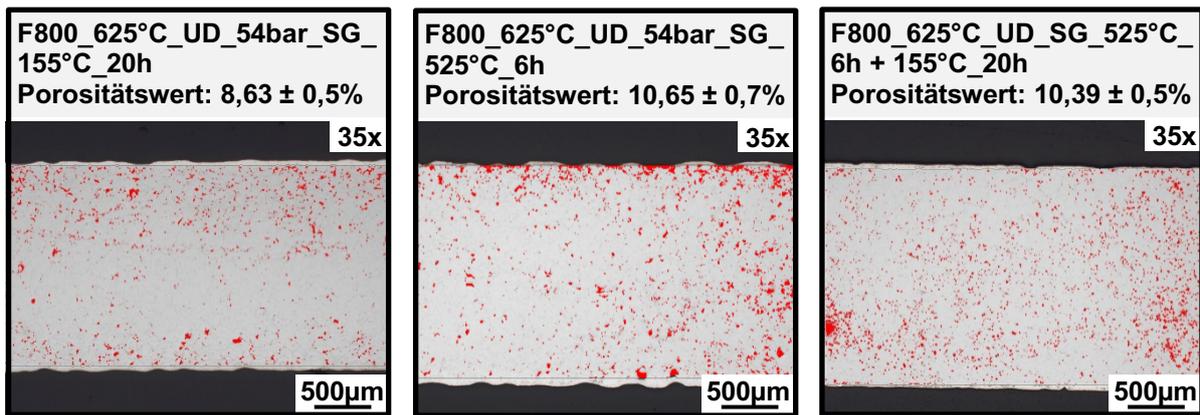


Abbildung 7.36: Repräsentative Porositätswerte zu verschiedenen Proben aus feinen Fasern

Die Veränderung der Porosität durch die Wärmebehandlung der Proben wird in Abbildung 7.37 und Abbildung 7.38 zusammengefasst. Bei niedrigeren Formgebungstemperaturen von 605 °C - 615 °C haben die Wärmebehandlungsstufen einen geringeren Einfluss auf die Porosität als im Temperaturbereich, in dem die höchsten Festigkeitswerte erreicht werden (620 °C - 625 °C). In diesem Temperaturbereich hat die Warmauslagerung keinen merklichen Einfluss auf die Porosität. Das Lösungsglühn hingegen lässt die Porosität in diesem Temperaturbereich um 1 - 2 % steigen, die durch eine anschließende Warmauslagerung nicht wieder reduziert werden kann.

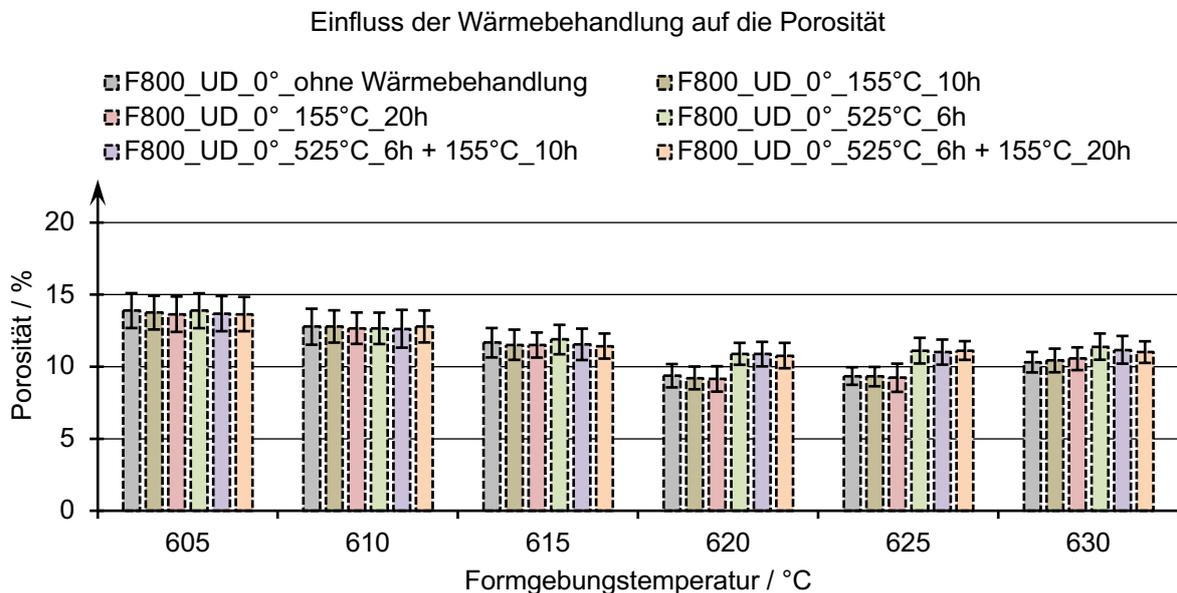
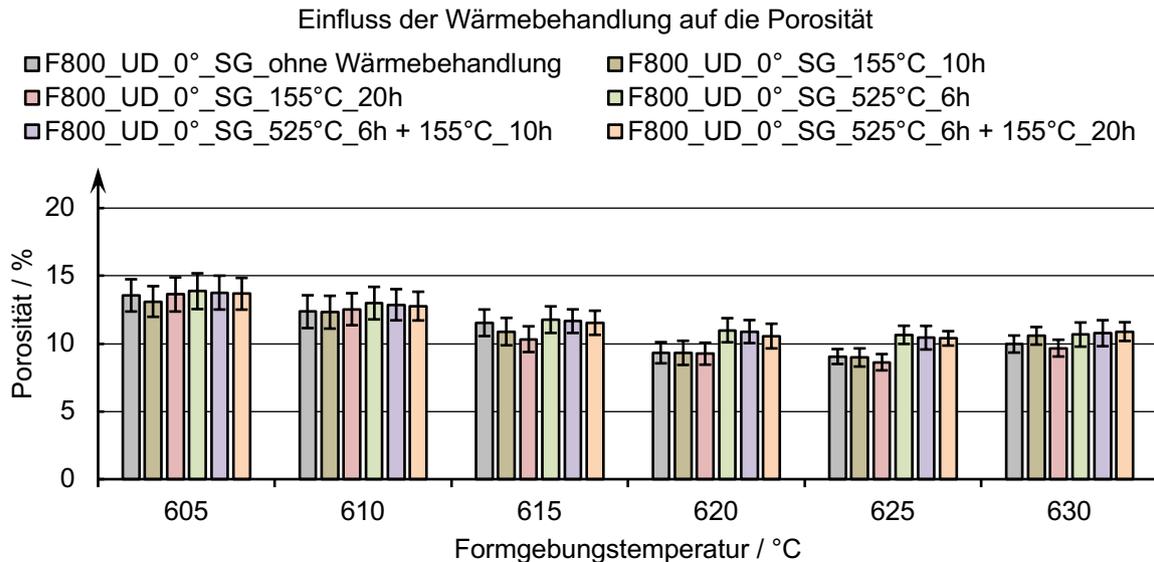


Abbildung 7.37: Einfluss der Wärmebehandlung auf die Porosität der Proben aus feinen Fasern (F800), die ohne Schutzgas geformt wurden



Außerdem führt eine Wärmebehandlung bei hohen Temperaturen zu einer Expansion der eingeschlossenen Gase und drückt dabei die schwach verbundenen Fasern auseinander. Je höher die Wärmebehandlungstemperatur, desto höher der Gasexpansionsdruck und desto geringer die Stabilität im Gefüge. Dies führt zu einer Beschädigung der Proben von innen heraus und die Porosität steigt.

Eine Verbesserung der Oxidverteilung im Gefüge konnte durch die Wärmebehandlung nicht festgestellt werden. Die zusätzliche Warmauslagerung kann lediglich die Verteilung der Legierungselemente in den Fasern beeinflussen. Somit führt dies zu einer geringen Erhöhung der Festigkeitswerte der Einzelfasern, aber nicht zu einer Verbesserung des Gesamtgefüges. Die minimalen Festigkeitssteigerungen stehen nicht im Verhältnis zu den Aufwendungen und sind daher nicht ökonomisch. Das konventionelle Referenzmaterial zeigt ein qualitativ ähnliches Verhalten (Festigkeitsverlust durch Lösungsglühen) und bestätigt die getroffenen Annahmen im Fasermaterial.

Das Verhalten der natürlichen Oxidschicht ist in diesem Fall stellvertretend für beide Fasertypen (grob und fein), sodass auch bei den Proben aus groben Fasern mit natürlicher Oxidschicht von keiner Verbesserung der mechanischen Eigenschaften durch eine Wärmebehandlung auszugehen ist. Ohne Schutzgasformung sind die Veränderungen der Festigkeitswerte bei den feinen Fasern durch die Wärmebehandlung noch geringer. Da die Oxidschicht der feinen Fasern nachweislich dicker als die der groben Fasern ist, kann das Verhalten der Proben aus groben Fasern infolge einer Wärmebehandlung auch ohne explizit durchgeführte Versuche eingeschätzt werden.

8 Zusammenfassung und Ausblick

Während der Sichtung und Bewertung neuer Fertigungsverfahren ist die Idee zur Verwendung eines neuen, flexiblen Einsatzmaterials für die Formgebung im teilflüssigen Zustand entstanden. Das flexible Fasermaterial aus Aluminium bietet die Möglichkeit einige Nachteile der semi-solid Verfahren, insbesondere die des Thixoschmiedens auszugleichen. So kann das Material einfach zugeschnitten, zusammengestellt und großflächig in die Werkzeugform eingelegt werden. Dadurch werden die Fließwege reduziert und die Gefahr einer Segregation sollte vermieden werden. Allerdings haben die Fasermatten eine größere Gesamtoberfläche, auf denen sich Oxide bilden können. Es galt daher, die Einflüsse dieser Oxide für die Parameter der teilflüssigen Formgebung zu überprüfen.

Für eine teilflüssige Formgebung ist eine sehr exakte Temperaturführung im Werkzeug erforderlich, um die Phasenverteilung einstellen zu können. Dazu wurden verschiedene Heizmethoden untersucht. Die Simulation der konduktiven Erwärmung des Werkzeugs mittels Stromdurchfluss ergibt eine Temperaturinhomogenität der Werkzeugoberfläche von 20 °C. Zur Realisierung dieser Temperaturverteilung sind sehr komplexe Werkzeuggeometrien und ein spezielles Werkzeugequipment erforderlich. Weiterhin ist die Temperaturverteilung für eine homogene Phasenverteilung im Werkstück zu ungenau, sodass dieses Konzept nicht weiterverfolgt wurde. Alternativ wurde ein neues, generatives Herstellungsverfahren genutzt, um Heizleiter sehr genau im Werkzeug zu verlegen. Diese Heizmethode ermöglicht im Temperaturbereich von über 600 °C eine sehr homogene Temperaturverteilung von $\pm 2,7$ K über die beheizte Werkzeugfläche hinweg. Aus der Kalibrierung des Werkzeuges konnte ein Prozessablauf zur Verarbeitung des Fasermaterials unter den Bedingungen eines teilflüssigen Zustandes erarbeitet werden. Durch die unmittelbare Aufwärmung des Werkstücks erfährt selbiges keinen Temperaturverlust durch ein zusätzliches Handling im Vorfeld. Die homogene Temperaturverteilung kann auch während der Formgebung gehalten werden.

Als Fasermaterial wurde EN AW 5154A ausgewählt, da diese Aluminiumlegierung ein breites Schmelzintervall bietet und somit die Prozessführung erleichtert. Es wurden zwei Arten von Fasern untersucht – feine Fasern (F800) und grobe Fasern (G800). Um mögliche Oxidmengen auf den Fasertypen bestimmen zu können, wurden die Fasern vermessen. Aus den geometrischen Daten wurde ein idealisiertes Modell erstellt, an dem die Volumenänderungen infolge der Oxidation bewertet werden konnten. Mit Hilfe von Ultradünnschnitten konnten auf den Fasern im Anlieferungszustand zunächst keine natürlichen Oxidschichten nachgewiesen werden. Nach der Temperierung der Fasern, entsprechend den Prozesstemperaturen und Prozesszeiten, konnten prozessbedingte Oxide auf den Fasern nachgewiesen und gemessen werden. Es wurde festgestellt, dass feine Fasern dickere Oxidschichten bilden als grobe Fasern. Unter Berücksichtigung der unterschiedlichen Fasergeometrie bilden feine Fasern in einem

Vergleichsvolumen, je nach Temperierdauer die 3- bis 4-fache Oxidmenge wie grobe Fasern. Die Menge der Oxide ist bei beiden Fasertypen sehr gering ($\ll 1\%$).

Die Formgebungstemperatur bestimmt das Verhältnis zwischen Flüssig-/Festphase und stellt somit den wichtigsten Prozessparameter (Heußen, 1997, S. 4) für die Verarbeitung von teilflüssigen Metallen dar. Die Festphasen-Temperatur-Kurve verläuft nicht linear, zumal die chemisch inerten Oxide den Festphasenanteil bei gegebener Temperatur erhöhen. Deshalb wurde der Einfluss der faserspezifischen Oxide auf das Schmelzintervall mit Hilfe der Software ThermoCalc bewertet. Es wurde simuliert, wie sich die erforderliche Temperatur zur Einstellung eines bestimmten Festphasenanteils durch die zusätzlichen Oxide verändert. Bei einem Oxidanteil von 1% wird die notwendige Temperatur, je nach Erstarrungsmodell und Phasenanteil um maximal 2 K erhöht. Diese Veränderung liegt außerhalb des Auflösungsvermögens der Temperaturerfassung des Werkzeuges. Die Simulation zeigt aber auch, dass zulässige Legierungselementschwankungen gem. EN AW 5154A zu einer Veränderung der Schmelztemperatur um mehr als 10 K führen können. Die Legierungsanteile haben demnach einen größeren Einfluss auf die Prozessführung als die Oxide. Die Berechnungen wurden durch DSC-Messungen verifiziert und bestätigen die Annahmen der Simulationen. Es zeigt sich, dass die Festphasen-Temperatur-Kurve der Faserstrukturen mit kurzen Diffusionswegen der Gleichgewichtserstarrung folgt.

Im teilflüssigen Zustand zeigen Metalle ein spezifisches Fließverhalten, das in Viskositätskurven dargestellt wird. Die Oxide haben möglicherweise einen Einfluss auf den Viskositätsverlauf, weshalb rheologische Messungen durchgeführt wurden. Erwartungsgemäß zeigt die Viskosität eine Temperaturabhängigkeit aber auch eine Scherratenabhängigkeit. Auch erhöhen die Oxide die Viskosität bei gegebener Temperatur, was wiederum belegt, dass die inerten Oxide den Festphasenanteil erhöhen. Somit ist die Viskosität bei Verwendung feiner Fasern höher als bei Verwendung grober Fasern. Weiterhin beeinflussen die inerten Oxide irreversibel den Strukturabbau im Fluid während der Scherung. Das Fluid weist deswegen kein reines thixotropes sondern ein unvollständiges, thixotropes Fließverhalten auf.

Nachdem die wichtigen physikalischen Größen unter Beeinflussung der Oxide ermittelt wurden, folgten Versuche zur teilflüssigen Formgebung mit den Fasern. Bei diesen Versuchen wurden diverse Proben unter Variation der Formgebungstemperatur und des Formgebungsdruckes gefertigt. Je nach Fasertyp konnten die höchsten Festigkeiten bei einem Flüssigphasenanteil zwischen 26 - 36% erreicht werden. Durch die Erhöhung des Formgebungsdruckes stiegen die Festigkeitswerte nochmals leicht, wenngleich die Segregation mit steigenden Formgebungstemperaturen und Formgebungsdrücken ebenfalls zunimmt. Die Gefüge aller Versuche zeigen Reststrukturen der Ausgangsfasern. Die prozessbedingten Oxide verhindern eine großflächige Verbindung der Fasern untereinander. Auch die Generierung

eines längeren Fließweges und höheren Formgebungsdruckes konnten die Verbindungen der Fasern nicht wesentlich verbessern. Die durchgängigen Oxidschichten konnten weiterhin nur lokal aufgebrochen werden. Die aus den Einzelfasern austretende Flüssigphase vermischt sich durch die regelmäßigen Oxidbarrieren nicht miteinander und verteilt sich lediglich zwischen den Fasern. Überschüssige Flüssigphase wird aus der Probe gepresst und führt zu Rissen in selbiger. Die separierte Flüssigphase weist einen erhöhten Anteil an Magnesium und Eisen auf, was die Legierungszusammensetzung der Probe beeinflusst und das potentielle Festigkeitsniveau der Probe senkt. Die Fließfähigkeit des Fluids wird durch die regelmäßigen Oxidschichten stark eingeschränkt. Das Fließverhalten entspricht unter Prozessbedingungen eher einem Metall im mushy-state, also einer Vorstufe des thixotropen Verhaltens. Dieses ist durch das Herauspressen der flüssigen Phasenbestandteile geprägt.

Die Reststrukturen der Fasern in den Gefügen begründen auch die Richtungsabhängigkeit der Zugfestigkeit. Beide Fasertypen weisen in Faserrichtung mit 142 MPa (feine Fasern) bzw. 137 MPa (grobe Fasern) eine etwa gleich große Zugfestigkeit auf. Die Querfestigkeit ist bei den Proben aus groben Fasern deutlich höher als bei den Proben aus feinen Fasern. Dies deutet auf den größeren Einfluss der Flüssigphase bei den groben Fasern hin. Die Flüssigphase kann sich zwischen den Reststrukturen besser verteilen und diese einbetten, da sie bei den groben Fasern seltener auf durchgängige Oxidschichten trifft.

Eine Schutzgasatmosphäre während der Formgebung verhindert die Bildung prozessbedingter Oxide und steigert die erreichbaren Festigkeiten um 10 - 12%. Die weiterhin vorhandenen natürlichen, dünnen Oxidschichten werden häufiger aufgebrochen, wobei eine durchgängige Verbindung auch dadurch nicht hergestellt werden kann. Damit bleiben die erreichbaren Festigkeitswerte mit 157 MPa etwa 20% unter denen eines konventionellen Aluminiums mit 200 MPa. Zusätzliche Wärmebehandlungsmaßnahmen wie Warmauslagerung und Lösungsglühen, die auf die bessere Verteilung der Oxide im Gefüge zielen, zeigen nicht den erhofften Effekt. Das Lösungsglühen verschlechtert die mechanischen Eigenschaften. Lediglich die Warmauslagerung bei 155 °C für 20 h kann die Festigkeit bei beiden Fasertypen um 3 - 4% erhöhen. Der zusätzliche Aufwand steht allerdings nicht im Verhältnis zu den erzielten Festigkeitssteigerungen, sodass die Resultate trotz Schutzgasatmosphäre und Wärmebehandlung nicht zufriedenstellend sind.

Unerwünschte Oxide sind auch in den Druckgussverfahren von filigranen Formen bekannt, bei denen verschiedene Fließfronten aufeinander treffen und die eingeschleppten Oxidhäute störend wirken. Die Nachbehandlung von thixogeschmiedeten Bauteilen ist ebenfalls ein gängiges Vorgehen, um die mechanischen Eigenschaften zu verbessern (Kiuchi, Kopp, 2002, S. 663). Für den Einsatz von flexiblen Aluminiumfasern in einem an das Thixoschmieden angelehnten semi-solid Verfahren stellen die vorhandenen Oxidschichten auf den Einzelfasern

ein zentrales Hindernis dar. Die Oxide wirken als regelmäßige Trennschichten zwischen den Fasern. Es können Maßnahmen zur Verhinderung des Oxidwachstums vorgenommen werden. Gänzlich lassen sich die Oxide aber nicht vermeiden. Ein kurzer Kontakt mit sauerstoffhaltigen Medien während der Faserherstellung reicht aus um natürliche Oxidschichten zu bilden, die ebenfalls eine Trennwirkung hervorrufen. Für eine deutliche Erhöhung der Festigkeitswerte müssten die vorhandenen Oxide zunächst aufgebrochen und dann fein im Material verteilt werden. Die nachträgliche Wärmebehandlung der Proben kann diese Verteilung nicht vollziehen. Dafür ist eine deutlich größere, mechanische Belastung der spröden Faseroxide während der Formgebung erforderlich, womit allerdings auch der ursprüngliche Gedanke – von sehr kurzen Fließwegen zur Vermeidung der Segregation – verworfen werden muss. Solange im Gefüge Reststrukturen der Einzelfasern vorliegen, kann ein homogenes, isotropes Werkstoffverhalten nicht realisiert werden.

Trotz der besonderen Herausforderung durch eingeschleppte Oxide, scheiden sehr feine Materialien nicht generell als Ausgangsmaterial für die teilflüssige Formgebung aus. So wurden in anderen Untersuchungen Versuche zum Verpressen von Aluminiumpulver im teilflüssigen Zustand mittels Rollentechnik durchgeführt. Auch dieses Material hat eine stark vergrößerte Oberfläche im Ausgangszustand und bildet zusätzliche Oxide. Die Überführung in den teilflüssigen Zustand erfolgt unter Schutzgasatmosphäre. Während der Formgebung wird das teilflüssige Material durch einen Spalt zwischen rotierenden Rollen gequetscht. Das Material wird in diesem Prozess neben der Druckbeanspruchung auch einer Schubbeanspruchung ausgesetzt. Die Partikelgrenzen konnten durch eine lange Haltezeit ($t > 30 \text{ min}$) bei Flüssigphasenanteilen von 45 - 65% verringert werden. Eine anschließende, zeitintensive Wärmebehandlung ist für die Verteilung der Oxide aber auch hier erforderlich. (Liu, Luo, Li 2014, S. 168)

Angelehnt an diesen Verfahren gilt es in weiteren Versuchen zu prüfen, ob die natürlichen Oxide auf den Aluminiumfasern durch eine zusätzliche Schubbeanspruchungen während der Formgebung nachhaltig aufgebrochen werden können und sich die Aluminiumfasern großflächig verbinden lassen. Ein Prozess mit Walzentechnik, bei dem die Fasermatten automatisch in den Quetschspalt zugeführt werden, wurde bereits erarbeitet und das entsprechende Patent (Donath, Wecker, Maaß, 2013) angemeldet. Die Bildung von prozessbedingten Oxiden ist zu vermeiden, weshalb auch hier eine Schutzgasatmosphäre während der Formgebung verwendet werden muss.

9 Quellen

- ACHTEN, M., 1995. *Herstellung und Verarbeitung thixotroper Aluminium-Basiswerkstoffe*. Düsseldorf: VDI Verlag GmbH. Fortschritt-Berichte VDI, Reihe 5: Grund- und Werkstoffe. ISBN 3-18-339405-7.
- ALICONA, 2014. *InfiniteFocus*. [online]. [Accessed 20 January 2014]. Available from: <http://www.alicon.at/home/?id=31#c178>
- ALTENPOHL, D., 2005. *Aluminium von innen*. 5. Düsseldorf: Alu Media. ISBN 3-87017-2355
- ALTMÜLLER, N., 2007. *Poiseuille- und Quetschströmungen zwischen gewellten Platten*. Bayreuth: Universität Bayreuth.
- BALITCHEV, E., 2004. *Thermochemische und kinetische Modellierung zur Legierungsauswahl mehrphasiger Systeme für das Thixoforming und zur Optimierung ihrer Formgebungsprozesse*. Aachen.
- BARNES, H. A., 1995. *A review of the slip (wall depletion) of polymer solutions, emulsions and particle suspensions in viscometers: its cause, character, and cure*. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics. 1995. Vol. 56, no. 3, S. 221 - 251. DOI 10.1016/0377-0257(94)1282-M.
- BAUSCH, R. und LUDER, A., 2012. *Test Certificate 2012 06 11-13 07*. Ostfildern: Kistler Group.
- BÖHLER, Edelstahl GmbH & Co KG, 2007. *Böhler Edelstahl - Warmarbeitsstahl W360* [online]. 2007. [Accessed 6 August 2011]. Available from: <http://www.boehler-edelstahl.com/files/W360DE.pdf>
- DEUTSCHE INSTITUT FÜR NORMUNG E.V., 1994. *DIN EN 60584 - 2*. 1994. Beuth Verlag GmbH Berlin. Thermopaare - Teil 2: Grenzabweichungen der Thermospannungen
- DILTHEY, U., 2005. *Schweißtechnische Fertigungsverfahren 2 - Verhalten der Werkstoffe beim Schweißen*. 3., bearbeitete Auflage. Berlin Heidelberg New York: Springer. VDI-Buch.
- DO, T., SPLINTER, S.J., CHEN, C. und MCINTYRE, N.S., 1997. *The oxidation kinetics of Mg and Al surfaces studied by AES and XPS*. Surface Science. 8 October 1997. Vol. 387, no. 1 - 3, S. 192 - 198. DOI 10.1016/S0039-6028(97)00351-8.

- DOEGE, E. und BEHRENS, B.-A., 2007. *Handbuch Umformtechnik*. Berlin Heidelberg: Springer Verlag. ISBN 978-3-540-23441-8.
- DOHERTY, R.D., LEE, H.-I. und FEEST, E.A., 1984. *Microstructure of stir-cast metals. Solidification Microstructure: 30 Years after Constitutional Supercooling*. July 1984. Vol. 65, no. 1, S. 181 - 189. DOI 10.1016/0025-5416(84)90211-8.
- DONALDSON, K. M. und HEATH, T., 2011. *Kalibrierschein- Nr. 19504-1A*. 2011. TC Ltd., Chesterfield, United Kingdom.
- DONATH, N., WECKER, A. und MAAß, L., 2013. *Verfahren zum Herstellen eines metallischen Bauteils*. EP 2481497. 2013. München.
- DU, Z. M., CHENG, Y. S. und LUO, S. J., 2006. *High Volume Fraction Al₂O₃/Al Composite Thixoforging in Pseudo-Semi-Solid State*. Solid State Phenomena. 2006. Vol. Vol. 116 - 117, S. 725 - 729. DOI 10.4028/www.scientific.net/SSP.116-117.725.
- EVANS, A.G., CRUMLEY, G.B. und DEMARAY, R.E., 1983. *On the mechanical behavior of brittle coatings and layers*. Oxidation of Metals. 1 December 1983. Vol. 20, no. 5 - 6, S. 193 - 216. DOI 10.1007/BF00656841.
- EVANS, U. R., 1960. *The Corrosion and Oxidation of Metals*. Scientific Principles and Practical Applications. 1960. Vol. London.
- FELMI-ZFE, Institute for Electron Microscopy and Nanoanalysis and Graz Centre for Electron Microscopy, 2013a. *FEI Tecnai 12*. [online]. [Accessed 19 October 2013]. Available from: <http://portal.tugraz.at/portal/page/portal/felmi/instrumentation/Tecnai12>
- FELMI-ZFE, Institute for Electron Microscopy and Nanoanalysis and Graz Centre for Electron Microscopy, 2013b. *Philips CM 20*. [online]. [Accessed 30 October 2013]. Available from: <http://portal.tugraz.at/portal/page/portal/felmi/instrumentation/PhilipsCM20>
- FLEMINGS, M. C., 1991. *Behavior of metal alloys in the semisolid state*. Metallurgical and Materials Transactions A. May 1991. Vol. 22, no. 5, S. 957 - 981. DOI 10.1007/BF02661090.
- FONDS DER CHEMISCHEN INDUSTRIE, 1992. *Neue Werkstoffe*. Frankfurt am Main: Fonds der Chemischen Industrie. Fonds der Chemischen Industrie zur Förderung von Forschung, Wissenschaft und Lehre, Folienserie des Fonds der Chemischen Industrie 25.

- GERLICH, T., 1997. *Die systematische Behandlung der ebenen Quetschströmung*. Chemnitz: Technische Universität Chemnitz, Fakultät für Maschinenbau und Verfahrenstechnik. 2/97.
- GESELL, S. und NOHE, H., 2003. *Materialdatenblatt*. 2003. Deutsches Metallfaserwerk Dr. Schwabbauer GmbH & Co. KG; Neidenstein.
- GOTTSTEIN, G., 2007. *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. 3. Auflage. Berlin Heidelberg: Springer Verlag. ISBN 978-3-540-71105-6.
- GRAUER, R. und SCHMOKER, P., 1976. *Die Oxidation von Aluminium-Magnesium-Legierungen in Sauerstoff bei erhöhter Temperatur*. Werkstoffe und Korrosion. 1976. Vol. 27, no. Heft 11, S. 769 - 774. DOI 10.1002/maco.19760271102.
- HAGNIOYA, I. und FUKUSAKO, T., 1983. *Oxidation of molten Al-Mg Alloys*. Transactions of the Japan Institute of Metals. 1983. Vol. Vol. 24, no. No. 9, S. 613 - 619.
- HATCH, J. E., 1984. *Aluminium-Properties and Physical Metallurgy*. Metals Park, Ohio: American Society For Metals. ISBN 0-87170-176-6.
- HEMMINGER, W. und CAMMENGA, H. K., 1989. *Methoden der thermischen Analyse*. Berlin: Springer. ISBN 978-3-642-70176-4.
- HERMLE AG, 2007. *insights - Informationen aus dem Unternehmen - Hausstellung - Hermle MPA-Generativ fertigen* [online]. [Accessed 1 March 2015]. Available from: http://www.hermle-generativ-fertigen.de/pages/de_anwendungen.php
- HESSE, W., 2008. *Aluminium-Schlüssel*. 8. Auflage. Düsseldorf: Aluminium- Verlag. ISBN 978-3-87017-290-9.
- HEUBEN, J. M. M., 1997. *Untersuchungen zum Materialverhalten von Metallen im Bereich der Solidustemperatur*. Aachen: Springer Verlag. Umformtechnische Schriften. ISBN 3-8265-2712-7.
- HOLLEMAN, F. und WIBERG, N., 1995. *Lehrbuch der anorganische Chemie*. 101. Auflage. Berlin New York: Walter de Gruyter GmbH & Co KG. ISBN 3-11-012641-9.
- HORNBOGEN, E. und WARLIMONT, H., 2006. *Metalle - Struktur und Eigenschaften der Metalle und Legierungen*. 5., neu bearbeitete Auflage. Berlin Heidelberg: Springer. ISBN 978-3-540-34010-2.

- JENNING, R., 2009. *Rheologisches Verhalten teilerstarrender Metalllegierungen*. Erlangen: Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg.
- JOLY, P.A. und MEHRABIAN, R., 1976. *The rheology of a partially solid alloy*. Journal of Materials Science. 1 August 1976. Vol. 11, no. 8, S. 1393 - 1418. DOI 10.1007/BF00540873.
- JUMO GMBH & CO. KG, 2012. *JUMO IMAGO 500 - Mehrkanal-Prozess- und Programmregler (703590)*. [online]. [Accessed 30 November 2014]. Available from: <http://www.jumo.de/produkte/regeln/elektronisch/gesamt%C3%BCbersicht/703590/jumo-imago-500---mehrkanal-prozess--und-programmregler-703590.html>
- KANG, C.G., CHOI, J.S. und KIM, K.H., 1999. *The effect of strain rate on macroscopic behavior in the compression forming of semi-solid aluminum alloy*. Journal of Materials Processing Technology. 15 April 1999. Vol. 88, no. 1 - 3, S. 159 - 168. DOI 10.1016/S0924-0136(98)00383-5.
- KAUFMANN, L. und BERNSTEIN, H., 1970. *Computer calculations of phase diagrams*. New York: Academic Press. ISBN 0-12-402050-X.
- KENNAMETAL SINTEC KERAMIK GMBH, 2009. *Sicherheitsdatenblatt Trennmittel BorNitrid Spray*. November 2009. Schongau.
- KISTLER GRUPPE, 2011. *Betriebsanleitung Quarzkristall-Messunterlagsscheiben Typ 9001A...9071A, 9081B, 9091B*. 09.10. Ostfildern: Kistler Instrumente GmbH.
- KIUCHI, M. und KOPP, R., 2002. *Mushy/Semi-Solid Metal Forming Technology - Present and Future*. CIRP Annals - Manufacturing Technology. 2002. Vol. 51, no. 2, S. 653 - 670. DOI 10.1016/S0007-8506(07)61705-3.
- KIUCHI, M., 1989. *Metal Forming in Mashy State*. Plasticity and Modern Metal- Forming Technology. 1989. S. 289 - 313.
- KLOCKE, F. und KÖNIG, W., 2006. *Fertigungsverfahren 4 - Umformen*. 5., neu bearbeitete Auflage. Berlin Heidelberg: Springer Verlag. Fertigungsverfahren, 4. ISBN 3-54023-6503.
- KÖNIG, H., 1948. *Die Gittkonstante von gamma-Al₂O₃*. Naturwissenschaften. 1948. Vol. Band 35, no. Ausgabe 3, S. 92 - 93. DOI 10.1007/BF00738310.
- KOPP, R. und WIEGELS, H., 1998. *Einführung in die Umformtechnik*. 1. Auflage. Aachen: Verlage der Augustiner Buchhandlung.

- KRUG & PRIESTER GMBH & CO. KG, 2011. *Datenblatt Stapelschneider IDEAL 4315*. June 2011. Stuttgart.
- KURZ, W. und FISHER, D. J., 1992. *Fundamentals of Solidification* [online]. Third Edition (Reprint). Aedermannsdorf, Switzerland: Trans Tech Publications. ISBN 0-87849-522-3. Available from: <http://dx.doi.org/10.1002/crat.2170210909>
- LEIBER, R., 2003. *Thixoschmieden mit Aluminium*. Oberusel: DGM Informationsgesellschaft mbH. Beiträge zur Umformtechnik, 30. ISBN 3-88355-308-5.
- LIDE, D. R. (ed.), 2008. *CRC Handbook of Chemistry and Physics*. 89th Edition 2008-2009. Boca Raton, Florida/ USA: CRC Press Taylor & Francis Group. ISBN 978-1-4200-66791.
- LIU, Y., LUO, X. und LI, Z., 2014. *Microstructure evolution during semi-solid powder rolling and post-treatment of 7050 aluminum alloy strips*. Journal of Materials Processing Technology. 2014. Vol. 214, no. 2, S. 165 - 174. DOI 10.1016/j.jmatprotec.2013.08.018.
- MAAß, L., 2010. *Verfahren zur Herstellung von Bauteilen aus Aluminiumwolle/-folien, die im thixotropen bzw. temperierten Zustand geformt werden*. Neubiberg.
- MAAß, L. und RETTIG, R., 2013. *Validierung thermodynamisch berechneter Festphasenanteile in teilerstarrten Schmelzen*. München/Erlangen: interner Bericht BMW AG/WTM.
- MAAß, L., MEINHARDT, J., VOLK, W. und HOFFMANN, H., 2014. *Thixoforming with flexible feedstock of aluminum*. In: Aluminium Conference 2014, Session Automotive - Paper 3. Düsseldorf: GDA - Gesamtverband der Aluminiumindustrie e.V. 2014. S. 1 - 11.
- MAAß, L., DONATH, N., VOLK, W. und HOFFMANN, H., 2016. *Influence of process-related oxide formation during shaping of aluminum fiber mats in the mushy state*. Production Engineering. 2016. Vol. 10, no. 3, S. 227 - 240. DOI 10.1007/s1174001606765.
- MÄDER, S., 2011. *Oxidation metallischer Nanofilme für single-use Vakuumsensorik*. Bochum: Ruhr-Universität Bochum.
- MENG, Y., SUGIYAMA, S., TAN, J. und YANAGIMOTO, J., 2014. *Effects of forming conditions on homogeneity of microstructure and mechanical properties of A6061 aluminum alloy manufactured by time-dependent rheoforging on a mechanical servo press*. Journal of Materials Processing Technology. December 2014. Vol. 214, no. 12, S. 3037 - 3047. DOI 10.1016/j.jmatprotec.2014.07.014.

- MERTENS, H.- P., KOPP, R., BREMER, T., NEUDENBERGER, D., HIRT, G. und WITULSKI, T., 1997. *Comparison of different feedstock Materials for Thixoforming*. Proceedings of the 5th European Conference on Advanced Materials and Processes and Applications. Maastricht, 1997. S. 439 - 444.
- MEßMER, G., 2006. *Gestaltung von Werkzeugen fas das Thixo-Schmieden von Aluminium- und Messingwerkzeugen in automatisierten Schmiedezellen*. Frankfurt: MAT INFO Werkstoff- Informationsgesellschaft mbH. Beiträge zur Umformtechnik, 54. ISBN 3-88355-355-7.
- MEZGER, T. G., 2010. *Das Rheologie Handbuch*. 3. überarbeitete Auflage. Hannover: Vincentz Network GmbH & Co. KG. Farbe und Lacke Edition. ISBN 978-3-86630-863-3. Für Anwender von Rotations- und Oszillation-Rheometern
- MODIGELL, M. und KOKE, J., 2001. *Rheological modelling on semi-solid metal alloys and simulation of thixocasting processes*. International symposium on advanced forming and die manufacturing technology. 25 April 2001. Vol. 111, no. 1 - 3, S. 53 - 58. DOI 10.1016/S0924-0136(01)00496-4.
- MODIGELL, M. und KOKE, J., 1999. *Time-dependent rheological properties of semi-solid metal alloys*. Mechanics of time-dependent materials. 1999. Vol. 3, no. 1, S. 15 - 30. DOI 10.1023/A:1009856708511.
- NAKAMURA, R., HAGA, T., KUMAI, S. und WATARI, H., 2010. *Casting of aluminium alloy clad strip using a vertical type tandem twin roll caster*. In: Proceedings of the 36th International MATADOR Conference [online]. Springer London. S. 37–40. ISBN 978-1-84996-431-9. Available from: http://dx.doi.org/10.1007/978-1-84996-432-6_8
- NETZSCH GERÄTEBAU GMBH, 2014. *Simultane Thermogravimetrie-Dynamische Differenzkalorimetrie STA (TG-DSC)*. [online]. [Accessed 12 January 2014]. Available from: <http://www.netzsch-thermal-analysis.com/de/produkte-loesungen/simultane-thermogravimetrie-dynamische-differenzkalorimetrie.html>
- NEUDENBERGER, D., 2001. *Rheologische Untersuchungen und Einflüsse auf das Prozessfenster zum Thixoschmieden und Thixoquerfliesspressen*. Aachen: Shaker. Umformtechnische Schriften. ISBN 978-3-8265-9523-3. Dissertation
- NEWNHAM, R. E. und DE HAAN, Y. M., 1962. *Refinement of the alpha-Al₂O₃, Ti₂O₃, V₂O₃ and Cr₂O₃ structures*. Zeitschrift für Kristallographie. 1962. Vol. 117, no. Heft 2 - 3, S. 235 - 237. DOI 10.1524/zkri.1962.117.2-3.235.

- NOLL, T. R., KIEHNE, C. H., KRÜGER, J. und FRIEDRICH, B., 2000. *Recycling of semi-solid-processing Residues*. 6th International conference of semi-solid processing of alloys and composites. 2000. No. Turin, 2010.
- OKAMOTO, H., 1998. *Al-Mg (aluminum-magnesium)*. Journal of Phase Equilibria. 1 December 1998. Vol. 19, no. 6, S. 598–598. DOI 10.1361/105497198770341815.
- ORTLOFF, S., 1995. *Diffusionsschweißen hochfester Aluminiumlegierungen*. München: Technische Universität München.
- OSTWALD, W., 1900. *Über die vermeintliche Isomerie des roten und gelben Quecksilberoxyds und die Oberflächenspannung fester Körper*. Zeitschrift für Physikalische Chemie. 1900. Vol. 34, S. 495 - 503.
- PILLING, N. B. und BEDWORTH, R. E., 1923. *The Oxidation of Metals at high Temperatures*. The Journal of the Institute of Metals. 1923. Vol. 29, S. 529 - 582.
- RIEDEL, E., ALSFASSER, R., JANIAC, C., KLAPÖTKE, T. M. und MEYER, H.- J., 2007. *Moderne anorganische Chemie*. 3. Auflage. Berlin: Walter de Gruyter GmbH & Co KG. ISBN 978-3-11-019060-1.
- RIEDEL, E., 2004. *Anorganische Chemie*. 6. Auflage. Berlin: Walter de Gruyter GmbH & Co KG. ISBN 3-11-018168-1.
- RONNIGER, C. U., 2013. *crgraph.de*. [online]. 2013. [Accessed 9 January 2013]. Available from: <http://crgraph.de/>
- SAHM, P. R., EGRY, I. und VOLKMANN, T., 1999. *Schmelze, Erstarrung, Grenzflächen - Eine Einführung in die Physik und Technologie flüssiger und fester Metalle*. Braunschweig Wiesbaden: Vieweg & Sohn Verlag. ISBN 3-528-06979-1.
- SALMANG, H., TELLE, R. und SCHOLZE, H., 2007. *Keramik*. 7., vollständige neubearbeitete und erweiterte Auflage. Berlin Heidelberg: Springer Verlag. ISBN 978-3-540-63273-3.
- SCHEIL, E., 1942. *Bemerkungen zur Schichtkristallbildung*. Zeitschrift für Metallkunde. 1942. Vol. 34, S. 70 - 72.
- SCHRAMM, G., 1981. *Einführung in die praktische Viskosimetrie*. 4. Auflage. Karlsruhe: Gebrüder Haake GmbH. Haake Viskosimeter.

- SECONDÉ, J. F. und SUÉRY, M., 1984. *Effect of solidification conditions on deformation behaviour of semi-solid Sn-Pb alloys*. Journal of Materials Science. 1 December 1984. Vol. 19, no. 12, S. 3995–4006. DOI 10.1007/BF00980763.
- SMELTZER, W. W., 1956. *Oxidation of Aluminium in the Temperature Range 400°C - 600°C*. Journal of The Electrochemical Society. 1956. Vol. 103, no. 4, S. 209 - 214. DOI 10.1149/1.2430279.
- STEINEL, 2012. *Führungselemente*. [online]. [Accessed 9 November 2014]. Available from: <http://www.steinell.com/uploads/media/steinel-normalien-catalog-03-de.pdf>
- SUÉRY, M. und FLEMINGS, M. C., 1982. *Effect of Strain Rate on Deformation Behavior of Semi-Solid Dendritic Alloys*. Metallurgical Transactions A. 1982. Vol. 13, no. 10, S. 1809 - 1819.
- TC DIRECT, 2011. *0,25mm, 0,5mm und 0,75mm Miniatur-Mantel-Thermoelemente mit Übergangshülse*. [online]. 2011. [Accessed 22 April 2013]. Available from: <http://www.tcdirect.de/deptprod.asp?deptid=200/1>
- TC MESS- und REGELTECHNIK GMBH, 2010. *Handbuch zur Temperaturmessung mit Thermoelementen und Widerstandsthermoelementen*. Version 6.1. Mönchengladbach.
- THERMO-CALC SOFTWARE, 2013. *ThermoCalc-databases TCAL2*. [online]. [Accessed 28 June 2013]. Available from: http://www.thermocalc.se/res/pdfDBD/TCAL2.0_extended_info.pdf
- THIELE, W., 1962a. *Die Oxydation von Aluminium und Aluminiumlegierungs-Schmelzen*. Clausthal: Bergakademie Clausthal.
- THIELE, W., 1962b. *Die Oxydation von Aluminium und Aluminiumlegierungs-Schmelzen*. Aluminium. 1962. Vol. 38, no. 11, S. 707 - 715.
- TÖNSHOFF, H. K., 1995. *Werkzeugmaschinen-Grundlagen*. Berlin Heidelberg New York: Springer Verlag. ISBN 3-540-58674-1.
- UGGOWITZER, P. J., GULLO, G. C. und WAHLEN, A., 2000. *Metallkundliche Aspekte bei der semi-solid Formgebung von Leichtmetallen*. Vom Werkstoff zum Bauteilsystem. 2000. No. 1. Ranshofener Leichtmetalltage, Ranshofen, S. 95–107. 10.3929/ethz-a-004381045
- WALKER, L. R. und HEATH, T., 2011. *Kalibrierschein-Nr. 19481-1A*. 2011. TC Ltd., Chesterfield, United Kingdom.

- WAN, G. und SAHM, P. R., 1990. *Particle growth by coalescence and Ostwald ripening in rheocasting of PbSn*. Acta Metallurgica et Materialia. November 1990. Vol. 38, no. 11, S. 2367 - 2372. DOI 10.1016/0956-7151(90)90104-O.
- WAN, G., 1991. *Gefügebildung im Rheogießen*. Düsseldorf: VDI Verlag GmbH. VDI Fortschrittberichte, 5/ Nr. 213. ISBN 3-18-141305-4.
- WEINBERGER, H., 2013. *interner Laborbericht "chemische Zusammensetzung AlMg_{3,5}" Nr. 130217436*. 24 October 2013.
- WEINBERGER, H., 2015. *interner Laborbericht "chemische Zusammensetzung Schmelzaustritte" Nr. 150210004*. 28 May 2015.
- WEIPERT, D., TSCHEUSCHNER, H.- D. und WINDHAB, E. J., 1993. *Rheologie der Lebensmittel*. Hamburg: B. Behr's Verlag GmbH & Co. ISBN 3-86022-162-0.
- WERNER, E., 2010. *Vorlesungsbegleitendes Skriptum zur Werkstoffkunde I*. Version 1.5. Garching: Fachschaft Maschinenbau an der Technischen Universität München.
- WILSDORF, H. G. F., 1951. *Structure of Amorphous Aluminium Oxide Films*. Nature. 6 October 1951. Vol. 168, no. 4275, S. 600 - 601. DOI 10.1038/168600a0.
- WITULSKI, T., 1999. *Ein Beitrag zur Beschreibung der Prozessparameter beim Thixoforming von Aluminium-Legierungen*. als Ms. gedr. Aachen: Shaker. Umformtechnische Schriften. ISBN 978-3-8265-6096-5. Dissertation
- WOLF, A., 2004. *Thixo- Schmieden von Al-Mg-Si Legierungen*. Oberusel: DGM Informationsgesellschaft mbH. Beiträge zur Umformtechnik, 43. ISBN 3-88355-328-X.
- WU, S., WU, X. und XIAO, Z. 2004. *A model of growth morphology for semi-solid metals*. Acta Materialia. 2004. Vol. 52, no. 12, S. 3519 - 3524. DOI 10.1016/j.actamat.2004.04.005.
- YANAGIMOTO, J., TAN, J.- B., SUGIYAMA, S. und MENG, Y., 2013. *Controlled Semisolid Forging of Aluminium Alloys Using Mechanical Servo Press to Manufacture Products with Homo- and Heterogeneous Microstructures*. MATERIALS TRANSACTIONS. 2013. Vol. 54, no. 7, S. 1149 - 1154. DOI 10.2320/matertrans.M2013098.

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2.1:	Beschreibung der Schichtschерung mit den GröÙen der Fließgeschwindigkeit $v(h)$ und Scherrate $\gamma(h)$ im Scherspalt des Zwei-Platten-Modells (Mezger, 2010, S. 23ff.).....	4
Abbildung 2.2:	Ebene, laminare Schichtströmung einer Flüssigkeit (Mezger, 2010, S. 24) ..	4
Abbildung 2.3:	Rheologischen Verläufe von Fluiden als Fließkurve (links) und Viskositätskurve (rechts) (nach (Mezger, 2010, S. 37))	6
Abbildung 2.4:	Festphasenskelett durch Agglomeration der Körner (nach (Uggowitz, Gullo, Wahlen, 2000, S. 96)).....	7
Abbildung 2.5:	Verformungsmechanismen innerhalb des teilflüssigen Materials während der Fließbewegung (Klocke, König, 2006, S. 286).....	7
Abbildung 2.6:	Thixotroper Viskositätsverlauf bei Belastung und Entlastung des Fluids (Doege, Behrens, 2007, S. 685).....	8
Abbildung 2.7:	Fragmentierung der dendritischen Struktur (Jenning, 2009, S. 16).....	9
Abbildung 2.8:	Verrunden und Ostwaldreifung der Fragmente (Jenning, 2009, S. 16).....	10
Abbildung 2.9:	Kollision und Koaleszenz einzelner Fragmente (Jenning, 2009, S. 17).....	10
Abbildung 2.10:	Partikelverkleinerung von verschmolzenen Fragmenten (Jenning, 2009, S. 18).....	10
Abbildung 2.11:	Die Evolution der Morphologie von Dendriten erklärt die Reduktion der Viskosität (Jenning, 2009, S. 20).....	11
Abbildung 2.12:	GröÙen zur Beschreibung eines thixotropen Werkstoffs (nach (Klocke, König 2006, S. 290))	12
Abbildung 2.13:	Schema zum Entmischungsverhalten während eines Kompressionsversuches (Kang, Choi, Kim 1999, S. 165).....	13
Abbildung 2.14:	Fließverhalten der Flüssigphase im mushy state (Kiuchi, Kopp, 2002, S. 655	15
Abbildung 2.15:	Quetschung einer zylindrische Stauchprobe zwischen planparallelen Platten (Kopp, Wiegels 1998, S. 31).....	16
Abbildung 2.16:	Auszug möglicher Thixoformingsverfahren (Neudenberger 2001, S. 13) ..	21
Abbildung 2.17:	Qualitätsbestimmende Formgebungsparameter für das Thixoschmieden (nach (Meßmer, 2006, S. 21))	23
Abbildung 2.18:	Werkzeuginnendruck in Abhängigkeit der Rohteilhöhe (nach (Meßmer, 2006, S. 116)).....	25
Abbildung 3.1:	Das binäres Aluminium-Magnesium-Phasendiagramm (Okamoto, 1998, S. 598).....	27

Abbildung 3.2:	Qualitative Wachstumsgesetze während der Oxidation (Werner 2010, S. 284)	28
Abbildung 3.3:	Äquivalente Verläufe der Oxidation von flüssigem Hüttenaluminium (Al 99,9%) in unterschiedlichen Gasen bei 800 °C (nach (Thiele 1962a, S. 6))	29
Abbildung 3.4:	Einfluss von Legierungselementen auf die Oxidation einer Aluminium- schmelze bei 800°C (nach (Thiele, 1962a, S. 8)).....	30
Abbildung 3.5:	Schematischer Schichtaufbau einer oxidierten Aluminium-Magnesium- Legierung (Grauer, Schmoker, 1976, S. 773)	32
Abbildung 3.6:	Die Oxidation von AlMg ₃ bei einer Temperatur von 700°C (nach (Thiele, 1962a, S. 12)).	32
Abbildung 3.7:	Einfluss von Zusätzen auf die Viskosität des Aluminiums (Altenpohl, 2005, S. 5).....	34
Abbildung 4.1:	Ablaufdiagramm der Untersuchungen zum neuen, flexiblen Einsatzmaterial	36
Abbildung 5.1:	Modellierte Werkzeugkontur zur simulativen Ermittlung der Erwärmung der Werkzeugoberfläche infolge einer Konduktion	39
Abbildung 5.2:	Temperaturverteilung der Werkzeugoberfläche und optimierte Wanddicken- profile infolge der Optimierung der Parameter	40
Abbildung 5.3:	Entwurfsansicht des Werkzeugmodells zur Verdeutlichung des Verlaufs der Widerstandsheizelemente (Maaß et al., 2016, S. 231).....	41
Abbildung 5.4:	Darstellung des beheizten Plattenwerkzeugs mit beweglichem Oberwerkzeug und feststehendem Unterwerkzeug (Maaß et al., 2016, S. 231).....	42
Abbildung 5.5:	CAD-Modell des Werkzeugunterteils mit keramischer Werkzeugisolierung	43
Abbildung 5.6:	Das Werkzeugunterteil ist mit der Kühlung auf Kraftmesseinheiten gelagert, um die Formgebungsdruck online erfassen zu können.....	43
Abbildung 5.7:	Umsetzung des beheizten Werkzeuges und Implementierung in eine hydraulische Presse vom Typ Müller-Weingarten SLZ 250-12,5 (Maaß et al., 2016, S. 232)	44
Abbildung 5.8:	Kalibrierung der Werkzeugtemperatur mittels Messgitter mit Thermo- elementen	45
Abbildung 5.9:	Temperaturverteilung nach optimierter Regelung für Zieltemperatur 640 °C	46
Abbildung 5.10:	Temperaturregeneration im Werkzeug nach einer Werkzeugöffnungszeit von 90 s, ausgehend von einer eingestellten Temperatur von 606 °C	47

Abbildung 5.11: Werkzeugkühlung mittels Luftstrom, der unterhalb der Werkzeugform in Kühlkanälen der keramischen Isolierung verläuft.....	48
Abbildung 5.12: Messungen zum Kraftnebenschluss der 4 vorgespannten Messunterlagscheiben mit einer pressenseitigen Krafteinstellung von 500 kN.....	50
Abbildung 5.13: Prozessablauf für die halbflüssige Formgebung mit flexiblem Einsatzmaterial (Maaß et al., 2016, S. 230).....	51
Abbildung 6.1: Drahtumlaufhobelmaschine zur Herstellung von Endlosfasern aus umlaufenden Drähten (Maaß et al., 2016, S. 228).....	52
Abbildung 6.2: Zusammenstellung der Einzellagen aus Endlosfasern (Maaß, 2010, S. 62)	53
Abbildung 6.3: Flexibles Einsatzmaterial auf Rollen (Maaß et al., 2014, S. 5).....	54
Abbildung 6.4: Unregelmäßigkeiten der Faserstruktur in den Probenzuschnitten.....	54
Abbildung 6.5: Ultradünnschnitten der groben und feinen Fasern sowie deren Schwankungen.....	55
Abbildung 6.6: Kammartige Struktur des Meißels mit mehreren Schneiden (U-Form)	55
Abbildung 6.7: Streckung und Messung der feinen Fasern (F800) aus der Oberlage des Stacks.....	56
Abbildung 6.8: Fasermodelle der ondulierten (links), gestreckten (mitte) und idealisierten (rechts) Faser.....	60
Abbildung 6.9: Vermessung der Oxidschicht der feinen Fasern (AlMg _{3,5} _F800) im Anlieferungszustand mittels Ultradünnschnitten/TEM (Maaß et al., 2016, S. 234).....	63
Abbildung 6.10: REM Aufnahmen der oxidierten Oberfläche von groben Fasern (G800) nach einer Temperierung bei 620 °C für 30 s.....	64
Abbildung 6.11: Vermessung der Oxidschicht auf feinen Fasern (AlMg _{3,5} _F800) nach Temperierung (Maaß et al., 2016, S. 236).....	64
Abbildung 6.12: Berechnete Phasenanteile der vereinfachten Legierung AlMg _{3,5} (links) und EN AW 5154A_real (rechts) im Gleichgewichtszustand	70
Abbildung 6.13: Vergleich der Erstarrungen nach Scheil-Gulliver und im Gleichgewicht für EN AW 5154A_real.....	71
Abbildung 6.14: Berechnete Festphasenanteile der verwendeten Legierung EN AW 5154A_real* mit Berücksichtigung von Oxidanteilen	72
Abbildung 6.15: Einfluss der Legierungselemente auf die erforderliche Temperatur zur Einstellung der Festphasenanteile 20 %, 40 %, 60 % und 80 %.....	73
Abbildung 6.16: Band der möglichen Festphasen-Temperatur-Kurven (Gleichgewichtsberechnung) innerhalb der Spezifikationsgrenzen gem. EN AW 5154A....	74

Abbildung 6.17: Überlagerung von Simulation und DSC-Messungen (Aufheizen) zur Ermittlung des temperaturabhängigen Festphasenanteils für verschiedene Aluminiumoxidgehalte	76
Abbildung 6.18: Rotationsrheometer Anton Paar Typ MCR 501 mit Konvektionsofen CTD 1000, Messzylinder und Messbecher aus Graphit	78
Abbildung 6.19: Probekörper (Vollmaterial und Fasermaterial) der Legierung AlMg _{3,5} für Viskositätsmessungen	79
Abbildung 6.20: Einfluss der Oxidanteile auf die Viskosität der unterschiedlichen AlMg _{3,5} -Probekörper bei einer konstanten Scherrate von 1 s ⁻¹	80
Abbildung 6.21: Zeitabhängiger Viskositätsverlauf bei konstanter Scherrate von 50 s ⁻¹ und einer Temperatur von 640 °C	80
Abbildung 6.22: Viskositätskurven mit Regenerationsversuche für die Probekörper mit unterschiedlichen Oxidanteilen bei einer Temperatur von 640 °C	82
Abbildung 7.1: Versuchsstack mit Einzellagen aus flexiblen Aluminiumfasern und Deckfolie (Maaß et al., 2016, S. 229)	85
Abbildung 7.2: Eigenschaftsbestimmende Parameter oxidbehafteter Suspension	86
Abbildung 7.3: Schichtaufbau für Versuche mit alternierenden Einzellagen	87
Abbildung 7.4: Schliffbilder zu geformten Proben aus feinen Fasern (F800) mit alternierendem Schichtaufbau	88
Abbildung 7.5: Schliffbilder zu geformten Proben aus groben Fasern (G800) mit alternierendem Schichtaufbau	88
Abbildung 7.6: Seitlicher Schmelzaustritt bei geformten Proben	89
Abbildung 7.7: Verlauf der Zugfestigkeit in Abhängigkeit der Formgebungstemperatur für die teilflüssige Formgebung mit alternierendem Schichtaufbau	89
Abbildung 7.8: Die Bruchflächenanalyse der Proben mit alternierenden Aufbaus mittels REM	90
Abbildung 7.9: Schichtaufbau für Versuche mit unidirektionalen Einzellagen	90
Abbildung 7.10: Schliffbilder zu geformten Proben aus feinen Fasern (F800) mit unidirektionalem Schichtaufbau	91
Abbildung 7.11: Schliffbilder zu geformten Proben aus groben Fasern (G800) mit unidirektionalem Schichtaufbau	91
Abbildung 7.12: Zugfestigkeit in Abhängigkeit der Formgebungstemperatur für die teilflüssige Formgebung mit unidirektionalem Schichtaufbau	92
Abbildung 7.13: REM-Aufnahmen der Bruchflächen von Proben mit unidirektionalem Aufbau aus feinen Fasern (F800)	92
Abbildung 7.14: REM-Aufnahmen der Bruchflächen von Proben mit unidirektionalem Aufbau aus groben Fasern (G800)	93

Abbildung 7.15: Temperatur- und druckabhängige Festigkeiten nach der Formgebung mit feinen Fasern (F800).....	95
Abbildung 7.16: Schliffbilder zu geformten Proben aus groben Fasern (G800) mit unidirektionalem Schichtaufbau (Maaß et al. 2016, S. 238).....	95
Abbildung 7.17: Temperatur- und druckabhängige Festigkeiten nach der Formgebung mit groben Fasern (G800)	96
Abbildung 7.18: Schliffbilder zu geformten Proben aus groben Fasern (G800) mit unidirektionalem Schichtaufbau.....	97
Abbildung 7.19: REM-Aufnahmen (Übersicht links/Detail rechts) der Bruchflächen von Proben mit unidirektionalem Aufbau aus feinen Fasern (F800).....	97
Abbildung 7.20: REM-Aufnahmen (Übersicht links/Detail rechts) der Bruchflächen von Proben mit unidirektionalem Aufbau aus groben Fasern (G800)	98
Abbildung 7.21: Druckverlauf bei der teilflüssigen Formgebung unter variablen Drücken ..	98
Abbildung 7.22: Versuchsstack für einen potentiellen Fließweg entlang der Faserrichtung	101
Abbildung 7.23: Vergleich der erreichten Zugfestigkeiten bei der teilflüssigen Formgebung von groben Fasern (G800) mit und ohne potentiellen Fließweg.....	102
Abbildung 7.24: Geformte Proben aus groben Fasern (G800) mit unidirektionalem Schichtaufbau unter einem Umformdruck von 54 bar	103
Abbildung 7.25: Temperatur- und druckabhängige Entmischungsgrade bei den Versuchen mit groben Fasern und unidirektionalem Schichtaufbau	104
Abbildung 7.26: Schmelzaustritt der geformten Probe aus groben Fasern (G800) bei 620 °C	105
Abbildung 7.27: Quetschung des flexiblen Versuchsmaterials mit Fließweg im Werkzeugspalt	106
Abbildung 7.28: Polardiagramm mit den temperaturabhängigen Zugfestigkeiten der Proben aus feinen Fasern (F800) und unidirektionalem Schichtaufbau.....	108
Abbildung 7.29: Polardiagramm mit den temperaturabhängigen Zugfestigkeiten der Proben aus groben Fasern (G800) und unidirektionalem Schichtaufbau	109
Abbildung 7.30: Temperaturabhängige Festigkeitssteigerung durch Verwendung eine Schutzgasatmosphäre bei einem Formgebungsdruck von 54 bar	112
Abbildung 7.31: Gefügebilder und Reliefpolituren von Proben, die mit und ohne Schutzgas geformt wurden (Maaß et al. 2016, S. 239)	113
Abbildung 7.32: Einfluss der Wärmebehandlung auf die Zugfestigkeit der Proben aus feinen Fasern, die <u>ohne</u> Schutzgasatmosphäre geformt wurden.....	116
Abbildung 7.33: Einfluss der Wärmebehandlung auf die Zugfestigkeit der Proben aus feinen Fasern, die <u>mit</u> Schutzgasatmosphäre geformt wurden	117
Abbildung 7.34: Schliffbilder der Probe aus feinen Fasern nach Warmauslagerung.....	117

Abbildung 7.35: Vorgehensweise zur Ermittlung der repräsentativen Porosität der Proben. Die Porosität wird an 5 verschiedenen Stellen einer Probe gemessen	118
Abbildung 7.36: Repräsentative Porositätswerte zu verschiedenen Proben aus feinen Fasern	119
Abbildung 7.37: Einfluss der Wärmebehandlung auf die Porosität der Proben aus feinen Fasern (F800), die <u>ohne</u> Schutzgas geformt wurden	119
Abbildung 7.38: Einfluss der Wärmebehandlung auf die Porosität der Proben aus feinen Fasern (F800), die <u>mit</u> Schutzgas geformt wurden.....	120
Abbildung A.1: Streckung und Messung der feinen Fasern (F800) aus der Oberlage des Stacks	144
Abbildung A.2: Streckung und Messung der feinen Fasern aus der Mittellage des Stacks	145
Abbildung A.3: Streckung und Messung der groben Fasern aus der Oberlage des Stacks .	145
Abbildung A.4: Streckung und Messung der groben Fasern aus der Mittellage des Stacks	145
Abbildung A.5: Einfluss der Oxidanteile auf die Viskosität der unterschiedlichen AlMg _{3,5} - Probekörper bei einer konstanten Scherrate von 1 s ⁻¹	161
Abbildung A.6: Einfluss der Oxidanteile auf die Viskosität der unterschiedlichen AlMg _{3,5} - Probekörper bei einer konstanten Scherrate von 10 s ⁻¹	161
Abbildung A.7: Einfluss der Oxidanteile auf die Viskosität der unterschiedlichen AlMg _{3,5} - Probekörper bei einer konstanten Scherrate von 50 s ⁻¹	162

Tabellenverzeichnis

Tabelle 5.1: Berechnung der elektrischen Leitfähigkeit ϵ des Werkzeugstahls Böhler W360 aus dem Franz-Wiedemann-Gesetz.....	39
Tabelle 5.2: Auswertung der Regenerationsdauer nach Temperaturabfall durch Werkzeugöffnung für verschiedene Öffnungszeiten bei einer Solltemperatur von 606 °C	47
Tabelle 6.1: Auszug der Auswertung der Ultradünnschnitte der Fasern im Anlieferungszustand (vgl. Tabelle A.1) (Maaß et al., 2016, S. 233).....	56
Tabelle 6.2: Auszug der Messwerte der ondulierten und gestreckten Faserlängen (vgl. Anhang A - 6.1.1).....	57
Tabelle 6.3: Berechnete Dichten der Elemente/Verbindung (detaillierte Berechnung siehe Anhang A - 6.2.1).....	59
Tabelle 6.4: Relative Volumenänderung durch Umsetzung verschiedener Ausgangsmaterialien zu Oxiden, bezogen auf die gebildete Oxidschichtdicke (vgl. Anhang A - 6.2.2.).....	60

Tabelle 6.5:	Überlagerung der Volumenänderungen der vorliegenden Oxidformen γ -Al ₂ O ₃ und α -Al ₂ O ₃ . Die ausgebildete Oxidschicht besteht aus 70% MgO und aus 30% Al ₂ O ₃	61
Tabelle 6.6:	Faserzustände bei der Dickenmessung der Oxidschicht mittels TEM (Maaß et al., 2016, S. 233)	62
Tabelle 6.7:	Ergebnisse der Dickenmessung der Oxidschichten nach der Temperierung (vgl. Tabelle A.4 bis Tabelle A.7 im Anhang) (Maaß et al. 2016, S. 236)	65
Tabelle 6.8:	Oxidanteile der Fasern nach den unterschiedlichen Oxidationszeiten bei 620 °C. (vgl. Anhang A - 6.2.5) (Maaß et al., 2016, S. 237)	66
Tabelle 6.9:	Elementgehalte gem. EN AW 5154A und der Proben (Referenz AlMg _{3,5} , F800 AlMg _{3,5} und G800 AlMg _{3,5}) (Maaß et al., 2016, S. 233)	68
Tabelle 6.10:	Chemische Zusammensetzung der Aluminiumfasern (EN AW 5154_real), sowie min./max. Legierungszusammensetzung gem. EN AW 5154A	69
Tabelle 6.11:	Auszug aus Simulationsergebnissen zur Berechnung der Solidus- und Liquidustemperaturen (Gleichgewichtserstarrung) (vgl. Tabelle A.12).....	70
Tabelle 6.12:	Berechnete temperaturabhängige Festphasenanteile für die tatsächliche Legierung EN AW 5154A_real* unter Berücksichtigung verschiedener Oxidmengen und Erstarrungsmodelle.....	72
Tabelle 7.1:	Korrespondierender Flüssigphasenanteil zur eingestellten Formgebungstemperatur bei AlMg _{3,5} (Auszug aus Tabelle A.12 und Tabelle A.13)	87
Tabelle 7.2:	Zusammenfassung der maximal erreichten Zugfestigkeiten aus den Versuchen	94
Tabelle 7.3:	Erreichbare Zugfestigkeiten der Proben aus feinen Fasern (F800) innerhalb der Versuchsreihen mit konstantem Formgebungsdruck	99
Tabelle 7.4:	Erreichbare Zugfestigkeiten der Proben aus groben Fasern (G800) innerhalb der Versuchsreihen mit konstantem Formgebungsdruck	100
Tabelle 7.5:	Elementgehalte der analysierten temperaturabhängigen Schmelzaustritte aus optischer Emissionsspektrometrie ICP-OES	105
Tabelle 7.6:	Steigerung der Zugfestigkeiten in den Einzelversuchsreihen mit feinen Fasern (F800) und konstantem Belastungswinkel	109
Tabelle 7.7:	Steigerung der Zugfestigkeiten in den Einzelversuchsreihen mit groben Fasern (G800) und konstanter Belastungsrichtung	110
Tabelle 7.8:	Wärmebehandlungsschritte gem. DIN EN 515 unter Berücksichtigung der legierungsspezifischen Temperaturen	115
Tabelle A.1:	Auswertung der Vermessung der Fasern im Anlieferungszustand.	144
Tabelle A.2:	Gitterparameter von Aluminium, Magnesium und deren Oxide gem. Bravais-Kristallsystem. Zusammengetragen aus (Thiele, 1962a, S. 8) (König, 1948,	

	S. 92ff.) (Newnham, de Haan, 1962, S. 237) (Lide, 2008, S. 4–156ff.) (Riedel, 2004, S. 169/216) (Salmang, Telle, Scholze, 2007, S. 237).....	146
Tabelle A.3:	Faserzustände bei der Dickenmessung der Oxidschicht.....	154
Tabelle A.4:	Auswertung der Oxidschichtgeometrie von feinen Fasern (AlMg _{3,5} _F800) nach einer Temperierung bei T=620 °C für eine Dauer von 30 s.....	154
Tabelle A.5:	Auswertung der Oxidschichtgeometrie von feinen Fasern (AlMg _{3,5} _F800) nach einer Temperierung bei T=620 °C für eine Dauer von 60 s.....	155
Tabelle A.6:	Auswertung der Oxidschichtgeometrie von feinen Fasern (AlMg _{3,5} _G800) nach einer Temperierung bei T=620 °C für eine Dauer von 30 s.....	155
Tabelle A.7:	Auswertung der Oxidschichtgeometrie von feinen Fasern (AlMg _{3,5} _G800) nach einer Temperierung bei T=620 °C für eine Dauer von 60 s.....	155
Tabelle A.8:	Berechnung eines Radius für die Modellierung eines Kreiszyinders mit äquivalenter Grundfläche.....	156
Tabelle A.9:	Berechnete Oxidschichtdicke nach Temperierung bei 620 °C nach unterschiedlichen Zeiten. Die Werte entsprechenden der Tabelle 6.7.....	156
Tabelle A.10:	Berechnete Radien der als Kreiszyinder modellierten Fasern nach den entsprechenden Oxidationszeiten bei 620 °C.....	157
Tabelle A.11:	Oxidanteile der Fasern nach den unterschiedlichen Oxidationszeiten bei 620 °C.	157
Tabelle A.12:	Festphasenanteil (Gleichgewichtserstarrung) in Abhängigkeit von der Temperatur (in °C) für die tatsächliche Legierung EN AW 5154A; berechnet für verschiedene Aluminiumoxid-Anteile mit der Datenbank TCAL2.0.	158
Tabelle A.13:	Festphasenanteil (Scheil-Gulliver-Erstarrung) in Abhängigkeit von der Temperatur (in °C) für die tatsächliche Legierung EN AW 5154A; berechnet für verschiedene Aluminiumoxid-Anteile mit der Datenbank TCAL2.0.	159
Tabelle A.14:	Statistischer Versuchsplan für die Einstellung temperaturabhängiger Festphasenanteile mit Testlegierungen in den min./max. Grenzen gem. EN AW 5154A. Erstellt mit Plackett-Burman Methode in Visual-XSel® 12.0	160

Verzeichnis betreuter Studienarbeiten

Folgende Studienarbeiten wurden im Rahmen der vorliegenden Arbeit zu speziellen Themengebieten angefertigt. Die Formulierung der Aufgabenstellung, die Auswertung sowie die Interpretation und die Darstellung der Ergebnisse erfolgte unter wissenschaftlicher Betreuung der beteiligten Lehrstühle und des Autors Lars Maaß. Die Ergebnisse der Arbeiten wurden teilweise in die vorliegende Arbeit eingebunden.

GEYER, H. R., 2012. *Potentielle Beschichtungssysteme für die Formgebung von schmelzflüssigem Aluminium unter Berücksichtigung der Flüssigmetallkorrosion*. Bachelorarbeit, Neubiberg: Universität der Bundeswehr München.

EGER, K., 2013. *Herstellung von Aluminium-Kohlenstoff-Faserverbundwerkstoffen unter Ausnutzung der Thixotropie*. Studienarbeit, Erlangen: Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg.

GRÜNER, A., 2013. *Beurteilung der Schweißbarkeit von speziellen, thixotrop-geformten Aluminiumblechen*. Diplomarbeit, München: Hochschule für angewandte Wissenschaften.

A Anhang

A - 6.1 Auswertung der Fasern im Anlieferungszustand

Die lichtmikroskopische Vermessung der Fasern im Ultradünnschnittverfahren mittels TEM ergab folgende Werte für die Fasergeometrien:

Tabelle A.1: Auswertung der Vermessung der Fasern im Anlieferungszustand.

Faser	Fläche / μm^2			Umfang / μm		
	Messwert A_{Faser}	Mittelwert \bar{A}_{Faser}	σ	Messwert U_{Faser}	Mittelwert \bar{U}_{Faser}	σ
AlMg3,5_F800	1351	2471,20	841,81	160	233,60	47,45
	1976			219,3		
	2674			252,5		
	2793			250,1		
	3562			286,1		
AlMg3,5_F800 Schwankung	29124	28913,25	1185,60	1084	1081,25	50,66
	28700			1018		
	27478			1081		
	30351			1142		
AlMg3,5_G800	8760	9345,80	1414,41	442,9	418,92	33,49
	7313			367,9		
	9351			402,1		
	10416			435,2		
	10889			446,5		
AlMg3,5_G800 Schwankung	83924	64765	19216,18	1853	1624,5	219,69
	78675			1771		
	47756			1457		
	48705			1417		

A - 6.1.1 Ergebnisse zur Längenmessungen von ondulierten Einzelfasern

Aus den Zuschnitten (50 mm x 50 mm) wurden jeweils 50 Einzelfasern (onduliert) aus den verschiedenen Ebene des Stacks herausgenommen und anschließend verstreckt.

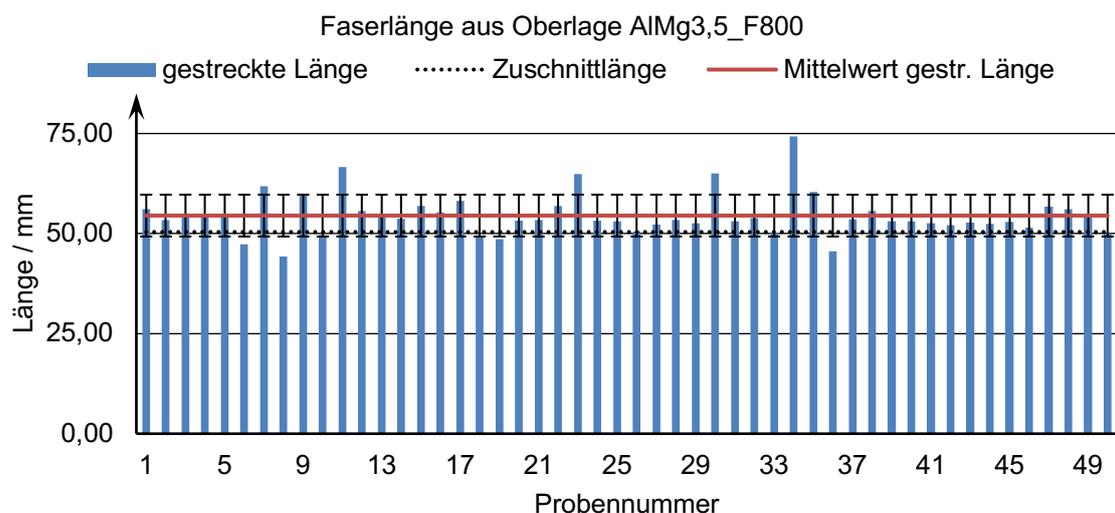


Abbildung A.1: Streckung und Messung der feinen Fasern (F800) aus der Oberlage des Stacks

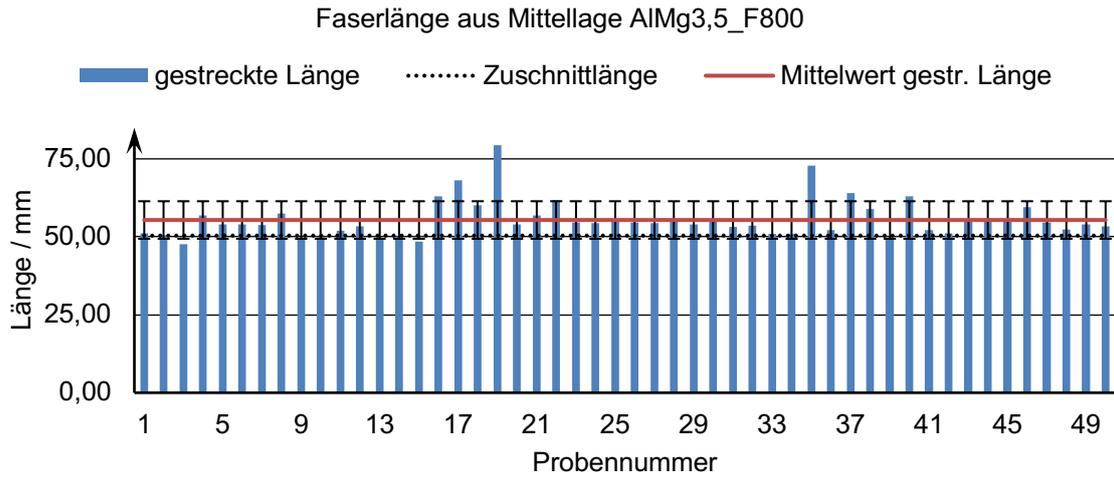


Abbildung A.2: Streckung und Messung der feinen Fasern aus der Mittellage des Stacks

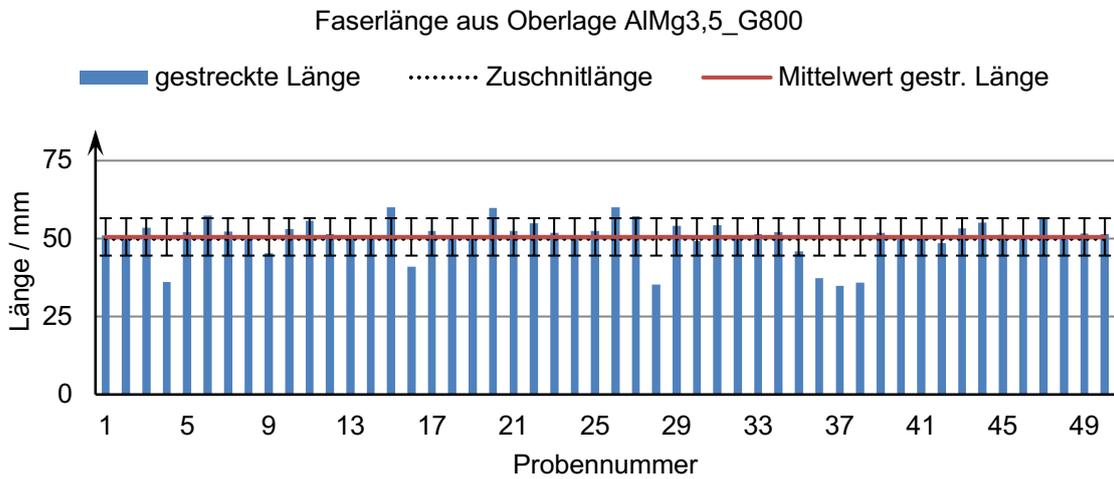


Abbildung A.3: Streckung und Messung der groben Fasern aus der Oberlage des Stacks

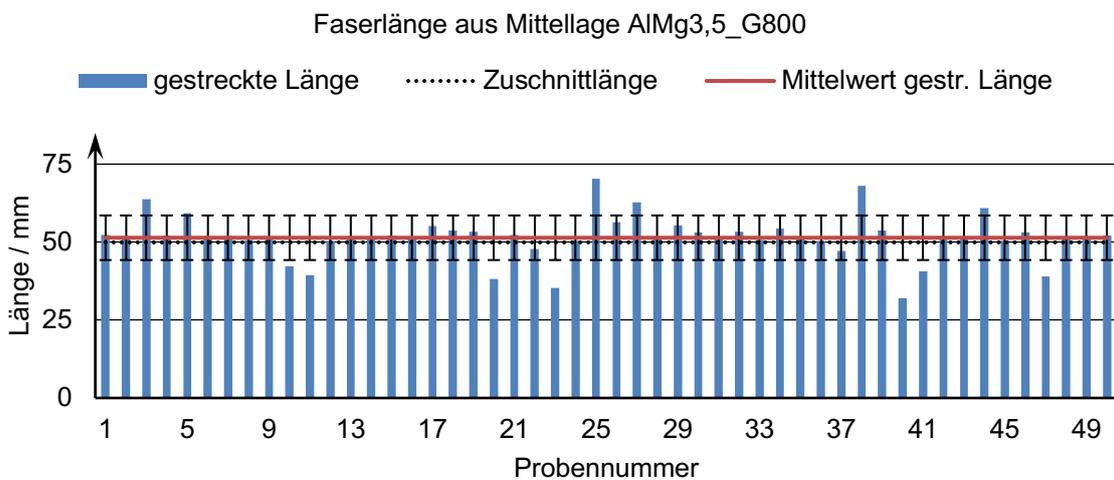


Abbildung A.4: Streckung und Messung der groben Fasern aus der Mittellage des Stacks

A - 6.2 Betrachtung der geometrischen Verhältnisse in der Oxidschicht

Die folgenden Abschnitte sollen die detaillierte Berechnung diverser geometrischer Größen der chemischen Verbindungen darlegen, die zur Beschreibung der Vorgänge während der Oxidation der Vliesfasern benötigt werden.

A - 6.2.1 Berechnung der Dichte der chemischen Elemente und Verbindungen

Für die Berechnung der eingenommenen Volumina, müssen die Verbindungen auf atomarer Ebene in den Einheitszelle gem. der Einteilung in die Bravais-Gitter betrachtet werden.

Tabelle A.2: Gitterparameter von Aluminium, Magnesium und deren Oxide gem. Bravais-Kristallsystem. Zusammengetragen aus (Thiele, 1962a, S. 8) (König, 1948, S. 92ff.) (Newnham, de Haan, 1962, S. 237) (Lide, 2008, S. 4–156ff.) (Riedel, 2004, S. 169/216) (Salmang, Telle, Scholze, 2007, S. 237)

Element / Verbindung	Gittertyp	Gitterparameter	Atome pro Einheitszelle
Al	kubisch flächenzentriert (fcc)	$a = 4,041 \text{ \AA}$	4
$\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	kubisch dichteste Packung (ccp)	$a = 7,890 \text{ \AA}$	8
$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	hexagonal dichteste Packung (hcp)	$a = 4,7591 \text{ \AA}$ $c = 12,9894 \text{ \AA}$ $\gamma = 120^\circ$	6
Mg	hexagonal dichteste Packung (hcp)	$a = 3,21 \text{ \AA}$ $c = 5,21 \text{ \AA}$ $\gamma = 120^\circ$	2
MgO	kubisch flächenzentriert (fcc)	$a = 4,2117 \text{ \AA}$	4

Daraus können die Volumina der Verbindungen berechnet werden.

❖ elementares Aluminium (Al)

Berechnung des Volumens der flächenzentrierten Einheitszelle:

$$V_{\text{EZ_Al}} = a^3 = (4,041 \text{ \AA})^3 = 65,989 \text{ \AA}^3 \quad \text{Gleichung A.1}$$

Im flächenzentrierten Kristallgitter enthält die Einheitszelle 4 Atome, woraus sich die molare Masse ermitteln lässt:

$$M_{\text{Al}} = 4 \cdot 26,982 \text{ u} = 107,928 \text{ u} \quad \text{Gleichung A.2}$$

Mit Hilfe des molaren Volumens kann wiederum die Dichte berechnet werden:

$$\rho_{\text{Al}} = \frac{M_{\text{Al}}}{V_{\text{EZ,Al}}} = \frac{107,928 \text{ u}}{65,989 \text{ \AA}^3} \quad \text{Gleichung A.3}$$

$$= \frac{107,928 \cdot 1,660538921 \cdot 10^{-27} \text{ kg}}{65,989 \cdot 10^{-30} \text{ m}^3} = 2,715 \text{ g/cm}^3$$

❖ gamma-Aluminium-(III)-Oxid ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$)

Das metastabile $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ kristallisiert in der defekten Spinellstruktur des Typs MgAl_2O_4 (Riedel et al., 2007, S. 294)). Dies ist auch konsistent mit der Annahme einer möglichen Spinellbildung an der Phasengrenze $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{MgO}$ (vgl. Abbildung 3.5 und (Riedel, Alsfasser, Janiak, Klapötke, Meyer, 2007, S. 174)).

Die Orientierung als kubisch dichteste Packung (ccp) kann durch eine kubisch tetragonale Einheitszelle beschrieben werden. Daraus ergibt sich das Volumen zu:

$$V_{\text{EZ},\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3} = a^3 = (7,89 \text{ \AA})^3 = 491,17 \text{ \AA}^3 \quad \text{Gleichung A.4}$$

Die Einheitszelle der Spinellstruktur MgAl_2O_4 (alternativ: $\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$) enthält 8 Moleküle (Riedel, Alsfasser, Janiak, Klapötke, Meyer, 2007, S. 310). Formell würde sich daraus ergeben:

$$M_{\text{MgAl}_2\text{O}_4} = 8 \cdot \text{MgAl}_2\text{O}_4 = 8 \cdot [M_{\text{Mg}} + 2 \cdot M_{\text{Al}} + 4 \cdot M_{\text{O}}] \quad \text{Gleichung A.5}$$

Da es sich bei $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ aber um eine defekte Spinellstruktur handelt, in der Mg nicht vorkommt, muss eine Umrechnung erfolgen. Zunächst werden alle Mg^{2+} -Kationen durch Al^{3+} -Kationen (Symbol Al^{subs}) ausgetauscht.

$$8 \cdot \text{MgAl}_2\text{O}_4 = 8 \cdot \text{Al}^{\text{subs}}\text{Al}_2\text{O}_4 \quad \text{Gleichung A.6}$$

Da die Ladung aber weiterhin ausgeglichen sein muss, gilt:

$$\text{Mg}^{2+} = \frac{2}{3} \cdot \text{Al}^{3+} \quad \text{Gleichung A.7}$$

und es folgt der Umrechnungsfaktor für die Substitution:

$$\text{Mg} = \text{Al}^{\text{subs}} = \frac{2}{3} \cdot \text{Al} \quad \text{Gleichung A.8}$$

Der Begriff einer defekten Spinellstruktur beruht darauf, dass durch die Substitution sowohl Oktaeder- und Tetraederlücken unbesetzt bleiben, die in einer normalen Spinellstruktur besetzt sind (Holleman, Wiberg, 1995, S. 1083).

Dadurch ergibt sich die finale Summenformel der Einheitszelle von $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, bei der nun gleiche Elemente zusammengefasst werden können:

$$\begin{aligned} 8 \cdot \text{MgAl}_2\text{O}_4 &= \text{Al}_{\frac{16}{3}}\text{Al}_{16}\text{O}_{32} = \text{Al}_{\frac{64}{3}}\text{O}_{32} = \frac{32}{3} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 && \text{Gleichung A.9} \\ &= 10,67 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \end{aligned}$$

Nun kann die molare Masse von $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ berechnet werden:

$$\begin{aligned} M_{\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3} &= 10,67 \cdot [2 \cdot 26,982\text{u} + 3 \cdot 15,999\text{u}] && \text{Gleichung A.10} \\ &= 1087,584\text{u} \end{aligned}$$

Aus dem Volumen und der molaren Masse der Einheitszelle lässt sich die Dichte von $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ berechnen:

$$\begin{aligned} \rho_{\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3} &= \frac{M_{\text{Al}_2\text{O}_3}}{V_{\text{EZ}\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3}} = \frac{1087,584\text{u}}{491,17\text{\AA}^3} && \text{Gleichung A.11} \\ &= \frac{1087,584 \cdot 1,660538921 \cdot 10^{-27}\text{kg}}{491,17 \cdot 10^{-30}\text{m}^3} = 3,676\text{ g/cm}^3 \end{aligned}$$

❖ alpha-Aluminium-(III)-Oxid ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$)

Das Volumens der trigonalen Einheitszelle ergibt sich zu:

$$\begin{aligned} V_{\text{EZ}\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3} &= a \cdot a \cdot c \cdot \sin \gamma && \text{Gleichung A.12} \\ &= 4,75\text{\AA} \cdot 4,75\text{\AA} \cdot 12,99\text{\AA} \cdot \sin 120 = 253,77\text{\AA}^3 \end{aligned}$$

Die Einheitszelle des $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ besteht aus 6 Molekülen $(3 + 2 \cdot \frac{1}{2} + 12 \cdot \frac{1}{6} = 6)$ und die molare Masse ergibt sich zu:

$$M_{\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3} = 6 \cdot [2 \cdot 26,982\text{u} + 3 \cdot 15,999\text{u}] = 611,766\text{u} \quad \text{Gleichung A.13}$$

Daraus resultiert die Dichte des $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$:

$$\begin{aligned} \rho_{\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3} &= \frac{M_{\text{Al}_2\text{O}_3}}{V_{\text{EZ}\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3}} = \frac{611,766\text{u}}{253,77\text{\AA}^3} && \text{Gleichung A.14} \\ &= \frac{611,766 \cdot 1,660538921 \cdot 10^{-27}\text{kg}}{253,77 \cdot 10^{-30}\text{m}^3} = 4,00\text{ g/cm}^3 \end{aligned}$$

❖ elementares Magnesium (Mg)

Das Volumens der Einheitszelle ergibt sich zu:

$$\begin{aligned} V_{EZ_Mg} &= a \cdot a \cdot c \cdot \sin \gamma = 3,21\text{\AA} \cdot 3,21\text{\AA} \cdot 5,21\text{\AA} \cdot \sin 120 && \text{Gleichung A.15} \\ &= 46,492\text{\AA}^3 \end{aligned}$$

Die trigonale Einheitszelle des MgO besteht aus 2 Atome ($4 \cdot \frac{1}{6} + 4 \cdot \frac{1}{12} + 1 = 2$)

$$M_{Mg} = 2 \cdot 24,305\text{u} = 48,61\text{u} \quad \text{Gleichung A.16}$$

Mit Hilfe des molaren Volumens kann wiederum die Dichte berechnet werden:

$$\begin{aligned} \rho_{Mg} &= \frac{M_{Mg}}{V_{EZ_Mg}} = \frac{48,61\text{u}}{46,492\text{\AA}^3} && \text{Gleichung A.17} \\ &= \frac{48,61 \cdot 1,660538921 \cdot 10^{-27}\text{kg}}{46,492 \cdot 10^{-30}\text{m}^3} = 1,736 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \end{aligned}$$

❖ Magnesium-(II)-Oxid (MgO)

Berechnung des Volumens der flächenzentrierten Einheitszelle:

$$V_{EZ_MgO} = a^3 = (4,2117\text{\AA})^3 = 74,708\text{\AA}^3 \quad \text{Gleichung A.18}$$

Im flächenzentrierten Kristallgitter enthält die Einheitszelle 4 Atome, woraus sich die molare Masse ermitteln lässt:

$$M_{MgO} = 4 \cdot [24,305\text{u} + 15,999\text{u}] = 161,216\text{u} \quad \text{Gleichung A.19}$$

Mit Hilfe des molaren Volumens kann wiederum die Dichte berechnet werden:

$$\begin{aligned} \rho_{MgO} &= \frac{M_{MgO}}{V_{EZ_MgO}} = \frac{161,216\text{u}}{74,708\text{\AA}^3} && \text{Gleichung A.20} \\ &= \frac{161,216 \cdot 1,660538921 \cdot 10^{-27}\text{kg}}{74,708 \cdot 10^{-30}\text{m}^3} = 3,583 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \end{aligned}$$

A - 6.2.2 Berechnung der Veränderung der Volumina infolge der Oxidation

Durch die Bindung des atmosphärischen Sauerstoffs ändert sich die Kristallstruktur und infolge dessen ebenso die geometrischen Verhältnisse an der Oberfläche. Folgend werden die möglichen Strukturänderungen betrachtet.

❖ Bildung von gamma-Aluminium-(III)-Oxid ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$)

An das vorliegende elementare Aluminium in der Faser ($\text{AlMg}_{3,5}$) werden durch chemische Reaktionen die Sauerstoffatome der Atmosphäre gebunden. Für die Bildung eines Aluminiumoxidmoleküls Al_2O_3 werden stöchiometrisch sowohl zwei Aluminiumatome als auch drei Sauerstoffatome benötigt. Die beiden Aluminiumatome werden aus dem Grundmaterial gelöst, wodurch die Faser abgetragen wird.

Die flächenzentrierte Einheitszelle des elementaren Aluminiums enthält 4 Atome, wodurch das Volumen der Einheitszelle Gleichung A.1 lediglich im die Hälfte verringert wird:

$$V_{\text{Al} \rightarrow \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3}^{\text{Abtrag}} = 1/2 \cdot 65,989 \text{ \AA}^3 = 32,9945 \text{ \AA}^3 \quad \text{Gleichung A.21}$$

Das gebildete $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ kristallisiert in der kubisch dichtesten Packung (ccp) und enthält 8 Moleküle in der kubisch tetragonalen Einheitszelle. Es wird zunächst nur die Bildung eines Moleküls Al_2O_3 betrachtet:

$$V_{\text{Al} \rightarrow \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3}^{\text{Auftrag}} = 1/8 \cdot 491,17 \text{ \AA}^3 = 61,39625 \text{ \AA}^3 \quad \text{Gleichung A.22}$$

Es wird deutlich, dass durch die Bildung von $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ das Volumen der Faser anwächst:

$$\frac{61,39625 \text{ \AA}^3}{100 \%} = \frac{32,9945 \text{ \AA}^3}{x_{\text{Al} \rightarrow \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3}^{\text{Abtrag}} \%} \Rightarrow x_{\text{Al} \rightarrow \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3}^{\text{Abtrag}} = 53,74 \% \quad \text{Gleichung A.23}$$

Bei der Bildung von $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ werden lediglich 53,74% Grundmaterial verbraucht und das Volumen der Fasern wächst durch die Oxidschichtbildung an. Der Volumenzuwachs der Fasern beträgt anteilig 46,26% der gemessenen Oxidschichtdicken.

❖ Bildung von alpha-Aluminium-(III)-Oxid ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$)

Wie bei der Bildung von $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ werden auch für die Bildung von $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ zwei Aluminiumatome benötigt. Dementsprechend trifft die Gleichung A.1 auch hier zu:

Die flächenzentrierte Einheitszelle des elementaren Aluminiums enthält 4 Atome, wodurch das Volumen der Einheitszelle Gleichung A.2 lediglich im die Hälfte verringert wird:

$$V_{\text{Al} \rightarrow \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3}^{\text{Abtrag}} = 1/2 \cdot 65,989 \text{ \AA}^3 = 32,9945 \text{ \AA}^3 \quad \text{Gleichung A.24}$$

Das gebildete $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ kristallisiert in der hexagonal dichtesten Packung (hcp) und enthält 6 Moleküle in der trigonalen Einheitszelle. Es wird zunächst nur die Bildung eines Moleküls Al_2O_3 betrachtet:

$$V_{\text{Al} \rightarrow \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3}^{\text{Auftrag}} = 1/6 \cdot 253,77 \text{ \AA}^3 = 42,295 \text{ \AA}^3 \quad \text{Gleichung A.25}$$

Es wird deutlich, dass durch die Bildung von $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ das Volumen der Faser anwächst:

$$\frac{42,295 \text{ \AA}^3}{100\%} = \frac{32,9945 \text{ \AA}^3}{x_{\text{Al} \rightarrow \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3}^{\text{Abtrag}} \%} \Rightarrow x_{\text{Al} \rightarrow \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3}^{\text{Abtrag}} = 78,01\% \quad \text{Gleichung A.26}$$

Bei der Bildung von $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ werden 78,01% des Grundmaterials verbraucht und das Volumen der Fasern wächst durch die Oxidschichtbildung an. Der Volumenzuwachs der Fasern beträgt 21,99% der gemessenen Oxidschichtdicken.

❖ Bildung von Magnesium-(II)-Oxid (MgO)

Bei der Oxidation von elementarem Magnesium zu Magnesiumoxid wird stöchiometrisch ein Magnesiumatom benötigt:

Die trigonale Einheitszelle des elementaren Magnesiums enthält 2 Atome, wodurch das Volumen der Einheitszelle Gleichung A.15) lediglich in die Hälfte verringert wird:

$$V_{\text{Mg} \rightarrow \text{MgO}}^{\text{Abtrag}} = 1/2 \cdot 46,492 \text{ \AA}^3 = 23,246 \text{ \AA}^3 \quad \text{Gleichung A.27}$$

Das gebildete MgO kristallisiert in der kubisch flächenzentrierten Struktur (fcc) und enthält 4 Moleküle in der Einheitszelle:

$$V_{\text{Mg} \rightarrow \text{MgO}}^{\text{Auftrag}} = 1/4 \cdot 74,708 \text{ \AA}^3 = 18,677 \text{ \AA}^3 \quad \text{Gleichung A.28}$$

Das Verhältnis von Abtrag zu Auftrag beträgt:

$$\frac{18,677 \text{ \AA}^3}{100\%} = \frac{23,246 \text{ \AA}^3}{x_{\text{Mg} \rightarrow \text{MgO}}^{\text{Abtrag}} \%} \Rightarrow x_{\text{Mg} \rightarrow \text{MgO}}^{\text{Abtrag}} = 124,46\% \quad \text{Gleichung A.29}$$

Zusammengefasst lässt sich aussagen, dass bei der Bildung einer reinen Magnesiumoxidschicht, die gemessene Oxidschichtdicke um 24,46% kleiner ist, als die Höhe der Ausgangsschicht.

❖ **Umwandlung von gamma-Aluminium-(III)-Oxid ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) in alpha-Aluminium-(III)-Oxid ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$)**

Bei der Umwandlung von $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ in $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ verändert sich die Kristallstruktur von der kubisch dichtesten Packung (ccp) in die hexagonal dichteste Packung (hcp).

Stöchiometrisch besteht bei beiden Modifikationen das gleiche Verhältnis, lediglich die Anzahl der Moleküle pro Einheitszelle unterscheiden sind. Die kubisch flächenzentrierte Einheitszelle des $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ enthält 8 Atome, was der Gleichung A.22) entspricht:

$$V_{\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 \rightarrow \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3}^{\text{Abtrag}} = 1/8 \cdot 491,17 \text{ \AA}^3 = 61,39625 \text{ \AA}^3 \quad \text{Gleichung A.30}$$

Das gebildete $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ enthält 6 Moleküle in der trigonalen Einheitszelle, was der Gleichung A.25) entspricht:

$$V_{\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 \rightarrow \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3}^{\text{Auftrag}} = 1/6 \cdot 253,77 \text{ \AA}^3 = 42,295 \text{ \AA}^3 \quad \text{Gleichung A.31}$$

In diesem Fall ist der Abtrag $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ größer als der Auftrag $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$:

$$\begin{aligned} \frac{42,295 \text{ \AA}^3}{100\%} &= \frac{61,39625 \text{ \AA}^3}{X_{\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 \rightarrow \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3}^{\text{Abtrag}} \%} \Rightarrow X_{\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 \rightarrow \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3}^{\text{Abtrag}} \\ &= 147,53\% \end{aligned} \quad \text{Gleichung A.32}$$

Es wird mehr Material abgetragen ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) als gleichzeitig aufwächst ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$). Die Ausgangsdicke des abgetragenen Materials ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) ist um 47,53% größer als die gemessene Oxidschichtdicke ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$).

A - 6.2.3 Überlagerung der Oxidanteile von Aluminium- und Magnesiumoxid

Es wird angenommen, dass die Legierungsbestandteile im Ausgangsgefüge gleichmäßig verteilt vorliegen. Die Zusammensetzung der Oxidschicht wird aus der Umsetzung des Ausgangsgefüges genährt. Dementsprechend verringert sich das Volumen der Fasern anteilig.

❖ **Zusammensetzung aus gamma-Aluminium-(III)-Oxid ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) und Magnesium-(II)-Oxid (MgO)**

Zunächst wird die Zusammensetzung der Oxidschicht aus 30% $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ und 70% MgO betrachtet. Dementsprechend wird auch das Ausgangsmaterial im selben Verhältnis abgetragen:

$$V_{\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO}_{\text{gesamt}}}^{\text{Abtrag}} = 0,3 \cdot V_{\text{Al} \rightarrow \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3}^{\text{Abtrag}} + 0,7 \cdot V_{\text{Mg} \rightarrow \text{MgO}}^{\text{Abtrag}} \quad \text{Gleichung A.33}$$

Die Werte setzen sich anteilig aus den Abtragsraten der Einzelumsätze zusammen (vgl. Gleichung A.21 und Gleichung A.27):

$$\begin{aligned} V_{\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3+\text{MgO_gesamt}}^{\text{Abtrag}} &= 0,3 \cdot 32,9945 \text{ \AA}^3 + 0,7 \cdot 23,246 \text{ \AA}^3 && \text{Gleichung A.34} \\ &= 26,171 \text{ \AA}^3 \end{aligned}$$

Die gebildete Oxidschicht nimmt entsprechend anteilig das Volumen der Wachstumsraten ein:

$$V_{\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3+\text{MgO_gesamt}}^{\text{Auftrag}} = 0,3 \cdot V_{\text{Al} \rightarrow \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3}^{\text{Auftrag}} + 0,7 \cdot V_{\text{Mg} \rightarrow \text{MgO}}^{\text{Auftrag}} \quad \text{Gleichung A.35}$$

Die anteiligen Werte ergeben sich zu (vgl. Gleichung A.22 und Gleichung A.28):

$$\begin{aligned} V_{\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3+\text{MgO_gesamt}}^{\text{Auftrag}} &= 0,3 \cdot 61,39625 \text{ \AA}^3 + 0,7 \cdot 18,677 && \text{Gleichung A.36} \\ &= 31,498 \text{ \AA}^3 \end{aligned}$$

Daraus lässt sich wiederum die Volumenänderung der Fasern ermitteln:

$$\begin{aligned} \frac{31,498 \text{ \AA}^3}{100 \%} &= \frac{26,171 \text{ \AA}^3}{x_{\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3+\text{MgO_gesamt}}^{\text{Abtrag}} \%} && \text{Gleichung A.37} \\ \Rightarrow x_{\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3+\text{MgO_gesamt}}^{\text{Abtrag}} &= 83,09 \% \end{aligned}$$

❖ Zusammensetzung aus alpha-Aluminium-(III)-Oxid ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) und Magnesium-(II)-Oxid (MgO)

Nun wird die mögliche Zusammensetzung der Oxidschicht aus 30% $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ und 70% MgO betrachtet:

$$V_{\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3+\text{MgO_gesamt}}^{\text{Abtrag}} = 0,3 \cdot V_{\text{Al} \rightarrow \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3}^{\text{Abtrag}} + 0,7 \cdot V_{\text{Mg} \rightarrow \text{MgO}}^{\text{Abtrag}} \quad \text{Gleichung A.38}$$

Die Werte setzen sich anteilig aus den Abtragsraten der Einzelumsätze zusammen (Gleichung A.24) und Gleichung A.27):

$$\begin{aligned} V_{\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3+\text{MgO_gesamt}}^{\text{Abtrag}} &= 0,3 \cdot 32,9945 \text{ \AA}^3 + 0,7 \cdot 23,246 \text{ \AA}^3 && \text{Gleichung A.39} \\ &= 26,171 \text{ \AA}^3 \end{aligned}$$

Die gebildete Oxidschicht nimmt entsprechend anteilig das Volumen der Wachstumsraten ein:

$$V_{\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3+\text{MgO_gesamt}}^{\text{Auftrag}} = 0,3 \cdot V_{\text{Al} \rightarrow \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3}^{\text{Auftrag}} + 0,7 \cdot V_{\text{Mg} \rightarrow \text{MgO}}^{\text{Auftrag}} \quad \text{Gleichung A.40}$$

Die anteiligen Werte ergeben sich zu (Gleichung A.25 und Gleichung A.28):

$$\begin{aligned} V_{\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3+\text{MgO_gesamt}}^{\text{Auftrag}} &= 0,3 \cdot 42,295 \text{ \AA}^3 + 0,7 \cdot 18,677 \\ &= 25,7624 \text{ \AA}^3 \end{aligned} \quad \text{Gleichung A.41}$$

Daraus lässt sich wiederum die Volumenänderung der Fasern ermitteln:

$$\begin{aligned} \frac{25,7624 \text{ \AA}^3}{100 \%} &= \frac{26,171 \text{ \AA}^3}{x_{\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3+\text{MgO_gesamt}}^{\text{Abtrag}} \%} \\ \Rightarrow x_{\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3+\text{MgO_gesamt}}^{\text{Abtrag}} &= 101,59 \% \end{aligned} \quad \text{Gleichung A.42}$$

A - 6.2.4 Ergebnisse der Vermessung der Oxidschicht nach Erwärmung

Die unterschiedlichen Fasergeometrien wurden unterschiedlichen Temperaturen für verschiedene Zeiten ausgesetzt (vgl. Tabelle 6.6):

Tabelle A.3: Faserzustände bei der Dickenmessung der Oxidschicht.

Nr.	Faser	T _{Temperierung}	t _{Temperierung}	Wärmebehandlung
1	AlMg3,5_F800	RT	> 2000 h	Anlieferungszustand, vakuumverpackt
2	AlMg3,5_G800	RT	> 2000 h	Anlieferungszustand, vakuumverpackt
3	AlMg3,5_F800	620 °C	30 s	Erhitzung im Ofen
4	AlMg3,5_F800	620 °C	60 s	Erhitzung im Ofen
5	AlMg3,5_G800	620 °C	30 s	Erhitzung im Ofen
6	AlMg3,5_G800	620 °C	60 s	Erhitzung im Ofen

Die Vermessung der feinen Fasern mittels TEM nach einer Temperierung bei 620 °C für 30 s:

Tabelle A.4: Auswertung der Oxidschichtgeometrie von feinen Fasern (AlMg3,5_F800) nach einer Temperierung bei T=620 °C für eine Dauer von 30 s

Nr.	Höhe gemessen / nm	Fläche A / nm ²	Lauflänge L / nm			Höhe berechnet $\left(\frac{A}{L}\right)$ / nm
			innen / nm	außen / nm	Mittelwert \bar{L} / nm	
1	38	9039	328	358	343,0	26,353
2	40	9788	255	267	261,0	37,502
3	35	15954	448	441	444,5	35,890
4	20	29676	821	813	817,0	36,323
	Ø 34,5					Ø 34,017
						σ 5,155

Die Vermessung der feinen Fasern mittels TEM nach einer Temperierung bei 620 °C für 60 s:

Tabelle A.5: Auswertung der Oxidschichtgeometrie von feinen Fasern (AlMg3,5_F800) nach einer Temperierung bei $T=620\text{ °C}$ für eine Dauer von 60 s

Nr.	Höhe gemessen / nm	Fläche A / nm ²	Lauflänge L / nm			Höhe berechnet $\left(\frac{A}{\bar{L}}\right)$ / nm
			innen / nm	außen / nm	Mittelwert \bar{L} / nm	
1	80	32581	596	629	343	53,139
2	40	18106	419	391	405	44,706
3	70	36071	552	602	577	62,515
4	55	18371	380	336	358	51,316
	Ø 61,3					Ø 52,932
						σ 7,352

Die Vermessung der groben Fasern mittels TEM nach einer Temperierung bei 620 °C für 30 s:

Tabelle A.6: Auswertung der Oxidschichtgeometrie von feinen Fasern (AlMg3,5_G800) nach einer Temperierung bei $T=620\text{ °C}$ für eine Dauer von 30 s

Nr.	Höhe gemessen / nm	Fläche A / nm ²	Lauflänge L / nm			Höhe berechnet $\left(\frac{A}{\bar{L}}\right)$ / nm
			innen / nm	außen / nm	Mittelwert \bar{L} / nm	
1	12	2764	227	233	230,0	12,017
2	8	2531	195	183	189,0	13,392
3	12	4288	232	217	224,5	19,100
4	15	6384	252	255	253,5	25,183
	Ø11,8					Ø 17,423
						σ 6,014

Die Vermessung der groben Fasern mittels TEM nach einer Temperierung bei 620 °C für 60 s:

Tabelle A.7: Auswertung der Oxidschichtgeometrie von feinen Fasern (AlMg3,5_G800) nach einer Temperierung bei $T=620\text{ °C}$ für eine Dauer von 60 s

Nr.	Höhe gemessen / nm	Fläche A / nm ²	Lauflänge L / nm			Höhe berechnet $\left(\frac{A}{\bar{L}}\right)$ / nm
			innen / nm	außen / nm	Mittelwert \bar{L} / nm	
1	50	10746	410	403	406,5	24,435
2	25	9176	403	324	363,5	25,243
3	22	4632	237	253	245,0	18,906
4	25	35059	750	763	756,5	46,343
5	45	16493	251	281	266,0	62,003
	Ø 33,4					Ø 35,786
						σ 17,905

A - 6.2.5 Berechnung Oxidanteil

Für die Berechnung eines Fasermodells mit äquivalentem Grundflächeninhalt wurde die Annahme eines Kreiszyinders getroffen, weil diese Form dem Original am nächsten kommt. Mit Hilfe von Tabelle 6.1 konnte der entsprechende Radius der Grundfläche berechnet werden:

Tabelle A.8: Berechnung eines Radius für die Modellierung eines Kreiszyinders mit äquivalenter Grundfläche

Faser	Fläche / μm^2		Berechneter Ausgangsradius r^* / μm		
	\bar{A}_{Faser}	σ	$-\sigma$	nominal	$+\sigma$
AlMg3,5_F800	2471,20	841,81	22,773886	28,046522	32,474065
AlMg3,5_G800	9345,80	1414,41	50,245784	54,542282	58,524202

Weiterhin werden die berechneten Oxidschichtdicken aus den Messungen gemäß Tabelle 6.7 benötigt, um die Veränderung des Radius zu betrachten:

Tabelle A.9: Berechnete Oxidschichtdicke nach Temperierung bei 620°C nach unterschiedlichen Zeiten. Die Werte entsprechen der Tabelle 6.7.

Faser	$t_{\text{Temperierung}}$	Berechnete Höhe / nm		
		$-\sigma$	nominal	$+\sigma$
AlMg3,5_F800	0 s	--	0*	--
AlMg3,5_F800	30 s	28,8625578	34,01745808	39,1723583
AlMg3,5_F800	60 s	45,5800905	52,93250401	60,2849174
AlMg3,5_G800	0 s	--	0*	--
AlMg3,5_G800	30 s	11,4089757	17,42314509	23,4373145
AlMg3,5_G800	60 s	17,8815749	35,78649211	53,6914092

Für den Radius nach der Oxidation ist der Abtrag nach Tabelle 6.5 entscheidend. Besteht die Oxidschicht aus 30% $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ und 70% MgO dann wird das Grundmaterial in Höhe von 83,09% der Oxidschichthöhe abgetragen. Bei der Zusammensetzung aus 30% $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ und 70% MgO wird das Trägermaterial sogar um 101,59% abgetragen. Die Berechnung des neuen Gesamtradius nach der Oxidation setzt sich zusammen aus:

$$r_{\text{gesamt}}^* = (\text{Ausgangsradius } r^*) - (\text{Abtrag} * \text{berechnete Höhe des Oxids})$$

$$+ (\text{berechnete Höhe des Oxids})$$

Gleichung A.43

Beispielhaft werden zwei Berechnungen aufgeführt:

1. Ausgehend vom nominalen Wert der feinen Fasern mit einer Temperierung bei 620°C über $t_{\text{Temperierung}} = 30\text{ s}$ und einer Oxidzusammensetzung von $0,7 \cdot \text{MgO} + 0,3 \cdot \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ergibt sich:

$$\begin{aligned} r_{\text{gesamt_F800_30s}}^* &= (28,046522 \mu\text{m} - 0,8309 * 34,01745808 \cdot 10^{-3} \mu\text{m}) \\ &\quad + 34,01745808 \cdot 10^{-3} \mu\text{m} = 28,0522743 \mu\text{m} \end{aligned}$$

2. Ausgehend vom unteren Grenzwert der groben Fasern mit einer Temperierung bei 620°C über $t_{\text{Temperierung}} = 60\text{ s}$ und einer Oxidzusammensetzung von $0,7 \cdot \text{MgO} + 0,3 \cdot \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ergibt sich:

$$r_{\text{gesamt_G800_60s}}^* = (50,245784 \mu\text{m} - 1,0159 \cdot 17,8815749 \cdot 10^{-3} \mu\text{m}) \\ + 17,8815749 \cdot 10^{-3} \mu\text{m} = 54,5417130 \mu\text{m}$$

In die Berechnung der Einzelwerte wurden die Nominalwerte mit und ohne Streuung einbezogen. Weiterhin wurde zwischen der Oxidzusammensetzung unterschieden, die sich durch den Abtrag unterscheiden.

Tabelle A.10: Berechnete Radien der als Kreiszyylinder modellierten Fasern nach den entsprechenden Oxidationszeiten bei 620 °C.

Faser	t _{Temperierung}	r _{gesamt_0,7-MgO+0,3-γ-Al₂O₃} / μm			r _{gesamt_0,7-MgO+0,3-α-Al₂O₃} / μm		
		-σ	nominal	+σ	-σ	nominal	+σ
AlMg3,5_F800	0s	22,7738860	28,0465220	32,4740650	22,7738860	28,0465220	32,4740650
AlMg3,5_F800	30s	22,7734271	28,0459811	32,4734422	22,7787667	28,0522743	32,4806890
AlMg3,5_F800	60s	22,7731613	28,0456804	32,4731065	22,7815936	28,0554729	32,4842592
AlMg3,5_G800	0s	50,2457840	54,5422820	58,5242020	50,2457840	54,5422820	58,5242020
AlMg3,5_G800	30s	50,2456026	54,5420050	58,5238293	50,2477133	54,5452283	58,5281652
AlMg3,5_G800	60s	50,2454997	54,5417130	58,5233483	50,2488078	54,5483335	58,5332812

Die Gleichung A.43 enthält die anteiligen Werte an vorhandenem Grundmaterial nach der Oxidation sowie den Anteil an gebildetem Oxid bezüglich des Gesamtvolumens. Die relativen Verhältnisse zwischen Tabelle A.9 und Tabelle A.10 können nun ausgewertet werden, woraus sich letztendlich die Oxidanteile der Fasern nach der Temperierung ergeben. Auch bei dieser Berechnung der Werte wurden die Grenzwerte betrachtet:

Tabelle A.11: Oxidanteile der Fasern nach den unterschiedlichen Oxidationszeiten bei 620 °C.

Faser	t _{Temperierung}	Oxidanteil _{0,7-MgO+0,3-γ-Al₂O₃} / %			Oxidanteil _{0,7-MgO+0,3-α-Al₂O₃} / %		
		-σ	nominal	+σ	-σ	nominal	+σ
AlMg3,5_F800	0s	--	0*	--	--	0*	--
AlMg3,5_F800	30s	0,126738	0,121292	0,120629	0,126738	0,121265	0,120602
AlMg3,5_F800	60s	0,200148	0,188737	0,185646	0,200148	0,188671	0,185582
AlMg3,5_G800	0s	--	0*	--	--	0*	--
AlMg3,5_G800	30s	0,022706	0,031944	0,040047	0,022706	0,031943	0,040045
AlMg3,5_G800	60s	0,035588	0,065613	0,091744	0,035588	0,065605	0,091728

A - 6.3 Ergebnisse zur Berechnung der Phasenverteilung mit ThermoCalc

Tabelle A.12: Festphasenanteil (Gleichgewichtserstarrung) in Abhängigkeit von der Temperatur (in °C) für die tatsächliche Legierung EN AW 5154A; berechnet für verschiedene Aluminiumoxid-Anteile mit der Datenbank TCAL2.0.

Festphase / %	T / °C für 0% Al ₂ O ₃	T / °C für 1% Al ₂ O	T / °C für 5% Al ₂ O	Festphase / %	T / °C für 0% Al ₂ O ₃	T / °C für 1% Al ₂ O	T / °C für 5% Al ₂ O
0	642,4	-	-	41	633,6	633,8	634,9
1	642,1	642,4	-	42	633,3	633,6	634,6
2	641,9	642,1	-	43	633,0	633,3	634,4
3	641,6	641,9	-	44	632,8	633,0	634,1
4	641,4	641,6	-	45	632,5	632,8	633,8
5	641,2	641,4	642,4	46	632,2	632,5	633,6
6	641,0	641,2	642,1	47	631,9	632,2	633,3
7	640,8	641,0	641,9	48	631,6	631,9	633,0
8	640,6	640,8	641,6	49	631,3	631,6	632,8
9	640,4	640,6	641,4	50	630,9	631,3	632,5
10	640,2	640,4	641,2	51	630,6	630,9	632,2
11	640,0	640,2	641,0	52	630,3	630,6	631,9
12	639,8	640,0	640,8	53	629,9	630,3	631,6
13	639,6	639,8	640,6	54	629,6	629,9	631,3
14	639,5	639,6	640,4	55	629,2	629,6	630,9
15	639,3	639,5	640,2	56	628,8	629,2	630,6
16	639,1	639,3	640,0	57	628,5	628,8	630,3
17	638,9	639,1	639,8	58	628,1	628,5	629,9
18	638,7	638,9	639,6	59	627,7	628,1	629,6
19	638,5	638,7	639,5	60	627,3	627,7	629,2
20	638,3	638,5	639,3	61	626,9	627,3	628,8
21	638,1	638,3	639,1	62	626,4	626,9	628,5
22	637,9	638,1	638,9	63	626,0	626,4	628,1
23	637,7	637,9	638,7	64	625,5	626,0	627,7
24	637,5	637,7	638,5	65	625,1	625,5	627,3
25	637,3	637,5	638,3	66	624,6	625,1	626,9
26	637,1	637,3	638,1	67	624,1	624,6	626,4
27	636,9	637,1	637,9	68	623,6	624,1	626,0
28	636,7	636,9	637,7	69	623,1	623,6	625,5
29	636,5	636,7	637,5	70	622,5	623,1	625,1
30	636,3	636,5	637,3	71	622,0	622,5	624,6
31	636,0	636,3	637,1	72	621,4	622,0	624,1
32	635,8	636,0	636,9	73	620,8	621,4	623,6
33	635,6	635,8	636,7	74	620,2	620,8	623,1
34	635,3	635,6	636,5	75	619,5	620,2	622,5
35	635,1	635,3	636,3	76	618,8	619,5	622,0
36	634,9	635,1	636,0	77	618,2	618,8	621,4
37	634,6	634,9	635,8	78	617,4	618,2	620,8
38	634,4	634,6	635,6	79	616,7	617,4	620,2
39	634,1	634,4	635,3	80	615,9	616,7	619,5
40	633,8	634,1	635,1				

A - 6.4 Ergebnisse zur Berechnung der Phasenverteilung mittels ThermoCalc

Tabelle A.13: Festphasenanteil (*Scheil-Gulliver-Erstarrung*) in Abhängigkeit von der Temperatur (in °C) für die tatsächliche Legierung EN AW 5154A; berechnet für verschiedene Aluminiumoxid-Anteile mit der Datenbank TCAL2.0.

Festphase / %	T / °C für 0% Al ₂ O ₃	T / °C für 1% Al ₂ O	T / °C für 5% Al ₂ O	Festphase / %	T / °C für 0% Al ₂ O ₃	T / °C für 1% Al ₂ O	T / °C für 5% Al ₂ O
0	642,2	-	-	41	632,4	632,7	633,9
1	641,9	642,2	-	42	632,0	632,4	633,6
2	641,7	641,9	-	43	631,7	632,0	633,3
3	641,4	641,7	-	44	631,3	631,7	633,0
4	641,2	641,4	-	45	631,0	631,3	632,7
5	641,0	641,2	642,2	46	630,6	631,0	632,4
6	640,8	641,0	641,9	47	630,2	630,6	632,0
7	640,5	640,8	641,7	48	629,8	630,2	631,7
8	640,3	640,5	641,4	49	629,4	629,8	631,3
9	640,1	640,3	641,2	50	629,0	629,4	631,0
10	639,9	640,1	641,0	51	628,5	629,0	630,6
11	639,7	639,9	640,8	52	628,0	628,5	630,2
12	639,5	639,7	640,5	53	627,6	628,0	629,8
13	639,3	639,5	640,3	54	627,1	627,6	629,4
14	639,1	639,3	640,1	55	626,6	627,1	629,0
15	638,9	639,1	639,9	56	626,0	626,6	628,5
16	638,6	638,9	639,7	57	625,5	626,0	628,0
17	638,4	638,6	639,5	58	624,9	625,5	627,6
18	638,2	638,4	639,3	59	624,3	624,9	627,1
19	638,0	638,2	639,1	60	623,6	624,3	626,6
20	637,8	638,0	638,9	61	623,0	623,6	626,0
21	637,6	637,8	638,6	62	622,3	623,0	625,5
22	637,4	637,6	638,4	63	621,5	622,3	624,9
23	637,2	637,4	638,2	64	620,8	621,5	624,3
24	636,9	637,2	638,0	65	620,0	620,8	623,6
25	636,7	636,9	637,8	66	619,1	620,0	623,0
26	636,5	636,7	637,6	67	618,2	619,1	622,3
27	636,3	636,5	637,4	68	617,3	618,2	621,5
28	636,0	636,3	637,2	69	616,3	617,3	620,8
29	635,8	636,0	636,9	70	615,2	616,3	620,0
30	635,5	635,8	636,7	71	614,2	615,2	619,1
31	635,3	635,5	636,5	72	613,1	614,2	618,2
32	635,0	635,3	636,3	73	611,9	613,1	617,3
33	634,7	635,0	636,0	74	610,6	611,9	616,3
34	634,5	634,7	635,8	75	609,3	610,6	615,2
35	634,2	634,5	635,5	76	607,8	609,3	614,2
36	633,9	634,2	635,3	77	606,2	607,8	613,1
37	633,6	633,9	635,0	78	604,5	606,2	611,9
38	633,3	633,6	634,7	79	602,7	604,5	610,6
39	633,0	633,3	634,5	80	600,8	602,7	609,3
40	632,7	633,0	634,2				

A - 6.5 Ergebnisse zur Berechnung der Phasenverteilung mittels ThermoCalc

Mit der statistischen Versuchsplanungsmethode nach Plackett-Burman und der Software-Tool Visual-XSel® 12.0 Weibull/Multivar (Ronniger, 2013) wurde ein teilfaktorieller Versuchsplan erarbeitet. Die spezifische Versuchsmatrix zeigt 12 verschiedene Test-legierungen, deren Komposition Rückschlüsse auf den Einfluss einzelner Legierungselemente geben. Die festphasenabhängigen Temperaturen der Testlegierungen wurden mittels ThermoCalc berechnet. Nachteil dieser einfachen, statistischen Methode ist, dass Einflüsse höherer Ordnung (Wechselwirkung der Legierungselemente untereinander) nicht identifiziert werden können.

Tabelle A.14: Statistischer Versuchsplan für die Einstellung temperaturabhängiger Festphasenanteile mit Testlegierungen in den min./max. Grenzen gem. EN AW 5154A. Erstellt mit Plackett-Burman Methode in Visual-XSel® 12.0

Nr.	Si / %	Fe / %	Cu / %	Mn / %	Mg / %	Cr / %	Zn / %	Ti / %	Al / %
1	0,5	0,5	0,1	0	3,9	0,25	0	0,2	bal.
2	0	0	0	0,5	3,9	0,25	0	0,2	bal.
3	0,5	0	0	0	3,9	0,25	0,02	0	bal.
4	0,5	0,5	0	0,5	3,9	0	0,02	0	bal.
5	0	0,5	0,1	0,5	3,1	0,25	0,02	0	bal.
6	0,5	0	0,1	0	3,1	0	0,02	0,2	bal.
7	0	0	0,1	0,5	3,9	0	0,02	0,2	bal.
8	0,5	0,5	0	0,5	3,1	0	0	0,2	bal.
9	0	0,5	0,1	0	3,9	0	0	0	bal.
10	0	0,5	0	0	3,1	0,25	0,02	0,2	bal.
11	0,5	0	0,1	0,5	3,1	0,25	0	0	bal.
12	0	0	0	0	3,1	0	0	0	bal.

A - 6.6 Rheologische Messungen

Laut Gleichung 2.1 muss die Viskosität bei konstanter Scherrate und zunehmender Schubspannungen ebenfalls ansteigen. Das Abbildung A.5 zeigt für alle Proben erwartungsgemäß die Viskositätszunahme mit fallender Temperatur. Der Viskositätsverlauf ist nicht linear. Innerhalb jeder Probereihe nimmt die Viskosität mit zunehmender Scherrate ab. Dies deutet auf ein scherverdünnendes Verhalten (bei konstanter Scherrate) hin.

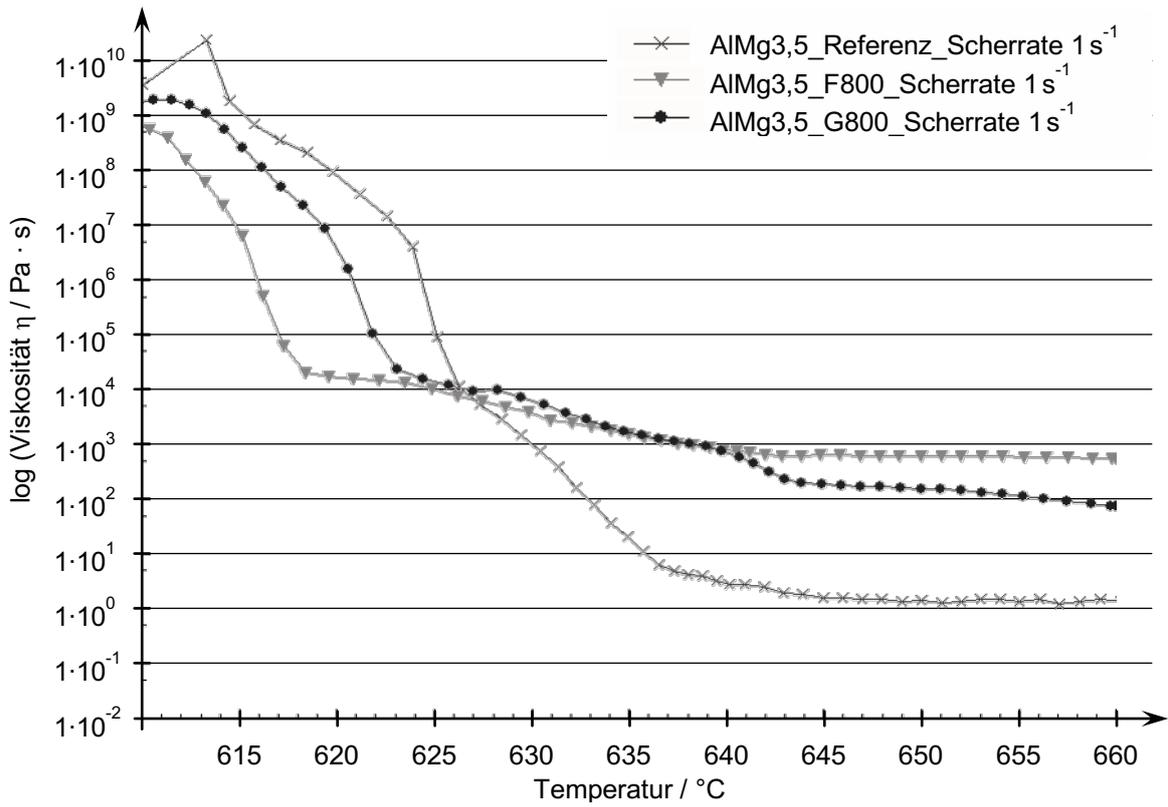


Abbildung A.5: Einfluss der Oxidanteile auf die Viskosität der unterschiedlichen AlMg3,5-Probekörper bei einer konstanten Scherrate von 1 s^{-1}

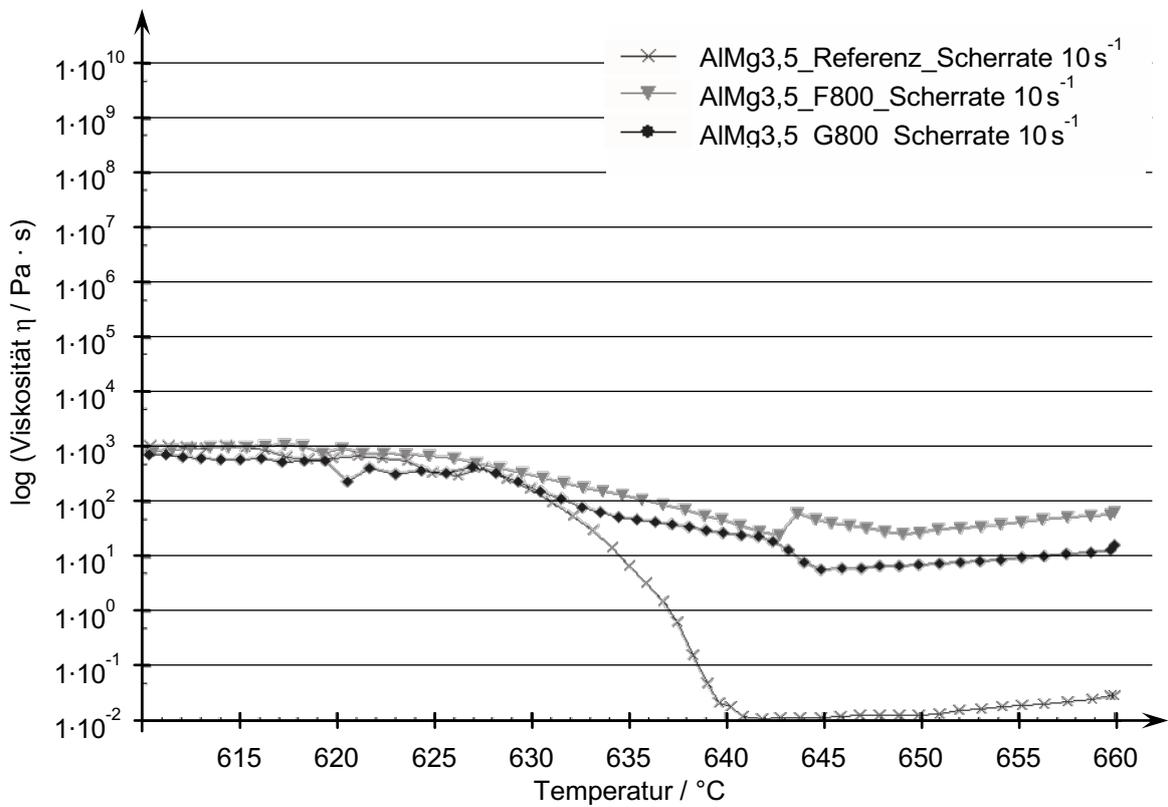


Abbildung A.6: Einfluss der Oxidanteile auf die Viskosität der unterschiedlichen AlMg3,5-Probekörper bei einer konstanten Scherrate von 10 s^{-1}

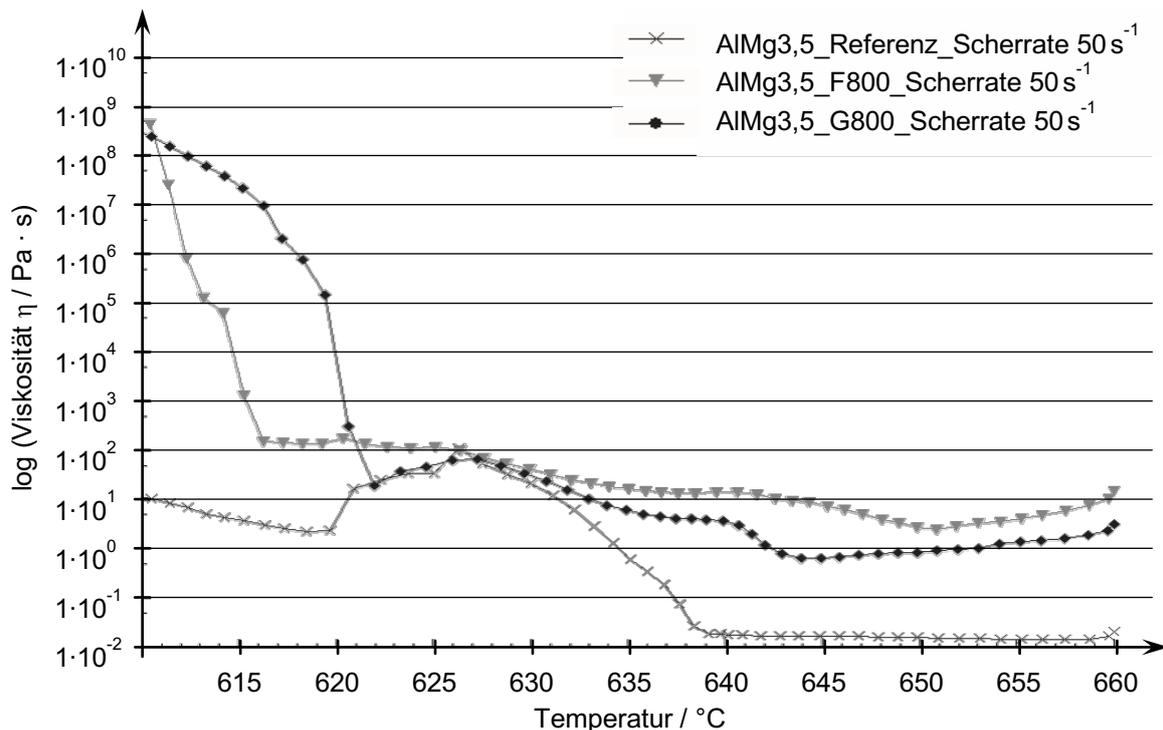


Abbildung A.7: Einfluss der Oxidanteile auf die Viskosität der unterschiedlichen AlMg_{3,5}-Probekörper bei einer konstanten Scherrate von 50 s⁻¹

Die Viskositätswerte der unterschiedlichen Proben nähern sich mit fallender Temperatur aneinander an. Bei einer Temperatur von 627°C sind die Viskositätswerte aller Proben bei gleicher Scherrate annähernd identisch:

1. Bei der Scherrate von 1 s⁻¹ (Abbildung A.5) stellt die Temperatur 627°C einen Wendepunkt für den weiteren Viskositätsverlauf dar. Unterhalb von 627°C ist die Viskosität der Probe mit dem größten Oxidanteil (F800) am geringsten und die Viskosität mit dem geringsten Oxidanteil (Referenzprobe) am größten.
2. Bei der Scherrate von 10 s⁻¹ (Abbildung A.6) verlaufen die Viskositätswerte aller Proben ab der Temperatur 627°C etwa deckungsgleich. Bei der Temperatur 610°C sind die Viskositätswerte bei einer Scherrate von 10 s⁻¹ gegenüber einer Scherrate von 1 s⁻¹ um den Faktor 10⁶ kleiner. Die Viskosität ist stark scherratenabhängig und nicht linear.
3. Bei der Scherrate von 50 s⁻¹ (Abbildung A.7) zeigt der Viskositätsverlauf am Ende der Messung (610°C) dieselbe Sortierung der oxidabhängigen Viskosität wie bei einer Scherrate von 1 s⁻¹ (Abbildung 6.20). Allerdings ist die Messung unterhalb von 627°C mit einem Slipeffekt behaftet. So zeigen sich bei der Referenzprobe (619°C - 627°C) und groben Faserprobe (622°C - 627°C) Viskositätsabfälle. Bei der feinen Faserprobe (616°C - 622°C) stagniert die Viskosität in diesem Temperaturbereich. Die Viskositätswerte aller Proben sind bei einer Scherrate von 50 s⁻¹ unterhalb von 627°C stark fehlerbehaftet.