

Diplomarbeit

„Pulverkonsolidierung zu nanostrukturierten Werkstoffen mittels Hochdruck-Torsionsverformung“

ausgeführt zum Zwecke der Erlangung des akademischen Grades
„Diplomingenieur“ unter der Leitung von

Univ. Prof. Dipl.-Ing. Dr. techn. Herbert Danninger
E 164
Institut für Chemische Technologien und Analytik

und

Ao.Univ.Prof.Dr. Michael J. Zehetbauer
Forschungsgruppe Physik Nanostrukturierter Materialien
Fakultät für Physik, Universität Wien

Eingereicht an der Technischen Universität Wien
Fakultät für Technische Chemie

von

BSc. Sladjana Kahofer
Matr.Nr.9426527

Handelskai 132/1/4
A-1020 Wien

Wien, im Februar 2011

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei all jenen bedanken, die mir durch Ihre Unterstützung mit wertvollen Ratschlägen zur Seite gestanden sind und somit einen wertvollen Beitrag zum Gelingen dieser Arbeit geleistet haben.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Univ. Prof. Dipl.-Ing. Dr. techn. Herbert Danninger, Vorstand des Institutes für Chemische Technologien und Analytik, für seine Unterstützung und die gebotene Möglichkeit, die Arbeitsgruppe von Herrn Ao. Univ. Prof. Dr. Michael J. Zehetbauer auf der Universität Wien kennenzulernen. Des Weiteren möchte ich mich bei Herrn Ao. Univ. Prof. Dr. Michael J. Zehetbauer für die Gruppenmeetings an jedem Montag bedanken, wo ausführlich die Anliegen der Diplomanden und Dissertanten besprochen werden konnten. Beide Betreuer konnten mit zahlreichen wissenschaftlichen Ratschlägen und konstruktiven Diskussionen zur Verbesserung dieser Arbeit beitragen.

Mein Dank gilt Herrn Univ. Ass. Dipl.-Ing. Dr. techn. Christian Gierl vom Institut für Chemische Technologien und Analytik bei der Unterstützung in der Bedienung verschiedener Gerätschaften und ausserdem danke ich dem Ass. Prof. Dipl.-Ing. Dr. techn. Christian Edtmaier der mich erstmalig mit SPD-Methoden bekannt gemacht hat.

Bedanken möchte ich mich auch bei Herrn Ass. Prof. Mag. Dr. Erhard Schafner von der Forschungsgruppe Physik Nanostrukturierter Materialien für zahlreiche fachliche und freundschaftliche Diskussionen und sein allzeit offenes Ohr für meine Anliegen.

Dank auch an Herrn Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Univ. Doz. Dr. mont. Reinhard Pippan vom Lehrstuhl für Materialphysik, Montanuniversität Leoben, der auch kurzfristig stets Zeit für eine anregende und interessante Diskussion hatte.

Herrn Dipl. Ing. Peter Kutlesa von der Montanuniversität Leoben danke ich für die erste Einschulung an der HPT-Maschine mit dem Kostenfaktor Spass in der Arbeit.

Mein Dank gilt auch Frau Dipl.-Ing. Dr. techn. Susanne-Susi Strobl und der Dissertantin Frau Dipl.-Ing. Magdalena Dlapka, beide wissenschaftliche Mitarbeiterinnen des Institutes für Chemische Technologien und Analytik, die immer Zeit für meine Angelegenheiten hatten.

Weiters möchte ich mich besonders bei Frau Dr. Daria Setman und dem Dissertanten Herrn Mag. Michael Kerber für ihre besondere Unterstützung auf der Univ. Wien bedanken, sodass die Zusammenarbeit in einem angenehmen Arbeitsklima ablief und auch im privaten Bereich viel Spass gemacht hat. Der Dissertantin Frau Mag. Jelena Horky danke ich für ihre Teilnahme und ihr Mitgefühl und der besten Nano-Gruppe: Gerald Polt, Roman Schuster, Christian Holzleithner, Dr. Florian Spieckermann, Dr. Gerda Rogl und Matthias Bönisch für ihre Grossherzigkeit.

Ausserdem gilt der Dank meiner Familie, die mir Verständnis, Geduld, Liebe und uneingeschränkten Rückhalt entgegengebracht hat.

Ein liebevolles Danke auch an:

Meinen Gatten Arnim

Meinen Bruder Zoran und seine bessere Hälfte Barbara

Meine Eltern Slavica und Novica

Meine Schwiegereltern Ariane und Gerhard

Kurzfassung

Die Hauptaufgabe dieser Arbeit war es, die Aufstellung und Inbetriebnahme der Hochdruck-Torsions-Maschine, kurz „HPT“, zu bewerkstelligen. Dazu gehörten auch die Definition der präzisen Anforderungen an das Gerät, die Konstruktion und Realisierung diverser werkzeugtechnischer Bauteile, sowie der peripheren Einrichtungen. Weiters sollten an ausgewählten Metallen und Legierungen HPT-Versuche der Konsolidierung von Pulvern unter verschiedenen Prozessbedingungen durchgeführt werden.

Die HPT-Verformung wurde bei Raumtemperatur mit jeweils materialangepassten Parametern, wie dem hydrostatischen Druck und der entsprechenden plastischen Scherverformung (Anzahl der Umdrehungen), durchgeführt. Es wurden jeweils scheibenförmige Proben mit einem Durchmesser von 8 mm hergestellt.

Zur Prüfung der Funktionsfähigkeit der HPT-Maschine wurden zunächst Cu-Proben (schmelz-metallurgisch, 99,99%) mit ausgewählten HPT-Parametern an dieser als auch an einer Referenzmaschine HPT-verformt. Der Vergleich der Proben ergab innerhalb der Fehlergrenzen idente Mikro- bzw. Nanostrukturen bzw. Festigkeitswerte, was die Funktionsfähigkeit der neuen Maschine bewies.

Weiters wurden massive Proben aus Cu-Pulver der Reinheit 99%, einerseits pulvermetallurgisch, pulvermetallurgisch plus HPT, und schliesslich direkt mittels HPT-Verformung bzw. -Konsolidierung hergestellt. Die höchsten Mikrohärtewerte und Dichten weisen mit 264 HV 0.1 und 99,99% relativer Dichte die direkt HPT-prozessierten Proben auf.

An Legierungen wurden die nicht mischbaren Systeme Cu-Cr (75/25 Gew.%), W-Cu (80/20 Gew.%) und W-Ni (90/10 Gew.%) ausgewählt. Die Grün- und Sinterdichten dieser Proben zeigten nach Vorkompaktierung vor der HPT Konsolidierung bei Cu-Cr ~80%, bei W-Cu sowie W-Ni ~60% relative Dichte.

Nach HPT Verformung zeigten alle Materialien eine weitere, deutliche Erhöhung der Dichte. Die besten Ergebnisse wurden bei Cu-Cr am äusseren Teil der scheibenförmigen Probe, mit 99,99% relativer Dichte festgestellt.

Bei den Cu-Cr, W-Cu und W-Ni Proben wurden von den meisten Zuständen Vickers-Mikrohärten ermittelt. Alle Systeme zeigten die höchste Mikrohärtigkeit bei einer Scherung von etwa $\gamma \sim 170$. Bei Cu-Cr konnten die Mikrohärtigkeit und die Korngrössen individuell für jede der Phasen bestimmt werden. Zur Interpretation der Härtewerte wurden ausführliche Untersuchungen der Mikro- bzw. Nanostruktur mittels Lichtmikroskopie (LM) und Rasterelektronenmikroskopie (REM; Sekundär-SE und Rückstreuelektronenmodus-BSE), als auch mittels Röntgen-Profilanalyse (XPA) durchgeführt. Es zeigte sich, dass die Mikrohärtigkeit eindeutig mit den gemessenen Korngrössen korreliert.

Abstract

The main task of this work was to establish and to run-in a high pressure torsion (HPT) machine. This also comprised the definition of precisely defined requirements of the device, the construction, and the implementation of various technical components and peripheral parts.

The HPT processing was performed by choosing material specific parameters, such as the hydrostatic pressure, and the shear strain (number of rotations) of HPT carried out at room temperature. For HPT, disc-shaped samples with a diameter of 8 mm were produced.

For run-in purposes, Cu - samples (wrought, 99.99%) were tested with selected HPT parameters, on both the new as well as a reference HPT machine. Comparison of samples resulting from the tests showed – within experimental error – identical micro/nanostructures and strength values, which proved the reliability of the new HPT machine.

Furthermore, bulk fine-grained samples starting from powder (purity 99%) were produced by powder metallurgy, powder metallurgy plus HPT, and also directly by HPT-deformation and -consolidation. The highest values of microhardness (264 HV 0.1) and densities (99.99%) were achieved by the directly HPT processed samples.

As concerns the alloys, the immiscible systems Cu-Cr (75/25 wt%), W-Cu (80/20 wt%) and W-Ni (90/10 wt%) were selected. After pre-compacting, the green and sintered values of relative densities amounted to ~ 80% for Cu-Cr, and to ~ 60% for W-Cu and W-Ni, respectively. After HPT processing, all materials showed further marked increase of the density. The best results were achieved with Cu-Cr of the outer part of disc-shaped sample, reaching a relative density of 99.99%.

With samples out of Cu-Cr, W-Cu and W-Ni, microhardness was measured for almost all different states of these alloys. All of them showed the highest microhardness values at about shear strains $\gamma \sim 170$. With the system Cu-Cr, both microhardness and grain size could be determined separately for each of the phases present. To interpret the microhardness data, extensive investigations by light microscopy (LM), scanning electron microscopy (SEM; secondary electrons (SE) and Back Scatter electrons (BSE)) as well as X-Ray Bragg Profile Analysis have been undertaken. It has been shown that the microhardness data are strictly correlated with the measured grain sizes.

Publikationen

S. Kahofer, M. J. Zehetbauer, H. Danninger, E. Schafner, M. Kerber, J. Horky: Nanocrystallization and Dissolution of Immiscible Powder Alloys Using High Pressure Torsion; Mater.Sci.Forum 667-669, p. 151-156 (2011)

H. Bahmanpour, J. Horky, S. Kahofer, R. O. Scattergood, C. C. Koch, M. J. Zehetbauer: Deformation behavior of bulk nano-structured copper and copper alloys, to be published

Inhaltsverzeichnis

Kurzfassung

1	<u>EINFÜHRUNG IN DIE NANOSKALIGEN MATERIALIEN</u>	1
1.1	KLEINE TEILCHEN - GROSSE EFFEKTE	1
1.2	DIE NANO-PATENTE DER NATUR	1
1.3	MOTIVE FÜR NANOMATERIALIEN	2
1.4	HERSTELLUNG NANOSTRUKTURIERTER MATERIALIEN	2
2	<u>EINFÜHRUNG: STARKE PLASTISCHE DEFORMATION (SPD)</u>	4
2.1	SPD-METHODEN	4
2.2	HOCHDRUCK-TORSIONSMETHODE (HIGH PRESSURE TORSION-HPT)	5
2.2.1	Chronologie	5
2.2.2	HPT-Verformungsmodi	7
2.2.3	Struktur und Eigenschaften der Materialien nach HPT	8
2.3	ZIEL DER ARBEIT	9
2.4	KONSOLIDIERUNG VON PULVERN MITTELS HPT	10
3	<u>HPT-MASCHINE</u>	12
3.1	ANFORDERUNGEN UND ENTWICKLUNG	12
3.2	WERKZEUGTECHNIK	16
3.2.1	Aufnahmen für den HPT Prozess	16
3.2.2	Stempel für die HPT	18
3.2.3	Sandstrahler und Messingdeckel	20
3.3	ZUSÄTZLICHE PERIPHERE HPT-EINRICHTUNGEN	22
3.3.1	Stickstoffbehälter	22
3.3.2	Induktionsofen	23
3.3.3	Drehmomentmessung	26
4	<u>EXPERIMENTELLER TEIL</u>	30
4.1	AUSGANGSPULVER	30
4.2	PULVERMISCHEN	30
4.3	PRESSEN	30
4.4	GEOMETRIE DER PRESSLINGE	31
4.5	SINTERN	31

4.6	GEOMETRIEANPASSUNG FÜR HPT	32
4.7	CU-TESTPROBEN	33
4.8	CU-PULVERPROBEN	33
4.9	DICHTEMESSUNG	35
4.9.1	Korrelation der gewünschten Probendicke mit der Dichte	35
4.9.2	Bestimmung der Gründichte	36
4.9.3	Bestimmung der Sinterdichte	36
4.9.4	Bestimmung der Sinterdichte nach Archimedes	36
4.9.5	Bestimmung der Sinterdichte nach Archimedes nach der HPT-Verformung	37
4.10	PROBENPRÄPARATION FÜR DIE LICHTMIKROSKOPISCHEN UNTERSUCHUNGEN	38
4.11	MIKROHÄRTEMESSUNG NACH VICKERS	39
4.12	RASTERELEKTRONENMIKROSKOPISCHE UNTERSUCHUNG DER OBERFLÄCHE	40
4.13	KORNGRÖSSENBESTIMMUNG MITTELS RÖNTGENPROFILANALYSE	41
5	<u>ERGEBNISSE</u>	42
5.1	CU-PROBEN - CHARAKTERISIERUNG DER ERMITTELTEN DICHTEN	42
5.2	CU-CR - CHARAKTERISIERUNG DER ERMITTELTEN DICHTEN	43
5.3	W-CU - CHARAKTERISIERUNG DER ERMITTELTEN DICHTEN	45
5.4	W-NI - CHARAKTERISIERUNG DER ERMITTELTEN DICHTEN	46
5.5	DREHMOMENTMESSUNG WÄHREND DER HPT-VERFORMUNG	47
6	<u>ERGEBNISSE – EIGENSCHAFTEN DER HPT-VERFORMTEN PROBEN</u>	49
6.1	GEWÄHLTE HPT-PARAMETER	49
6.2	METALLOGRAPHIE	51
6.2.1	Cu-Cr	51
6.2.2	W-Cu	53
6.2.3	W-Ni	56
6.3	MIKROHÄRTEMESSUNGEN HV0.1	58
6.3.1	HV für die Test-Cu-Proben	58
6.3.2	HV für die Cu-Pulverproben	58
6.3.3	HV für Cu-Cr	62
6.3.4	HV für W-Cu	67
6.3.5	HV für W-Ni	70
6.4	KORNGRÖSSE	72
6.4.1	Messung mittels REM-BSE	72
6.4.2	Messung mittels XPA	76

7	<u>DISKUSSION, ZUSAMMENFASSUNG, AUSBLICK</u>	78
7.1	AUFSTELLUNG, INBETRIEBNAHME UND TEST EINER HPT MASCHINE	78
7.2	CU-PULVERPROBEN	78
7.3	NICHT MISCHBARE SYSTEME	79
8	<u>LITERATUR- UND QUELLENVERZEICHNIS</u>	81
9	<u>ANHANG</u>	85

1 Einführung in die nanoskaligen Materialien

Nanotechnologie gilt als Schlüsseltechnologie des 21. Jahrhunderts. Sie umfasst eine breite Palette an Technologien, die es innerhalb nur weniger Jahre geschafft haben, die Wissenschaft und die Industrie zu faszinieren. Eine festgelegte Definition gibt es allerdings nicht.¹

Bereits im Jahr 1959 wurde mit dem Vortrag vom Richard P. Feynman², amerikanischer Nobelpreisträger für Physik, „There's Plenty of Room at the Bottom“ (tatsächlich ist da unten eine Menge Platz), der Grundstein für die Nanotechnologie gesetzt. Der Begriff Nanotechnologie wurde erst 1974 von Norio Taniguchi erstmals gebraucht, zusammengefasst als: “Nano-technology mainly consists of the processing of separation, consolidation, and deformation of materials by one atom or one molecule.”³

1.1 Kleine Teilchen - grosse Effekte

Die Vorsilbe „Nano“ kommt aus dem altgriechischen νᾶνος [nános] und bedeutet „Zwerg“. Ein Nanometer ist ein Milliardstel Meter (10^{-9} m). Nanotechnologie umfasst Strukturen, die mindestens in einer Dimension kleiner als 100 nm sind. Charakteristische Effekte und Phänomene, die im Übergangsbereich zwischen atomarer und mesoskopischer Ebene auftreten, werden genutzt. Bei dieser Grössenordnung spielt die grosse Oberfläche relativ zum Volumen der Teilchen die wichtigste Rolle. Dabei müssen quantenphysikalische Effekte zunehmend berücksichtigt werden.⁴ Mit der Nanotechnologie wird die gezielte Herstellung von Werkstoffen sowie deren Manipulation in Richtung besserer mechanischer Eigenschaften bezeichnet.

1.2 Die Nano-Patente der Natur

Die Natur hat ihre Nanoprodukte bereits längst präsentiert. Heutzutage können diese auch erkannt und erforscht werden. Für die Selbstreinigung speziell strukturierter Oberflächen wird der Lotus-Effekt nachgeahmt.

Das Haftungsprinzip⁵ bei der Fortbewegung des Geckos⁶ wird für die Mobilität kleiner Roboter und für die Herstellung vieler Klebstoffe übernommen.

Perlmutter ist das Biomaterial der inneren Schalen einiger Meeresmuscheln. Obwohl diese fast nur aus Kalk bestehen, sind sie extrem bruchfest. Ähnliche Strukturen werden genutzt, um festere Gipskartonplatten oder leichtere Betonteile bei gleicher Festigkeit zu erreichen.

Für spezielle Dispersionen werden Oberflächenstrukturen der Schmetterlingsflügel nachgebaut.

Die Haut von Haien wird als Vorbild für den Anstrich von Schiffsrümpfen herangezogen.

1.3 Motive für Nanomaterialien

Der rapid wachsende Erfolg der Nanomaterialien greift auf zahlreiche Forschungsgebiete über, auch wenn deren Schwerpunkte weit auseinander liegen. Allerdings haben sie durch die Miniaturisierung das Wesentliche gemeinsam.

Die immer höher werdenden industriellen Ansprüche konnten mit dem Grundstein des sehr feinen Kornes bewerkstelligt werden. Werkstoffe mit Nano-Korngrößen sind von besonderer Bedeutung. Sie zeichnen sich durch verbesserte chemische und physikalische Eigenschaften aus. Dazu gehören große Härte, Festigkeit, Duktilität, superplastisches Verformungsverhalten, verbesserte magnetische Eigenschaften uvm.

Das bedeutende Potential der Nanotechnologie wird in grossen technischen und somit wirtschaftlichen Vorteilen gesehen.

Viele technische Anwendungsgebiete, wie die Mikrorobotik, Halbleiterelektronik, Optoelektronik, Medizin, Luftfahrt- und Automobilindustrie profitieren schon jetzt von den hervorragenden Eigenschaften der Nanomaterialien, das endgültige Ausmass und die Höhepunkte dieser Entwicklung sind noch nicht erreicht, aber in den nächsten Jahren zu erwarten.

1.4 Herstellung nanostrukturierter Materialien

Die Synthesetechniken der nanostrukturierten Materialien können in zwei Kategorien unterteilt werden, die „bottom-up (BU)“- und die „top-down (TD)“-Methoden.⁷

Die Methode der Hochverformung, ein „top-down“-Verfahren, erfolgt mittels Zerfall der Mikrostruktur in eine Nanostruktur. Andererseits beruhen die „bottom-up“-Verfahren auf den Herstellungsverfahren der Nano-Pulvermetallurgie bzw. der Rascherstarrung.

Diverse Methoden beider Verfahren sind:

- Inertgas-Kondensation (inert gas condensation, BU)
- Hochenergie-Kugelmahlen (high energy ball milling, BU)
- Elektrolytische Abscheidung (electrodeposition, BU)
- Kristallisation aus amorphen Materialien (crystallization of amorphous materials, BU)
- Starke Plastische Verformung - SPD (severe plastic deformation, bisher einzige TD)
- Plasma Synthese (plasma synthesis, BU)
- Gasphasenabscheidung - CVD (chemical vapor deposition, BU)
- Elektronenablation (pulsed electron deposition, BU)

- Laserablation (pulsed laser deposition, BU)
- Zerstäuben (sputtering, BU)
- Physikalische Abscheidung aus der Gasphase - PVD (physical vapor deposition, BU)

2 Einführung: starke plastische Deformation (SPD)

2.1 SPD-Methoden

Die verschiedenen Methoden der SPD (Severe Plastic Deformation – starke plastische Deformation) machen alle Gebrauch von der Tatsache, dass man durch Anwendung eines gewissen hydrostatischen Drucks bei der plastischen Verformung sehr hohe Verformungsgrade erreichen kann. Dieser Druck verhindert die Bildung und den Fortschritt von Rissen und somit einen Bruch des Materials bei bereits kleinen Verformungsgraden wie z.B. im Zugversuch. Damit kann die Kornverfeinerung bis in die Größenordnung einiger 10 nm fortgesetzt werden, was somit eine Nanokristallisierung der Materialien ermöglicht, sofern diese prinzipiell verformbar sind. Werden dann noch Umformwerkzeuge eingesetzt, die die Massivität bzw. Gestalt des Materials nicht wesentlich beeinträchtigt, kann man mit diesen SPD Methoden massive und 100% dichte Nanomaterialien herstellen.

Die wichtigsten bzw. erfolgreichsten SPD - Verfahren der Hochverformung sind im Folgenden aufgelistet:

- a) Equal Channel Angular Pressing (ECAP),
- b) High Pressure Torsion (HPT),
- c) Accumulative Roll Bonding (ARB)
- d) Multi Directional Forging (MDF)
- e) Cyclic Extrusion Compression (CEC) und
- f) Continuous Extrusion Forming (CONFORM)

Mit diesen SPD Hochverformungsmethoden können also Werkstoffe mit sehr geringen Korngrößen ohne Porosität hergestellt werden. Die so erhaltenen feinen Körner besitzen einen hohen Anteil an Grosswinkelkorngrenzen sowie hohe Konzentrationen an Kristallgitterdefekten. Letztere sind wahrscheinlich die Ursache dafür, dass die SPD Nanomaterialien neben einer aussergewöhnlichen Festigkeit auch eine beträchtliche Duktilität aufweisen. Eine Eigenschaftspaarung, wie sie mit herkömmlichen Verfestigungsmethoden bisher kaum erreicht werden konnte, wo eine Erhöhung einer Eigenschaft immer deutlich auf Kosten der anderen geht.

In weiterer Folge wird näher auf die HPT-Methode eingegangen, die in der vorliegenden Arbeit angewendet wurde.

2.2 Hochdruck-Torsionsmethode (High Pressure Torsion-HPT)

2.2.1 Chronologie

Bereits Ende der siebziger Jahre wurde eine ähnliche Methode entwickelt⁸. In Abbildung 1 ist in einer Reproduktion aus dem Artikel von S. Erbel⁸, der Aufbau eines Ring-Torsion-Apparats, gezeigt. Mit dieser Methode wurden ringförmige Proben unter definierter Belastung mit hydrostatischem Druck, mittels Torsion verformt.

Der Querschnitt der Ringprobe ist gerade im Ausmass der Radienabnahme konisch ausgeführt, was eine exakt homogene Verformung des Rings über den Querschnitt erlaubt (siehe Formel 5). Das Rutschen der Probe wird durch Anlegen an zwei gegenüberliegenden hohlzylindrischen Stempeln verhindert, deren Stirnflächen leicht gezahnt sind.

Vor der Verformung wird zunächst der gewünschte Druck aufgebaut, dann der obere Hohlstempel gegenüber dem unteren verdreht, wodurch die Ringprobe einer Torsionsverformung unterworfen wird.

Mit dieser Methode wurde erstmals gezeigt, dass sich bei plastischer Verformung unter erhöhtem hydrostatischem Druck sehr hohe Verformungsgrade und somit sehr feine Kornstrukturen realisieren lassen.

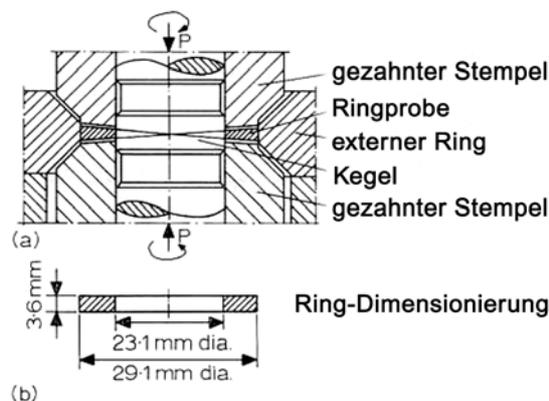


Abbildung 1: Ring-Torsions-Apparat, Grafik aus⁸

In der Abbildung 2 sind die Entwicklungsphasen der Hochdrucktorsion („high pressure torsion – HPT“) dargestellt, wie sie heute zum Einsatz gelangt. Prinzipiell wird bei HPT eine scheibenförmige Probe zwischen zwei Stempel appliziert und unter Anlegung eines äusseren hydrostatischen Drucks torsionsverformt, indem einer der beiden Stempel gegenüber dem anderen (ruhenden) in Rotation versetzt wird. Abbildung 2(a) zeigt die sogenannte „freie“ Form, hier liegt die Probe frei zwischen den Stempeln und kann während der Verformung quer zur Torsionsachse fließen. Damit ist der hydrostatische Charakter des Drucks nur dann gegeben, wenn das Fließen der Probe aus Reibungsgründen aufhört. Das beeinträchtigt die Effizienz dieser Methode und führt auch häufig zu einer starken Inhomogenität der Probendicke. Im russischen Raum ist diese Konstruktionsart weit verbreitet⁹.

Abbildung 2(b) zeigt eine Weiterentwicklung der HPT Methode: In der Mitte eines der beiden Stempel befindet sich eine Kavität, die die Probe zum grossen Teil aufnimmt und beim Verformungsvorgang das Fließen der Probe verhindert. Am anderen Stempel sitzt ein geometrisch angepasster Pressstift, der die Probe in den unteren Stempel vor und während des Torsionsvorgangs hineinpresst. Die am Erich Schmid Institut in Leoben durchgeführten Experimente zeigten aber, dass mit dieser Methode keine grösseren Drücke als 2 GPa möglich sind und ausserdem die Probe in manchen Fällen nach der Verformung nur sehr schwer aus der Kavität entfernt werden kann.

Die beste Variante ist in der Abbildung 2(c) dargestellt. Hier wird mit beidseitiger Kavität gearbeitet. Unsere Lösung der Geometrie der Stempel ist an diese angelehnt.

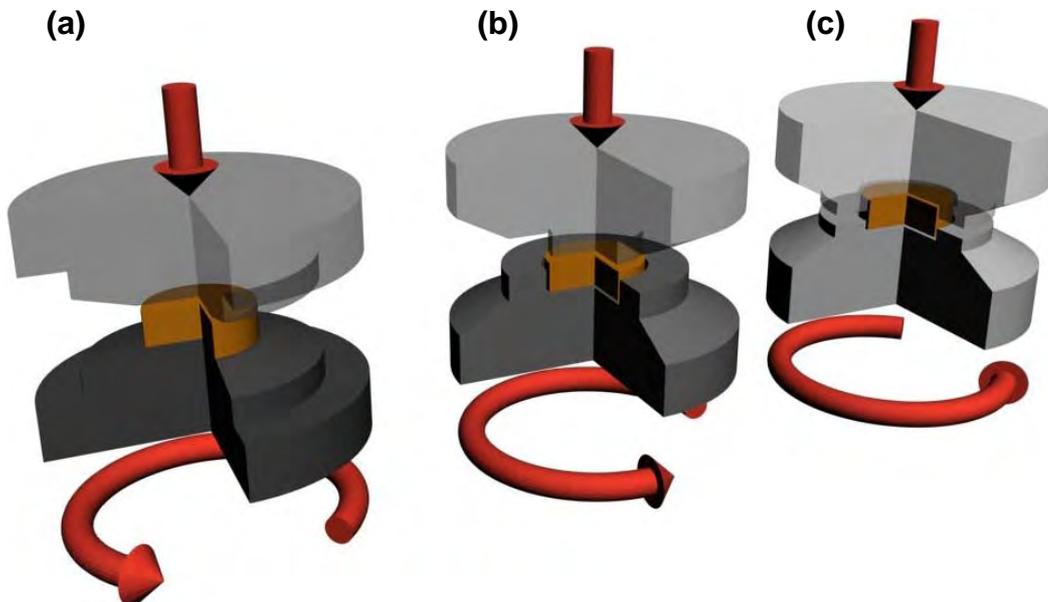


Abbildung 2: Die Entwicklung der HPT-Methode: (a) frei (b) einseitige tiefe Kavität im unteren Stempel, (c) leichte Kavität in beiden Stempeln in Anlehnung an¹⁰

2.2.2 HPT-Verformungsmodi

Für jedes Material, welches mittels HPT definiert nanostrukturiert werden soll, seien es nun Pulver, Pulvermischungen oder bereits feste Keramiken oder Metalle, rein oder legiert, müssen die HPT-Parameter über Vorexperimente eruiert werden, sofern sie nicht aus der Literatur bekannt sind. Mit „HPT-Parameter“ sind der Scherverformungsgrad - die Zahl der Umdrehungen, die Verformungstemperatur sowie der hydraulische Druck gemeint.

Ein wichtiger Faktor für die HPT-Verformung ist die Verformungstemperatur, für die in der aktuellen Apparatur drei Bereiche zur Verfügung stehen. Im Wesentlichen kann bei Raumtemperatur, bei hohen Temperaturen und bei tiefen Temperaturen verformt werden. Die einfachste Variante ist das Arbeiten bei Raumtemperatur, da hierbei kein zusätzlicher apparativer Aufwand notwendig ist.

Temperaturen höher als Raumtemperatur erreicht man am besten mit induktivem Heizen, aus Gründen der gegenüber Widerstandsöfen einfacheren Handhabung und der Schnelligkeit der Aufheizung. Die höchstmögliche Temperatur richtet sich nach der Warmfestigkeit der Stempel, die in unserem Fall bei etwa 650°C liegt. Im Fall der aktuellen Maschine können mittels induktiver Heizung und einem Infrarotpyrometer geregelte Temperaturen zwischen 75°C und 550°C eingestellt werden.

HPT-Verformungen bei tiefen Temperaturen können in der aktuellen HPT Maschine bei der Schmelztemperatur von CO₂ bei -78,5°C oder bei der Siedetemperatur von flüssigem N₂ bei -196°C durchgeführt werden.

Welcher der angeführten Temperaturbereiche zur Anwendung kommt, hängt von den Bedingungen des zu verformenden Materials ab. Zum Beispiel musste mit Wasserstoff beladenes Pd¹¹, welches hinsichtlich seiner Fähigkeit als Wasserstoffspeicher im nanokristallinen Zustand zu untersuchen war, unter Trockeneis HPT-verformt werden, da bei Raumtemperatur der Wasserstoff grösstenteils verloren gehen würde. Es konnte die Bildung von Leerstellen-Wasserstoff-Agglomeraten in hohen Konzentrationen nachgewiesen werden. Vor allem zeigte es sich, dass die Präsenz des Wasserstoffs die Nanostruktur thermisch stabilisiert.

Ein anderes Beispiel für die gezielte Wahl der Betriebstemperatur bei der HPT-Verformung ist in der Arbeit von I. Sabirov¹² über die HPT Prozessierung von Dispersionswerkstoffen berichtet. Die Erhöhung der HPT Temperatur von RT auf 400°C führte zu wesentlich geringeren W-Teilchengrößen als bei RT. Erzielt wurden Teilchengrößen von 100 bis 1000 nm.

Auch bei der in dieser Arbeit zentralen Pulverkonsolidierung spielt die Prozesstemperatur eine wichtige Rolle, insbesondere wenn die Verdichtung gleichzeitig mit der HPT Verformung erfolgen soll. Für eine Minimierung der Korngrösse muss die Prozesstemperatur insbesondere im Bereich oberhalb von RT in möglichst kleinen Intervallen einstellbar sein.

2.2.3 Struktur und Eigenschaften der Materialien nach HPT

Das High Pressure Torsion, (Hochdruck-Torsion) HPT-Verfahren hat sich in neuester Zeit zum wirksamen Instrument für die Kornverfeinerung bei reinen Metallen sowie Legierungen entwickelt. Wie in neuesten Arbeiten beschrieben¹³, bietet es sich auch als vielversprechendes Verfahren zum Kalt-Konsolidieren der reinen Metallpulver, RQ-Bänder und für Metall-Matrix-Komposite¹⁴ an.

Die Ultra-feinkorn- (UFG) und Nano-Materialien weckten erhebliches Interesse aufgrund ihrer besseren mechanischen, aber auch anderen physikalischen Eigenschaften. Doch die Eigenschaften dieser Materialien auf der Submikro- und Nanometerskala sind nicht so gut verstanden wie bei den grobkörnigen Materialien. Die teilweise überraschenden, meist günstigen Eigenschaften sind stark mit der Entwicklung der Nanostruktur verbunden. Sie sind zum grossen Teil auf die Prävalenz von Grenzflächen-Phänomenen bzw. der Grenzflächenstrukturen selbst zurückzuführen, deren physikalische Eigenschaften weitgehend unbekannt sind.

Die HPT-Technik bietet sich für viele industrielle Prozesse in der Mikrorobotik, Luftfahrt- und Automobilindustrie an. Das Interesse an der HPT-Verformung zur Verbesserung der Eigenschaften von Materialien aufgrund der durch HPT erreichten Nanostrukturierung ist gross und weiter zunehmend.

Obwohl die Verfeinerung der Korngrössen wahrscheinlich der wichtigste Faktor für die Erhöhung der Festigkeit ist, sind auch andere strukturelle HPT-typische Merkmale, wie z.B. hohe Konzentrationen von Kristallgitterdefekten (Versetzungen, Leerstellenagglomerate) für die Verbesserung anderer mechanischer Eigenschaften (Wechselfestigkeit, Duktilität) ursächlich. Sie können sich auch stark auf die Stabilität von Phasen auswirken. Als Beispiel sei hier die hcp-fcc Transformation von Co¹⁵ oder Ti angeführt, die im Verlauf von HPT Nanokristallisierung aufgrund des hohen Ausmasses der Verformung oder auch des hydrostatischen Drucks stark beeinflusst wird¹⁶.

Bei der Al-Pb-Legierung¹⁷ ist die weiche nanokristalline Pb-Phase (mit erhöhtem Zusatz an Pb) in der nanokristallinen Al-Matrix verteilt, unabhängig von der Art der Synthese. Dies erklärt der Autor mit der Feststellung, dass sich die Pb Atome bevorzugt an den Aluminium-Korngrenzen befanden.

In Experimenten an Al-W-Legierungen¹⁸, die mittels Kugelmahlen (ball milling-BM) hergestellt und anschliessend mit HPT verformt wurden, kam es zu einer zusätzlichen Härtesteigerung. Diese ist von der radialen Position auf der scheibenförmigen Probe abhängig. Eine „Sättigung“ bezüglich der Härteänderung, d.h. das Erreichen eines definierten Härteniveaus, das nicht mehr überschritten wurde, trat bei hohen Scherdehnungswerten auf. Die Sättigung der Härteänderung ist von dem Volumenanteil an W abhängig. Sie ist durch Abgleiten der Versetzungen und deren Ansammlung rund um die Teilchen an den Matrix/Korngrenzen zurückzuführen.

In einem Artikel von A.P. Zhilyaev¹⁹ wurde hochreines HPT verformtes Nickel 99,99% untersucht, dessen Stapelfehlerenergie zwar etwa so hoch wie die von reinem Al ist, aber trotzdem kleinere Korngrößen aufweist als reines Al bei gleicher Verformungstemperatur.

In manchen Legierungen kann man mittels HPT nicht nur nanokristalline, sondern auch amorphe Strukturen realisieren. Solche Werkstoffe finden z.B. als sehr gute weichmagnetische Werkstoffe in Transformatoren oder Elektromotoren Anwendung. Sie sind auch Materialien mit einer extrem hohen Festigkeit und Korrosionsbeständigkeit. Allerdings waren die Formen dieser Legierungen bislang weitgehend auf Drähte, dünne Schichten, Pulver oder Bänder beschränkt²⁰. Mit der Anwendung der HPT Methode, ausgehend von massiven kristallinen Materialien oder von amorphen Pulvern, eröffnen sich nunmehr Wege amorphe Legierungen auch in massiver Form zu realisieren. Erste Versuche an einer amorphen Fe-Legierung²¹ $\text{Fe}_{77}\text{Al}_{2,14}\text{Ga}_{0,86}\text{P}_{8,4}\text{C}_5\text{B}_4\text{Si}_{2,6}$, die mittels HPT vorkonsolidiert und verformt wurde, sind vielversprechend.

2.3 Ziel der Arbeit

Das Ziel dieser Arbeit bestand aus drei Hauptaufgaben: (1) Das Aufstellen und die Inbetriebnahme einer HPT Maschine, (2) die HPT Konsolidierung und Verformung von Cu-Pulvern, sowie die HPT - Endkonsolidierung und Verformung von nicht mischbaren Legierungssystemen, und (3) die Charakterisierung der HPT-hergestellten Materialien durch Untersuchungen der Festigkeit sowie der Mikro- bzw. Nanostruktur, und deren Vergleich mit herkömmlichen Herstellungsverfahren.

Zu (1) gehörten auch die Definition der präzisen Anforderungen an das Gerät, die Konstruktion und Realisierung diverser werkzeugtechnischer Bauteile, sowie der peripheren Einrichtungen. Am Schluss sollte die Leistungsfähigkeit der Maschine durch Vergleich mit anderen, bewährten HPT Maschinen geprüft werden.

Bei den unter (2) vorgesehenen Konsolidierungsversuchen mittels HPT sollte zunächst mit Reinmaterialien begonnen werden, um vor allem eine geeignete Konsolidierungsmethode zu entwickeln. Danach war geplant, diese Untersuchungen auch auf einige nicht mischbare Systeme auszudehnen, und zwar an Cu-Cr (75/25 Gew.%), W-Cu (80/20 Gew.%) und W-Ni (90/10 Gew.%).

Schliesslich sollten in Aufgabe (3) ausgedehnte Mikrohärtmessungen und begleitende Untersuchungen der Mikro- und Nanostruktur mit (a) Lichtmikroskopie (LM), (b) Rasterelektronenmikroskopie (REM) sowohl im Sekundär- (SE) als auch im Rückstreuелеktronenmodus (BSE), und (c) mit Röntgen-Profilanalyse (XPA) durchgeführt werden.

2.4 Konsolidierung von Pulvern mittels HPT

Während der letzten Jahre hat sich die Synthese von Bulk-Nano-Kompositmaterialien als einer der sich am schnellsten entwickelnden Trends der Materialwissenschaft abgezeichnet.

Auf Grund der nachgewiesenen Nanostruktur in den Kompositmaterialien wurde eine noch nie da gewesene Flexibilität und Verbesserung der mechanischen und physikalischen Eigenschaften erreicht. Für die Herstellung wurden verschiedene Verfahren entwickelt. Diese bestehen im Allgemeinen aus zwei Schritten:

- 1) Herstellung von Nano-Pulvern der jeweiligen Pulverkomponenten
- 2) ihre weitere Verdichtung

Vor kurzem wurde eine neue Art und Weise der Herstellung von Nano-Kompositmaterialien entwickelt. Im Gegensatz zu den früheren Untersuchungen können die Ultrafeinkorn-Teilchen direkt aus dem grobkörnigen Material durch eine Fragmentierung mittels Hochdruck-Torsion (HPT) erreicht werden. Die Vorteile liegen in der hohen Ausbeute und den geringeren Kosten²².

Die Fragmentierung, also die Kornverfeinerung, kann z.B. durch das Turcotte-Modell²³ beschrieben werden. Dieses arbeitet mit einem Würfel, der in 8 gleiche kleinere Würfel geteilt wird. Jeder dieser Würfel wird in weiterer Folge nochmal auf die gleiche Art und Weise geteilt. Mit diesem gleichbleibenden Ablauf kann die Turcotte-Theorie erfolgreich auf die Untersuchung der Prozesse, die zu kleineren Korngrößen führen, angewendet werden.

Bei einer grobkörnigen W-25%Cu-Legierung²² wurde gefunden, dass die Fragmentierung der Partikel auf der Mikro- und Nanoebene ein Multifraktal-Verhalten zeigt, wobei die fraktale Dimension mit der Partikelgröße abnimmt. Das wurde mit der starken Abhängigkeit der Bruchwahrscheinlichkeit der W-Teilchen von der Partikelgröße erklärt.

Das HPT-Verformen leistet nicht nur die Verringerung der Korngröße des massiven Ausgangsmaterials, sondern bietet auch wegen des gleichzeitig mit der Verformung applizierten hohen hydrostatischen Drucks metallische Pulver direkt zu konsolidieren. Dabei wird der Schritt des Vorpressens eingespart.

Der Konsolidierungsprozess wird zuerst durch den hydrostatischen Druck initiiert. Anschliessend bewirkt der Scherungsprozess eine gleichzeitige plastische Verformung bzw. damit verbundene Kornfeinung, welche der Tendenz der Kornvergrößerung bei den üblichen Temperaturen der Konsolidierung entgegenwirkt.

Mit dem hohen hydrostatischem Druck und der initiierten Scherung wird ausserdem die an der Oberfläche der Pulverkörner gebildete Oxidhaut aufgebrochen, was zu einer guten Bindung unter den Partikeln, sowie zu einem äusserst homogenen Gefüge führt.

Im Vorfeld dieser Arbeit haben bereits Lee und Mitarbeiter am Beispiel einer spray-atomisierten bzw. kryogemahlten Al-Mg7.5%(m%)²⁴ Pulvers gezeigt, dass mit HPT-Konsolidierung Mikrohärtewerte erreichbar sind, die im Vergleich zu Massiv-Proben um 50% höher sind, deren Konsolidierung mittels HIP (Heissisostatischem Pressen) und Heissextrusion erfolgte.

3 HPT-Maschine

3.1 Anforderungen und Entwicklung

Die HPT-Maschine wurde bei der Fa. Walter Klement bestellt und Mitte Juni 2009 in Auftrag gegeben.

Adresse der Fa. Walter Klement:

Dexenberg 13

8403 Lebring

Steiermark

Österreich (Austria)

Kontakt: +43 (0) 664 5208455

Fax: +43 (0) 1 546 800 544

E-Mail: walter.klement@wak.biz

Homepage: <http://www.klement.at>

Kurzbeschreibung: WAK Anlagentechnik Ges.m.b.H.

Wichtige Fertigungen der Fa. Walter Klement: Sondermaschinenbau, Konstruktion, Entwicklung, Bierbrauanlagen, Essiganlagen, EDV-Handel, Anlagen.

Spezialprodukte: Maschinenbau, Schlosserei, Kaminbau System "Klement", Bau von Kläranlagen und Pumpwerken, Konstruktionen, Sondermaschinenbau.

Am 13. Oktober 2009 fand eine erfolgreiche Festlegung der Abwicklung statt. Folgende Punkte wurden ausführlich besprochen und fixiert:

1. Liefertermin für den mechanischen Teil mit 16. bzw. 17. November festgelegt; ein Arbeitsaufwand von 2 Wochen für den Programmierer (von der Fa. Lenze²⁵ Antriebstechnik) wurde genannt.
2. Betriebssystem vorzugsweise mit LINUX
3. Nach der Eingabe des Durchmessers der Probe und des Druckes wird die Verformung eingeleitet.
4. Die Umdrehungsgeschwindigkeit soll von der bedienenden Person eingegeben werden mit min. 0,05 und max. 5 U/min
5. Die Möglichkeit der Drehrichtungsänderung ist mit einer Servo-Vorrichtung gegeben, welche wichtig für das zyklische Arbeiten ist.

6. Eine Überlegung der Fa. Klement war es, einen Akustik-Sensor für zu dünne Proben einzubauen, dieser Vorschlag wurde nicht angenommen (da ungestörtes Arbeiten auch bei solchen Proben erwünscht wäre)
7. Max. Drehmoment 1500 Nm
8. Die Absicherung des Arbeitsbereiches (an der vorderen Front der HPT-Maschine) mit Plexiglas (Sicherheit am Arbeitsplatz)
9. Technische Daten der HPT-Maschine:
 - Nennleistung 4,5 kW
 - Betriebsspannung 400 V, 3 Phasen, 50 Hz
 - Bemessungsstrom 20 A
10. 2 x 230 V-Anschlüsse (z.B für den PC) werden vorgesehen
11. Kraftaufnehmer S9 und Drucktransmitter P2V der Fa. HBM²⁶ werden eingebaut
12. Der Transport der HPT-Maschine bis in die untergeschossigen Werkstatträume der Universität Wien (Standort).
13. Extra Hydraulikeinheit wegen des Vorschlags von Fa. Klement eine Kupplung einzubauen; wurde auch so realisiert

In der Abbildung 3 ist die realisierte HPT-Maschine dargestellt, im Wesentlichen bestehend aus drei Einheiten:

1. Hydraulikaggregat (im Bild grüntransparent)
2. Schaltschrank (im Bild grau)
3. HPT-Einheit (im Bild orange)

Nach der Inbetriebnahme der HPT-Maschine zeigten sich die ersten Schwierigkeiten mit der Umsetzung unserer Anforderungen an das Gerät. Im Wesentlichen war die Adaption der Software, das Schreiben unterschiedlicher Programme (scripts) und Unterprogramme (subscripts) ein grosser Teil der Arbeit, welche sich unser Kollege Mag. Michael Kerber, Gruppe Physik Nanostrukturierter Materialien, Univ. Wien zu Aufgabe gemacht und jedes Detail bis zu Funktionstüchtigkeit gelöst hat. Ausserdem war die Drehmomentmessung mit dem Prinzip des vorgesehenen Drehmomentsensors, siehe Abbildung 3, Detail (2), nicht möglich; hier musste eine alternative Lösung gefunden werden.

Folgende Teile der HPT-Maschine²⁷ sind in der graphischen Darstellung der Abbildung 3 zu sehen: Manometer als Druckanzeige (1), Drehmomentsensor (2), HBM Drucksensor (3), Bedienöffnung (4), zwei Führungsarme (5) mit jeweils zwei Kugellagern (6), Not-Aus Schalter (7) auf dem Bedienpult (8), welches mit einer 2-Hand-Bedienung ausgestattet ist (9) sowie eine Rückzugfeder (10), zur Kolben Rückstellung.

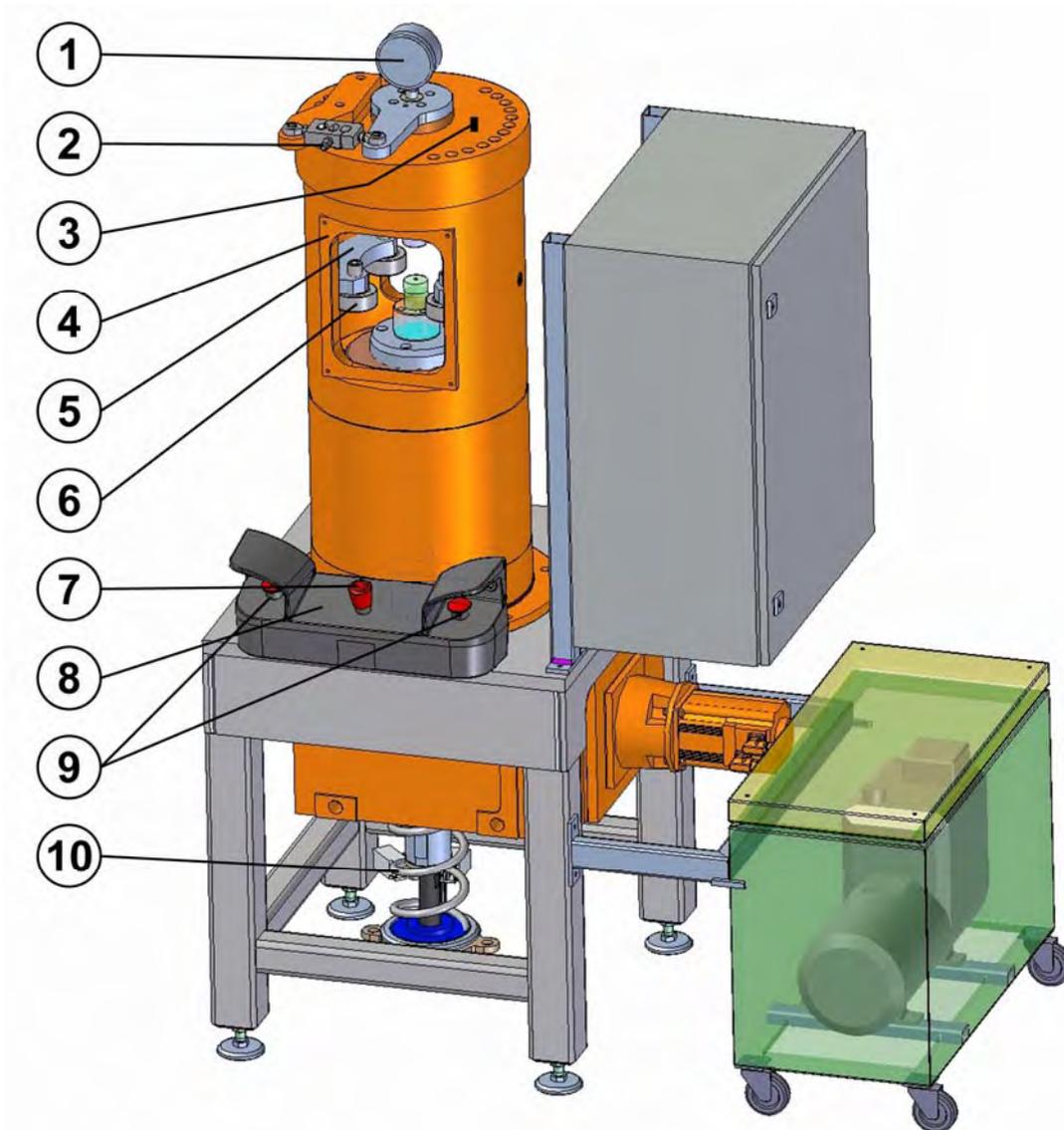


Abbildung 3: graphische Darstellung der HPT-Maschine

Die HPT-Maschine²⁷ wurde ohne die Aufnahmen für die Stempel und ohne Stempel geliefert. Vom Hersteller war eine 5 mm-Vertiefung in den oberen und unteren Führungskolben vorgesehen, siehe Abbildung 4 (beige im Bild), um die Zentrierung zusätzlich zu unterstützen.

Nach reichlicher Überlegung wurden die 5 mm-Vertiefungen (oben und unten am Führungskolben) nicht weiter bei den produzierten Aufnahmen berücksichtigt. Einerseits bestand die Gefahr der Verklebung der beiden Bauteile während eines längeren Einsatzes des Gerätes, andererseits ist die ausgearbeitete Vertiefung für die beiden Aufnahmen ausreichend für die Zentrierung des Bauteiles. Die zwei fix montierten Führungsarme, mit jeweils zwei Kugellagern ausgestattet, sind für die gleichmässige Führung der unteren Aufnahme zuständig. Ausserdem bestand die Aufgabe, den Raum für Aufnahmen und Stempel mit genau berechneten Geometrien auszustatten.

Die Werkzeugtechnik zu der HPT-Maschine wird im folgenden Abschnitt ausführlich erklärt.

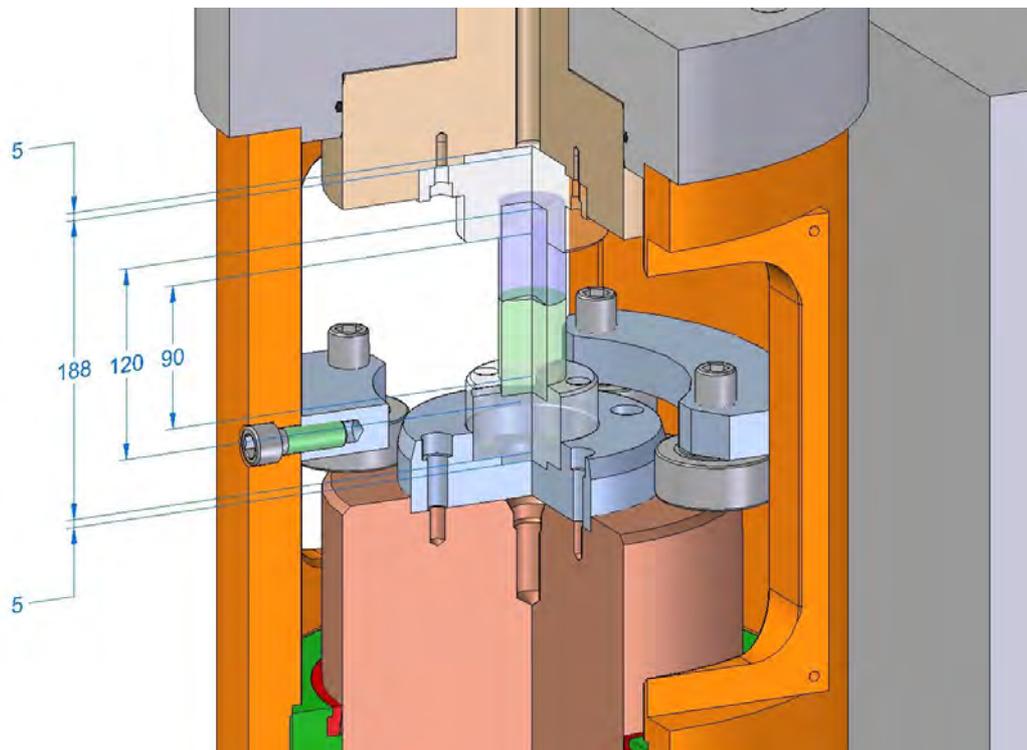


Abbildung 4: Detailansicht der HPT-Maschine

3.2 Werkzeugtechnik

3.2.1 Aufnahmen für den HPT Prozess

Für die Aufnahmen wurde das Material DIN 42CrMo4 mit der Werkstoffnummer TQ 1.7225, bezogen von der Fa. Metal Supermarkets Austria, verwendet. Die chemische Zusammensetzung dieses Cr-Mo-legierten Vergütungsstahls ist in der Tabelle 1 aufgelistet.

Tabelle 1: chemische Zusammensetzung von 42CrMo4, TQ 1.7225, Rest Fe

C	Cr	Mo	Si	Mn	S, P
0.38-0.45	0.90-1.20	0.15-0.25	0.17-0.37	0.50-0.80	<0.04

Aus diesem Material wurden die Aufnahmen für die Stempel gefertigt. Eine technische Zeichnung der oberen Aufnahme ist in der Abbildung 5 dargestellt. Zu sehen ist eine senkrechte Bohrung, die mit einer Schlagschraube versehen ist, so dass der obere Stempel nach dem Einsetzen fixiert werden kann. Die Aufnahme ist mit vier Lochbohrungen zur Fixierung am oberen Teil der HPT-Maschine ausgestattet.

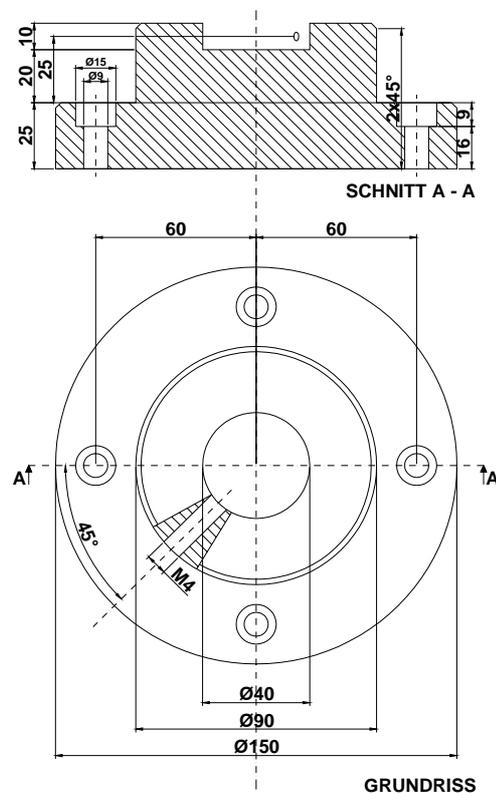


Abbildung 5: obere Aufnahmevorrichtung

Die untere Aufnahme ist in der Abbildung 6 dargestellt. Zusätzlich zu den beiden Aufnahmen wurden auch Ringplatten mit einer Plattenhöhe von 5 mm vorgesehen, siehe Abbildung 7. Wenn durch das Nachdrehen die Stempel an Höhe verlieren, kommen die Ringplatten zum Einsatz, um die verlorene Höhe zu ersetzen. Die Aufnahme ist mit vier Lochbohrungen zur Fixierung am Kolben der HPT-Maschine ausgestattet.

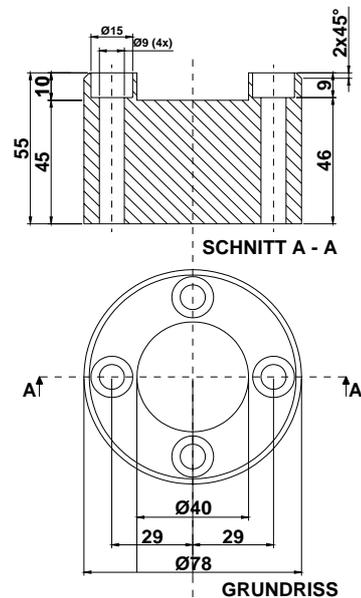


Abbildung 6: untere Aufnahmevorrichtung

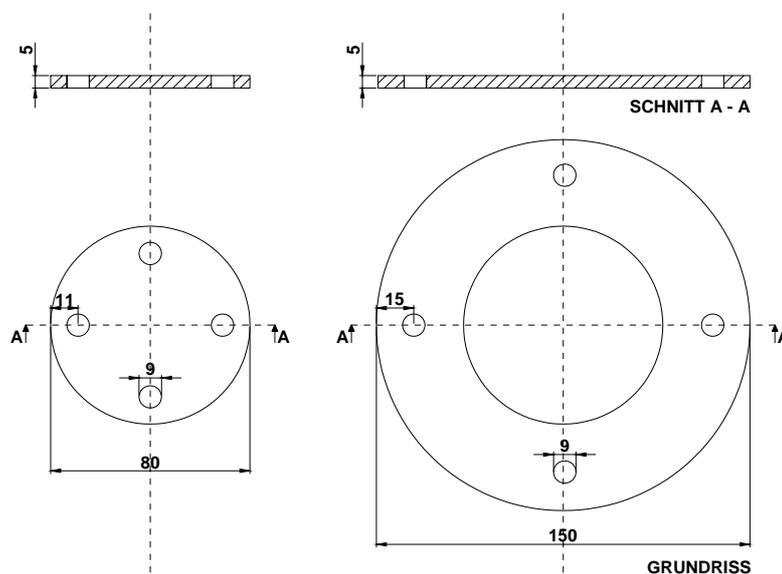


Abbildung 7: links: Ringplatte für die untere Aufnahmevorrichtung, rechts: Ringplatte für die obere Aufnahmevorrichtung

3.2.2 Stempel für die HPT

Die Stempel wurden aus dem Schnellarbeitsstahl S390 microclean der Fa. Böhler Edelstahl GmbH & Co KG gefertigt. Die chemische Zusammensetzung ist in der Tabelle 2 aufgelistet.

Tabelle 2: chemische Zusammensetzung von S390 microclean, Rest Fe

C	Si	Mn	Cr	Mo	V	W	Co
1,64	0,60	0,30	4,80	2,00	4,80	10,40	8,00

Das gelieferte Stangenmaterial wurde auf 51 mm geschnitten, dann wurde noch die leichte Schräge als Vorform der Stempel eingearbeitet. Danach wurden die vorgefertigten Stempel auf eine Härte von 65HRC vergütet. Diese Härte wurde gewählt, um eine ausreichende Zähigkeit des Materials zu gewährleisten.

Die Wärmebehandlung besteht aus zwei Schritten und wurde teilweise von der Fa. Bodycote Wärmebehandlung Kapfenberg GmbH durchgeführt, teils wurden die Stempel in der Werkstatt des ESI Institut Leoben von DI Peter Kutlesa und Dr. Anton Hohenwarter, wie im Folgenden beschrieben wärmebehandelt.

1) Lösungsglühen

Die Stempel wurden sorgfältig in Zunderfolie eingewickelt, im vorgeheizten Ofen 30 min bei 1070°C lösungsgeglüht und dann in Öl abgeschreckt.

2) Auslagern

Danach wurden die lösungsgeglühten Stempel für 2h bei 560°C ausgelagert. Pro 0,5mm Wanddicke des Stempels wurden diese jeweils für 1min. länger im Ofen gehalten.

Nachdem die Stempel abgekühlt waren, wurde der Vorgang wiederholt. Im Falle einer nicht erreichten Härte von 65 HRC wurde ein drittes Mal ausgelagert, um den Restaustenit wegzubekommen. Nach dieser Wärmebehandlung wurden die Stempel mit Mischkeramik-Wendeschnidplatten ausgedreht, welche gut für Schruppoperationen und grobes Bearbeiten geeignet sind. Die Ausdrehung der Kavität erfolgte mit mehrschneidigen Wendeschnidplatten der Sorte CB7015²⁸ (kubisches Bornitrid) für hochproduktive Schlichtbearbeitung mit ausgezeichneter Oberflächengüte für das Fertigdrehen einsatzgehärteter Stähle. Während der gesamten Standzeit ist die Schneidkantensicherheit erhalten. Diese Wendeschnidplatte zeigt bei höheren Temperaturen einen langsamen und kontrollierten Verschleiss. Dies ist auf die verbesserte Leistung zurückzuführen, welche durch das feine Korn des polykristallinen CBN und dessen keramischen Bindemittel gegeben ist.

Eine technische Zeichnung der Stempel ist in der Abbildung 8 dargestellt. Gezeichnet und gefertigt wurden die Stempel für jeden Kavitätsthroughmesser (Probenaufgabe von 6, 8 und 10 mm). Teilweise wurden die Stempel in der Werkstatt des ESI Leoben, von Franz Hubner und Günther Aschauer ausgedreht.

Die Ausgangshöhe der Stempel wurde mit ~50 mm gewählt. Der Ring um die Kavität wird nach einer gewissen Anzahl von Verformungsprozessen breiter. Somit entsteht eine höhere, unerwünschte Reibung, und die Kavitätshöhe wird niedriger. An dieser Stelle werden die Stempel in der Werkstatt auf die Ausgangsdimensionen nachgedreht.

Nach jeder Bearbeitung verliert der Stempel an Höhe. Mit der gewählten Ausgangshöhe ist eine längere Nutzung des Stempels möglich. Ausserdem verkleben harte Materialien durch den initiierten Druck mit anschließender Torsion. Diese Stempel können nur für einen Durchgang verwendet werden und müssen dann wieder nachgedreht werden.

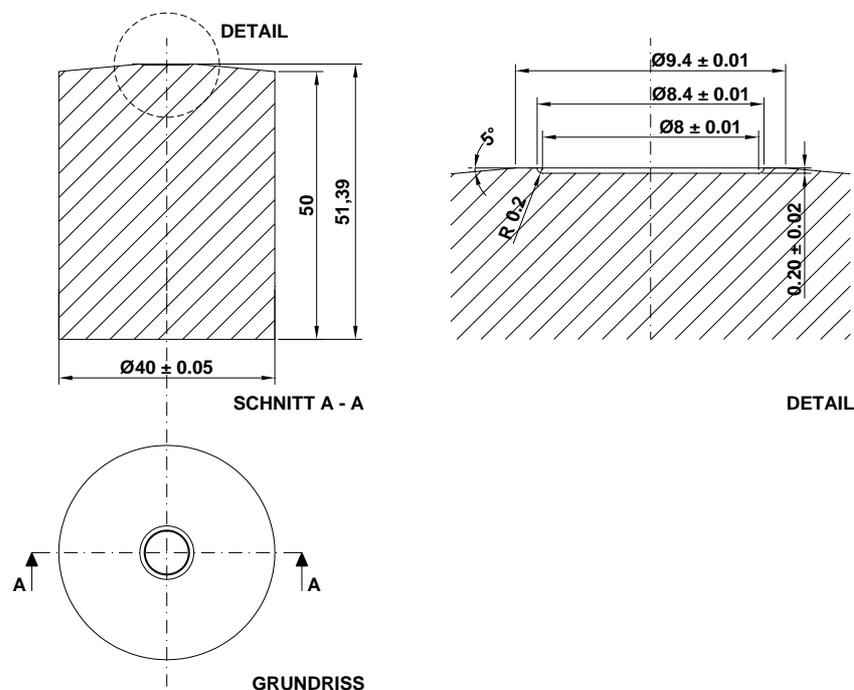


Abbildung 8: Stempel für die HPT mit dem Detail der Kavität-rechts

Als die Stempel fertiggestellt und die ersten Testversuche durchgeführt wurden, war das Ergebnis nicht zufriedenstellend. Die Verformung der ersten Testproben war nicht zentrisch. Ein Schnitt mit der Präzisions-Trennmaschine Struers vom Typ Accutom-5 konnte die Vermutung bestätigen. Die Abbildung 9 zeigt eine Lichtmikroskop-Aufnahme eines Querschnittes der Cu-Testprobe. In dieser ist leicht erkennbar, dass der obere Rand um 185 μm versetzt ist. Der obere und untere Kolben oder die beiden Aufnahmen oder die Stempel konnten diesen Fehler verursacht haben.

Alle konstruierten Teile sollen planparallel zueinander sein und wurden sorgfältig untersucht. Als Verursacher des auftretenden Problems zeigten sich die Stempel. Bei jedem Stempel war noch nach dem Ausdrehen eine kleine zentrale Erhöhung zu sehen, welche beim Einlegen des Stempels in die Aufnahme eine leichte Neigung verursachte. Diese wurde mechanisch mit einem grobkörnigen Schleifpapier vorsichtig abgeschliffen. Die darauf folgenden Testproben haben eine perfekte Form gezeigt.

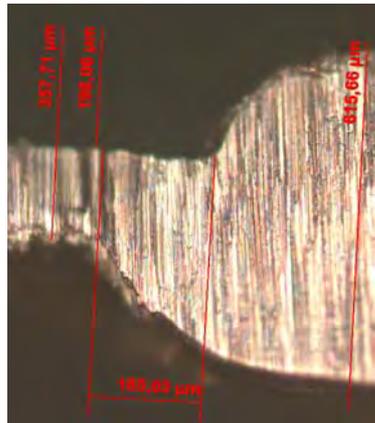


Abbildung 9: Detailaufnahme des Querschnitts einer Cu-Testprobe

3.2.3 Sandstrahler und Messingdeckel

Wegen dem Bedarf, eine rutschfeste Probenaufgabe auf den Stempel zu gewährleisten, wurde eine geschlossene, dichte Industrie-Sandstrahlkabine SBC-420, dargestellt in der Abbildung 10, beschafft. Diese ist mit integrierter Staubabsaugung, Fussfernbedienung und Handstrahlpistole ausgestattet. Die elektrische Staubabsaugung sorgt für eine klare Sicht während des Arbeitsvorganges. Die Kombination des pneumatischen Fusspedals mit der Handstrahlpistole ermöglicht eine freie Hand zur Handhabung des Werkstücks. Der Strahlmittel-Quarzsand wird mehrfach genutzt, er wird in einer unten angebrachten Auffangwanne gesammelt und wieder angesaugt. Der erste Gedanke war, das Gerät bei der Fa. Ruby GmbH zu kaufen, allerdings wurde bei eBay²⁹ dasselbe Modell um 42% günstiger erworben.

Um nur die Kavität der Stempel, siehe Detail rechts in der Abbildung 8, aufrauen zu können, wurde noch für jeden der Kavitätswindmesser (6, 8, 10mm) je ein Deckel aus Messing in der Werkstatt der Universität Wien³⁰ fertiggestellt.



Abbildung 10: Industrie-Sandstrahlkabine SBC-420

Dieser Messingdeckel mit einer genau definierten Öffnung, gezeigt in Abbildung 11, ermöglicht, dass nur die gewünschte Fläche sandgestrahlt wird. Mit diesem Schritt ist eine rutschfeste Probenauflagefläche gewährleistet.

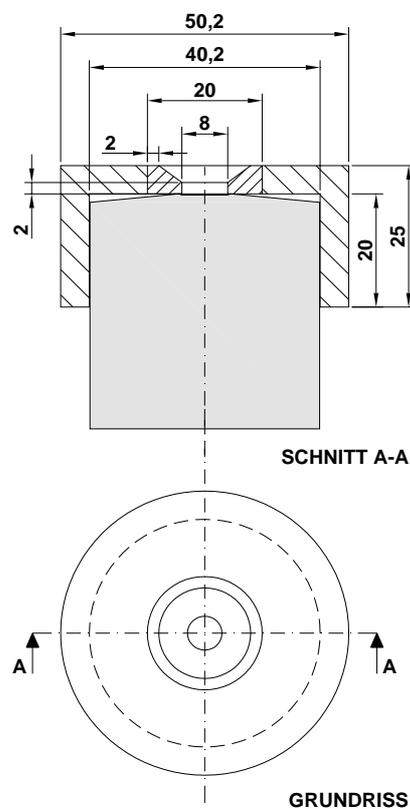


Abbildung 11: Messingdeckel

3.3 Zusätzliche periphere HPT-Einrichtungen

3.3.1 Stickstoffbehälter

Für das Verformen unter flüssigem Stickstoff (-196°C) sowie mit Trockeneis (-80°C) wurde ein Behälter aus Teflon konstruiert³⁰. Dieser besteht aus einem Becher mit einer 40 mm-Öffnung für den unteren Stempel, siehe Abbildung 12, mit einem Dichtungsring, der in einer leichten Einfräsung angebracht ist. Der Deckel ist mit zwei Kupferrohren für Stickstoffein- bzw. Auslass versehen sowie mit einer 40 mm-Öffnung für den oberen Stempel und einem Dichtungsring.

Der Behälter wurde bereits getestet, und er konnte die Voraussetzungen erfüllen. Allerdings wurde nach Einlass von flüssigem Stickstoff der Deckel zusätzlich fixiert, weil der entstehende Gasdruck ihn öffnete. Dafür wurden noch zwei Metallplatten mit zwei Schrauben zum Abstandhalten konstruiert. Mit diesen wurden die beiden Teile des Stickstoffbehälters fixiert, um dem entstehenden Gasdruck standzuhalten. Aufgrund der gemachten Erfahrungen wurde ein anderes Deckelmodell angedacht, wo der Stickstoffein- bzw. Auslass gleich in den Deckel integriert wird, um die herausragenden Kupferrohre weglassen zu können.

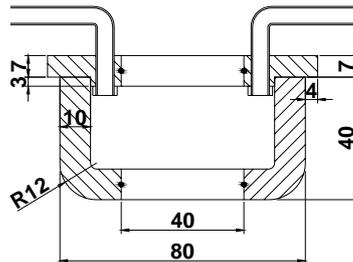


Abbildung 12: Stickstoffbehälter

3.3.2 Induktionsofen

Für das Verformen bei hohen Temperaturen bis 550°C wurde ein älterer Hochfrequenz-Induktionsgenerator der Marke Hüttinger Typ IG 10/200 Hy Baujahr 1980 adaptiert. Dafür wurde ein Temperaturregler RP10-12³¹ und ein Pyrometer Metis MP 25³¹ bei der Fa. IEW gekauft.

Der Pyrometer ist mit einem Temperaturmessbereich von 75-550°C und einem Objektiv OM25-B0 ausgestattet. Das Objektiv wurde gewählt, weil es sich vom Messfelddurchmesser her gut eignet.

Für den Induktionsofen wurde eine Induktionsspule aus Kupfer (Abbildung 13, der Neigungswinkel von 7,5° wurde nur für leichtere graphische Darstellung herangezogen) mit Blöcken und Wasseranschlüssen konstruiert (Abbildung 13, Abbildung 14) und in der Werkstatt fertiggestellt³⁰. Das weichgeglühte Kupferrohr mit 8 mm Durchmesser sowie Wasseranschlüsse und ein ½“ Gewebeschauch wurden in Baumärkten gekauft.

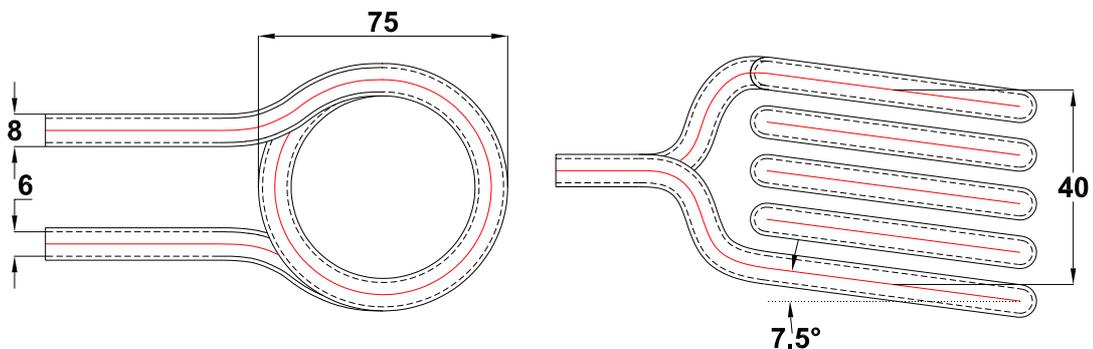


Abbildung 13: Induktionsspule, Ansicht: seitlich-links, von oben-rechts

Die Kupferspule wurde an der R4 Öffnung der Abbildung 14 angebracht, an der Öffnung R6,85 (links und rechts) die Wasseranschlüsse und an die vier R5,225 (links und rechts) die Halterung an das Gehäuse.

Das Gehäuse wurde an einen Schwenkarm fixiert. Dieser wurde an einem Haltegerüst aus Stahl befestigt und dann anschliessend an die Wand montiert. Dafür wurde ein schwenkbarer Ausleger, welcher als Flach-Bildschirm-Wandhalter mit einer Tragfähigkeit bis zu 80 kg, schwenkbar von 180-360° und mit drei Gelenkpunkten ausgestattet ist, adaptiert. So kann die Spule einfach in die erforderliche Position gebracht werden. Für die Feinjustierung der Position wurde zwischen Gehäuse und Schwenkarm eine Vorrichtung angebracht, welche eine Bewegung in der z-Raumachse ermöglicht.

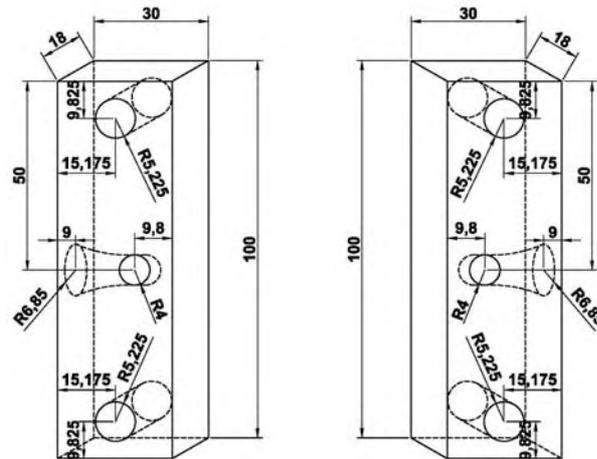


Abbildung 14: Kupferblöcke für die Induktionsspule

Die Berechnungen für die Induktivität der Spule wurden nach der Formel 1 berechnet:

$$L = \mu_0 \cdot n^2 \cdot \frac{A}{l} \cdot f \quad [\text{H}]$$

Formel 1

L	Induktivität	[H]
μ_0	magnetische Feldkonstante $\mu_0=4\pi \cdot 10^{-7}$	[Vs/Am]
n	Anzahl der Windungen	[]
A	Fläche der Spule	[m ²]
l	Länge bzw. Höhe der Spule	[m]
f	Korrekturfaktor für kurze Spulen	[]

Die Masseinheit für die Induktivität ist das Henry (SI-Einheiten System), $1[\text{H}]=1[\text{Vs/A}]$.

Für die genaue Berechnung des Korrekturfaktors wurden die Werte aus den Unterlagen des verwendeten Induktionsofens Typ IG 10/200 Hy Baujahr 1980 herangezogen und die entsprechende Polynomfunktion berechnet. Durch Dimensionierung der Spule mit Radius von 0,04 m und 5 Windungen, konnte die Impedanz an die Arbeitsfrequenz angepasst werden. Diese ist im Diagramm 1 dargestellt, mit $f=0,573$ für die angegebene Dimensionierung der Spule.

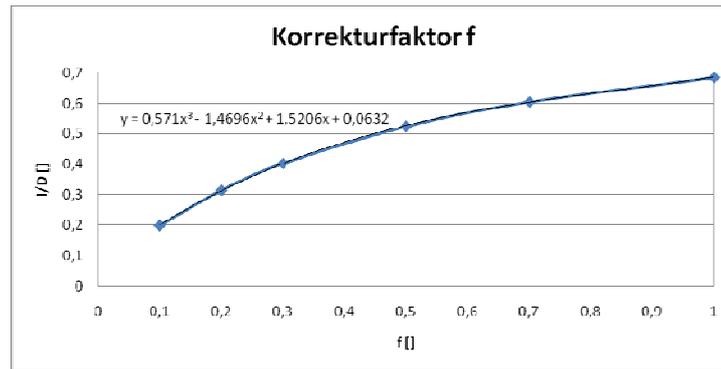


Diagramm 1: Korrekturfaktor für kurze Spulen

Die Fläche der Spule wurde mit der Formel 2 berechnet.

$$A = r^2 \cdot \pi \quad [m^2] \quad \text{Formel 2}$$

A Fläche der Spule [m²]

r Radius der Spule [m]

Die graphische Darstellung einer Spule³² ist in der Abbildung 15 gezeigt. Wie bereits aus Formel 1 und Formel 2 zu sehen ist, sind die wichtigen Größen die Länge bzw. Höhe der Spule, der Radius und die Anzahl der Windungen.

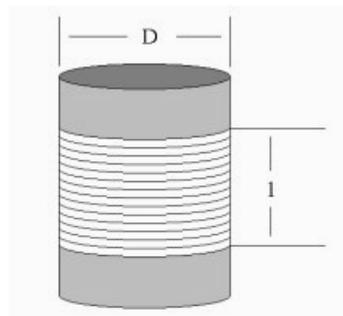


Abbildung 15: graphische Darstellung einer Spule

In unserem Fall war der Wert $L=1,83 \mu\text{H}$. Aus der Anpassungskurve der Fa. Hüttinger konnte eine Frequenz von 180 kHz abgelesen werden. Somit war die bereits vorhandene Schaltung der Kondensatoren auch für unsere berechnete Impedanz gültig.

Nach dem hergestellten, intakten und dichten Wasserkreislauf konnte der Induktionsofen getestet werden.

Nach dem ersten Versuch mussten eine 6 A- Sicherung, zwei Durchführungskondensatoren sowie eine durchgeschmolzene Leitung ausgetauscht werden. Ausserdem musste die zu erbringende Leistung an unser Stempelmaterial angepasst werden, dafür wurde Fa. Hüttinger Elektronik GmbH&Co. KG in Freiburg, Deutschland, kontaktiert.

3.3.3 Drehmomentmessung

Wie bereits im Abschnitt 3.1 beschrieben hat die eingebaute Drehmomentmessung nicht funktioniert. In Anlehnung an das am ESI verwendete Prinzip der Drehmomentmessung wurde ein zusätzliches Bauteil konstruiert (Abbildung 16) und von der Fa. Walter Klement hergestellt. Wärmebehandelt (Wärmebehandlung bereits im Abschnitt 3.2.2 beschrieben) wurde das Bauteil in Leoben. Der verwendete Schnellarbeitsstahl ist derselbe wie für die Stempel, siehe Abschnitt 3.2.2, Tabelle 2, allerdings wurde bei diesem Teil eine geringere Härte mit 59 HRC gewählt. Die Anlasstemperatur ist 600°C laut dem Anlassschaubild der Fa. Böhler Edelstahl GmbH & Co KG³³. Die niedrigere Härte als bei den Stempeln (65 HRC) war notwendig, um bei zu grossen Lasten einen Bruch zu vermeiden und eher den Stempel zu opfern. Die gekennzeichneten Details und ihre Bedeutung in der Abbildung 16 sind:

- (1) durchgehende Bohrung mit Innengewinde zur Fixierung der Einbauhalterung der Kabel von Dehnmessstreifen (DMS)
- (2) durchgehende Bohrung mit Innengewinde für eine Wurmsschraube zur Fixierung der Stempel. Ausserdem wurde in dieser Höhe ein aufschraubbarer Ring aus Aluminium mit einer Höhe von 20 mm vorgesehen, der entweder mit Druckluft oder Wasser (Ein- und Auslass) zur Kühlung der DMS-Vorrichtung betrieben werden kann.
- (A) sowie (B) Doppel-Scher DMS²⁶ für Stahl 1-XY41-3/350 mit einer Messgitterlänge 3 mm und Nennwiderstand 350 Ω. Die zwei DMS wurden mit 180° zueinander auf die gekennzeichnete Position aufgeklebt, wodurch eine Vollbrücke entsteht. Das Lesegerät ist ein Messverstärker der Fa. HBM²⁶ Marke Digiclip DF30CAN. Dieser ist in dem Schaltschrank, grau gekennzeichnet in Abbildung 3, eingebaut.

Ein DMS liegt typischerweise in Form einer Folie vor, wo ein Widerstandsdraht auf eine Messgitterfolie mäanderförmig angebracht ist. Bei Dehnung nimmt der Widerstand zu, bei einer Stauchung nimmt der Widerstand ab.

Der Widerstand des unbelasteten DMS ist laut Formel 3:

$$R = \rho \cdot \frac{l}{A} = \rho \cdot \frac{4 \cdot l}{D^2 \cdot \pi} \quad [\Omega] \quad \text{Formel 3}$$

ρ	spezifischer Widerstand	[Ωm]
l	Drahtlänge	[m]
A	Querschnittsfläche	[m^2]
D	Durchmesser des Drahtes	[m]

Der Widerstand des belasteten DMS ist laut Formel 4:

$$\frac{\Delta R}{R} = k \cdot \frac{\Delta l}{l} = k \cdot \varepsilon \quad [] \quad \text{Formel 4}$$

k	Proportionalitätsfaktor	[]
ε	relative Längenänderung	[]

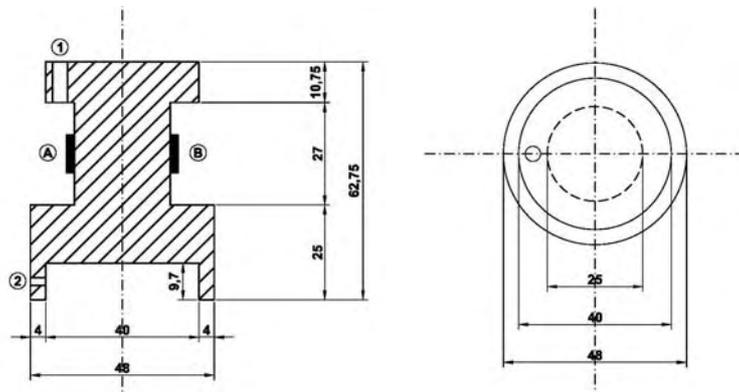


Abbildung 16: DMS-Vorrichtung

Allerdings wurde die DMS-Vorrichtung²⁷ modifiziert, siehe Abbildung 17. Es wurden noch zwei zusätzliche Bohrungen eingebracht, um die DMS-Vorrichtung in den Drehmoment-Mess-Adapter platzieren zu können.

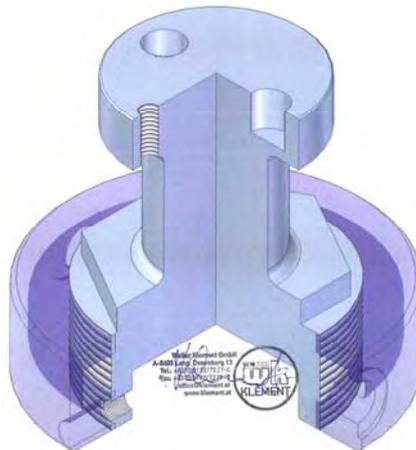


Abbildung 17: DMS- Vorrichtung Fa. Walter Klement

Der Drehmoment-Mess-Adapter, siehe Abbildung 18, wurde mit einer Armlänge von 0,5 m (rot in Abbildung 18), auf welches eine Masse t von 5 kg aufgebracht wird, zur Kalibrierung des Drehmoments gefertigt. Rechts im Detail der Abbildung 18 ist ein Halter (grau-beige dargestellt), dieser dient als Fixiervorrichtung auf der anderen Seite der DMS- Vorrichtung (wo die Stempel aufgebracht werden).

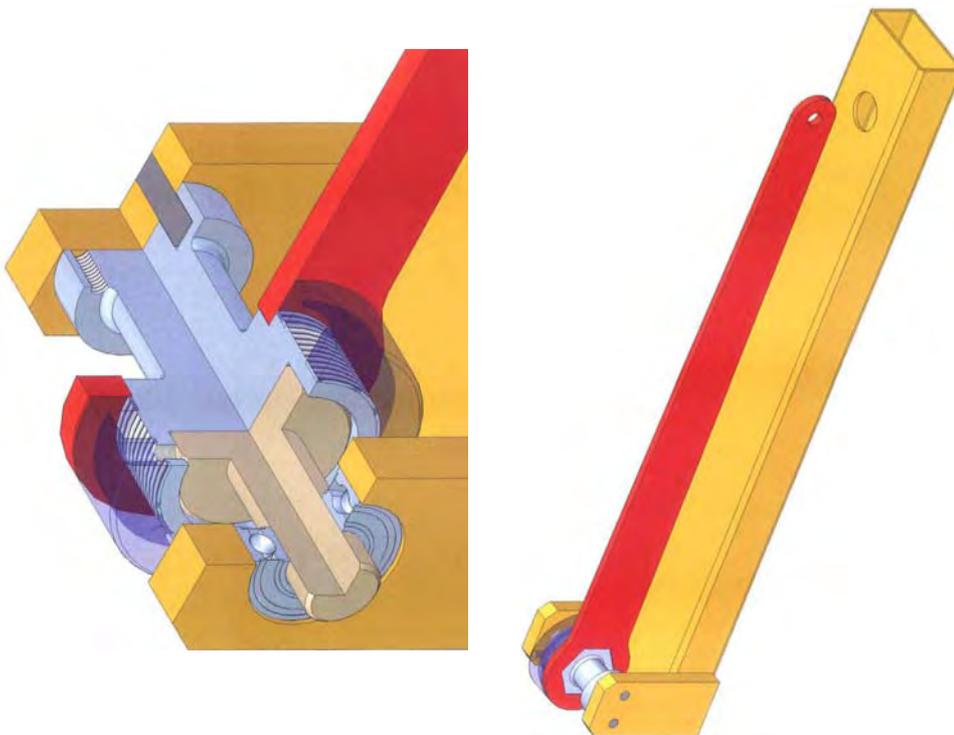


Abbildung 18: links-Drehmoment-Mess-Adapter, rechts Detail- Platzierung der DMS Vorrichtung

Mit der DMS-Vorrichtung kann man das Drehmoment während der HPT-Verformung messen; man kann damit z.B. Spannungs-Dehnungs-Charakteristiken der plastischen Verformung unter hydrostatischem Druck ermitteln.

Die Scherung γ bei der HPT-Verformung wird mit Formel 5³⁴ berechnet.

$$\gamma = \frac{2\pi nr}{t} \quad [] \quad \text{Formel 5}$$

Die in der Formel 5 verwendeten Parameter sind:

n	Anzahl der vollständig erfolgten Umdrehungen	[]
r	Radius der Scheibenprobe	[mm]
t	Dicke der Scheibenprobe	[mm]

Für die Ermittlung der der Scherung γ äquivalenten Verformung im einsinnigen Zug oder Druckversuch muss γ noch mit einem Faktor a multipliziert werden, der von dem jeweiligen für die plastische Verformung angewandten Modell abhängt. Für das „von-Mises³⁵“ Modell gilt $\varepsilon = \gamma \cdot \sqrt{3}$ ³⁶. Hier und im Folgenden wird mit „ ε “ die „von-Mises-Verformung“ bezeichnet.

4 Experimenteller Teil

4.1 Ausgangspulver

Untersucht wurden drei Zusammensetzungen W-20%Cu, W-10%Ni und Cu-25%Cr sowie 99%-iges Cu. Dafür wurden Wolfram-Pulver (Fa. Wolfram, 1-3 μm), Cu-Pulver (Ecka FM, 40 μm), Carbonylnickel-Pulver (INCO 123, 5-7 μm) und Cr-Pulver (Cr-8, aluminothermisch, d_{50} ca. 100 μm) verwendet. Für die Testreihe mit reinem Kupfer wurde Cu-Pulver (Sigma-Aldrich, <10 μm , 99%, sphäroidal) genommen.

4.2 Pulvermischen

Die jeweiligen Pulver W, Cu, Ni und Cr wurden in folgenden Massenverhältnissen: W-Cu (80/20), W-Ni (90/10) und Cu-Cr (75/25) in Chargen von jeweils 100g in Plastikbehältern eingewogen, mit Mahlhilfskörpern (Kugeln und Spirale) versetzt und im Taumelmischer 1h gemischt. Nach dem Entfernen der Mischhilfskörper wurden die Pulver mit 300 MPa gepresst. Danach wurden die Presslinge auf einer Analysenwaage auf 0.1 mg genau gewogen und mit einer Schiebelehre abgemessen, um die Gründichte berechnen zu können.

4.3 Pressen

Das Kaltpressen erfolgte axial und bei Raumtemperatur in einer Universalprüfmaschine Zwick 1474 mit einer Kraft von 30 kN auf eine Fläche von 1 cm^2 (siehe 4.4.). Dies entspricht einem Druck von 300 MPa. Vor jedem Pressvorgang erfolgte eine Matrizenschmierung mit einem Multical-Kalibrieröl, beigestellt von der Fa. MIBA Sinter Austria GmbH. Durch das Kaltpressen wurde keine vollständige Verdichtung erreicht. Bei den W-Cu- und W-Ni-Presslingen wurde eine relative Dichte von ~ 61-63% und bei Cu-Cr 83% erreicht. Allerdings war es nicht möglich, bei diesen Bedingungen das W-Ni zu perfekten Grünlingen zu kompaktieren. Die Proben zeigten Risse und kleine Abblätterungen beim Ausstossen aus der Matriz. Somit wurde eine höhere Stückzahl an Grünlingen gepresst, um die nicht gelungenen Körper aussortieren zu können. Der Pressdruck war in diesem Fall mit 30 kN möglicherweise zu hoch.

Das reine Cu-Pulver wurde auf der Universität Wien,³⁷ an der Strack Norma-Presse gepresst. Das Kaltpressen erfolgte axial, der Druckaufbau manuell mit Hilfe eines Armhebels bei Raumtemperatur und einem Druck von 450 MPa. Die Matriz sowie die Stempel wurden nach jedem Pressvorgang durch Trockenwischen gesäubert.

4.4 Geometrie der Presslinge

Die drei Pulvermischungen W-Cu, W-Ni und Cu-Cr wurden in einem Presswerkzeug, hergestellt von der Fa. Maschinenbau Certony, auf flache Zylinder von 1 cm² Grundfläche gepresst. Eine technische Zeichnung ist in der Abbildung 19 dargestellt.

Für die genaue Höhe der Proben von 1,1 bis 1,15 mm wurden die jeweiligen Pulvermischungen an der Analysenwaage in den berechneten Massen eingewogen. Die Höhe der Presslinge ist wichtig, weil so der Materialfluss der Probe zwischen den Stempelkavitäten während der HPT-Verformung so gering wie nur möglich gehalten werden kann. Sollte das nicht der Fall sein und es fließt mehr Material heraus, wird der definierte Verformungsgrad nicht erreicht. Von jeder Pulvermischung wurden jeweils 30 Presslinge hergestellt.

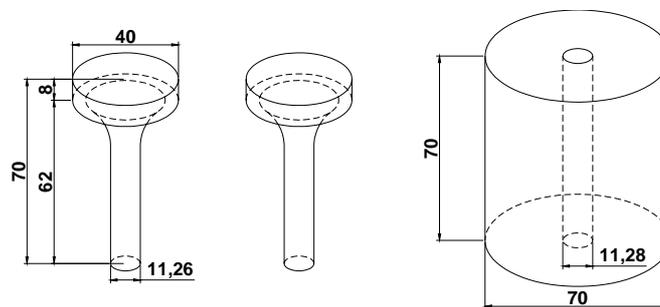


Abbildung 19: Presswerkzeug der Fa. Maschinenbau Certony; links im Bild das Stempelpaar, rechts die Matrize

Die Grünlinge aus reinem Cu wurden mit einem sehr ähnlichen Presswerkzeug, siehe Abbildung 19, allerdings mit einem Durchmesser von 8 mm gepresst. Die genaue Höhe der Presslinge wurde mit 1 mm berechnet, und an der Analysenwaage wurden die berechneten Massen eingewogen. Hergestellt wurden 20 Grünlinge.

4.5 Sintern

Die gepressten W-Cu-, W-Ni- und Cu-Cr-Proben wurden in ein Sinterschiffchen mit Schmelzkorund sorgfältig eingelegt. Gesintert wurde in einem kanthalbeheizten AHT-Rohrofen bei 800°C in einer H₂-Atmosphäre. Die Proben wurden in die Mitte des AHT-Ofens, in die Sinterzone, geschoben. Nach 60 min Sintern wurde für 5 min mit N₂ gespült, und erst dann konnte der AHT-Ofen geöffnet werden, um das Schiffchen in die Abkühlzone zu schieben. Die Proben wurden dann unter H₂ Atmosphäre in 30 min abgekühlt.

Danach wurden die Sinterlinge mit einer Schiebelehre abgemessen, um die Sinterdichte berechnen zu können.

Nach dem Sintern zeigten die Körper kaum eine Dichteänderung, allerdings wurde die Festigkeit der Sinterlinge gegenüber den Grünlingen erhöht, was für die weitere Handhabung von Vorteil war.

Nach dem Sintern bei 800°C traten auch zusätzliche Risse auf, die man im Pressling vorher nicht deutlich sehen konnte. Die Proben wurden zur weiteren Bearbeitung nochmals aussortiert. Die Sintertemperatur war für die Zwecke der weiteren Untersuchungen absichtlich relativ niedrig gewählt, da die Proben nur vorgesintert werden sollten. Normalerweise werden W-Ni-Proben mit flüssiger Phase, bei ca. 1460°C, gesintert.

Die gepressten Cu-Proben wurden in ein Sinterschiffchen sorgfältig eingelegt. Gesintert wurde im Vakuum-Ofen bei 700°C, um diese Proben mit denen im gepressten Zustand vergleichen zu können. Bei der Verwendung einer H₂-Atmosphäre im Ofen würden die in den Proben enthaltenen Oxide reduziert werden, und somit wären die beiden Probenzustände nicht direkt vergleichbar. Die Proben wurden in die Mitte des Vakuum-Ofens in die Sinterzone geschoben. Nach 60 min Sintern wurde der Ofen unter Vakuum in 30 min abgekühlt.

4.6 Geometrieanpassung für HPT

Für das Verformen der Proben mit der HPT-Maschine wurden alle Proben mit der Funkenerosionssäge: Charmilles Ram-Type EDM Maschine, Model: Eleroda 110, bestehend aus einem Generator Charmilles Isopulse Type P25 mit einer Spindellagerung Charmilles Microfin P12-25 und 3 Kondensatoren kombiniert, auf die gewünschte Geometrie erodiert.

Für diesen Schritt wurden die Proben auf einen länglichen Messingträger aufgeklebt. Der Hartkleber der Fa. UHU wurde dafür mit flüssigem Degussa-Leitsilber vermischt, um eine elektrisch leitende Kontaktfläche zu gewährleisten.

Mit der Funkenerosionssäge wurden die Proben auf die Geometrie von 8 mm Durchmesser berührungsfrei erodiert. Dafür wurde als Elektrode ein Messingrohr mit einem Innendurchmesser von 8 mm verwendet.

Die Cu-Proben wurden bereits auf die gewünschte Geometrie gepresst, somit war der Erodierschritt bei diesen nicht notwendig.

Nachfolgend werden im Text die gepressten und gesinterten Cu-Proben mit Cu-2N-Proben bezeichnet, um Verwechslungen mit Kompaktkupferproben (siehe 4.7.) auszuschließen.

4.7 Cu-Testproben

Für das Testen der HPT-Maschine wurden kompakte (schmelzmetallurgische) Cu-Proben mit einer Reinheit von 99,99% (nachfolgend im Text mit Cu-4N-Proben bezeichnet) verwendet. Mit der Funkenerosionssäge (beschrieben im Abschnitt 4.6) wurden von einer Cu-Stange mit einem Durchmesser von 8 mm Scheibenproben mit einer Höhe von 0,8 mm erodiert. Danach wurden die Scheibenproben in Azeton gewaschen, in 96%-iger HNO_3 kurz zur Reinigung geschwenkt und anschliessend nochmals mit Azeton gewaschen. Die HPT-Parameter für die Cu-Proben wurden an die bereits bekannten Daten angelehnt³⁸. Ein Druck von 4 GPa und zwei Umdrehungen wurden gewählt. Es wurden jeweils drei Proben am ESI Leoben und an der Uni Wien verformt, und zwar mit denselben HPT Parametern, um diese vergleichen zu können.

4.8 Cu-Pulverproben

Bei den Proben aus Cu-Pulver wurde noch die direkte Kompaktierung in der HPT-Maschine ausgetestet. Dieser Schritt war notwendig, um den herkömmlichen pulvermetallurgischen Weg zu umgehen und somit einerseits den direkten Weg mittels der HPT Methode einschlagen zu können und andererseits durch die Einsparung der Schritte den entstandenen Zeitgewinn für weitere Untersuchungen zu nutzen.

Mit einer Präzisions-Trennmaschine Struers vom Typ Accutom-5 wurden aus handelsüblichem, weichgeglühten Cu-Rohr mit 10 mm Durchmesser Ringe mit 1,2 mm und 1 mm Höhe geschnitten.

Nach mehreren Versuchsanordnungen mit Cu-Ring auf und in der Kavität der Stempel haben sich zwei Möglichkeiten besonders herauskristallisiert.

In der Abbildung 20 ist die erste Möglichkeit dargestellt. Der Ring mit der Höhe von 1,2 mm wurde direkt in die Kavität platziert. Anschliessend wurde das Cu-Pulver (beschrieben in 4.1) spatelweise mit vorher berechneter Masse von 0,39 g in geringen Portionen zugefügt. Nach jeder Portion Cu-Pulver wurde mit einem Spatel leicht nachgedrückt. Die Verdichtung der Schüttung ist in beiden Abbildungen mit strichlierten, leicht gewölbten Linien dargestellt. Danach wurde mit der HPT-Maschine und den gewählten Parametern verformt. Nach der Verformung konnte nur der bei der Verformung herausgepresste Teil des Ringes („Schmiedegrat“) mit einer Aluminium-Schere abgeschnitten werden. Ein Teil des Ringes presste sich in den Aussenrand der Probe, gekennzeichnet durch die wellige Linie in dem unteren Teil der Abbildung 20. In diesem Bereich kommt es zu einer deutlichen Vermischung des Ringes und der Probe, somit wäre bei weiteren Untersuchungen Vorsicht geboten, da unklar ist, wie weit dieser Bereich in das Innere des Körpers ragen kann. Ein Querschnitt der Probe kann in so einem Fall als Antwort dienen.

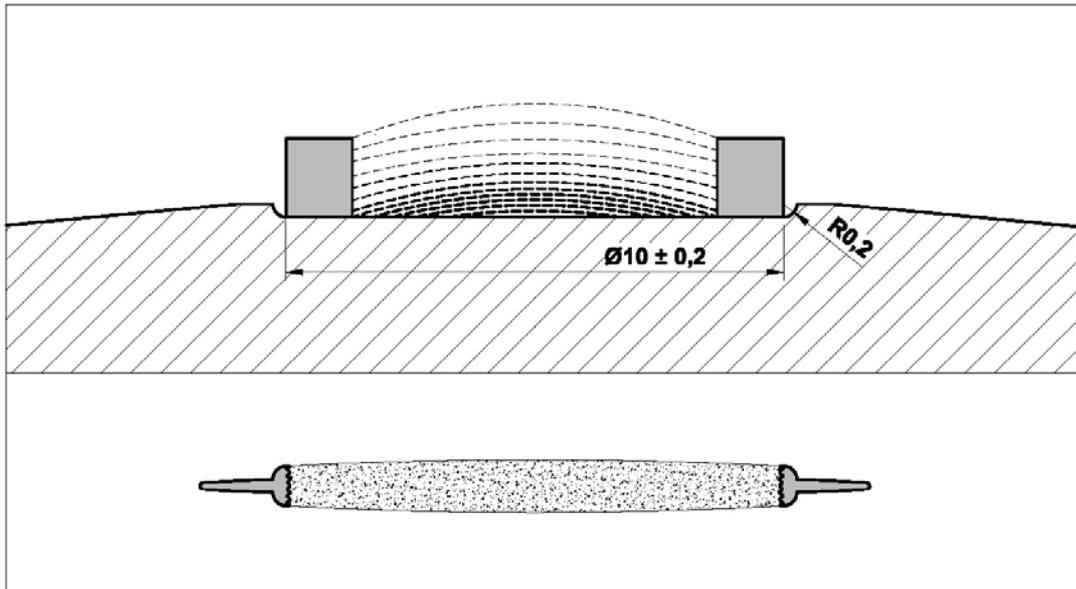


Abbildung 20: Cu Ring, platziert innerhalb der Kavität des Stempels und mit Pulver befüllt, und die daraus resultierende Probe.

Allerdings konnte hier eine bessere Lösung gefunden werden, die in Abbildung 21. gezeigt ist. Hierfür wurde der Stempel mit dem Kavitätsdurchmesser von 8 mm gewählt sowie ein Cu-Ring mit 10 mm Durchmesser und der Höhe von 1 mm ausserhalb der Kavität bzw. auf dem Rand des Stempels platziert. Dieselbe Masse an Cu Pulver wurde wie bereits vorhin beschrieben schrittweise in die Kavität hineingepresst. Nach der HPT-Verformung konnte dann der gesamte Ring von der kompakten Probe, graphisch dargestellt im unteren Teil der Abbildung 21, getrennt werden. Diese Methode erwies sich als erfolgreicher, da keine Fremtteile mehr auf der Probe verblieben. Die Probe selber zeigte ausreichende Festigkeit auch bei Versuchen, wo der Ring erst durch leichtes Anschneiden mit der Aluminium-Schere getrennt wurde. Erst bei jeder dritten Probe musste bei der Ringtrennung nachgeholfen werden. Keine der Proben wurde dabei beschädigt.

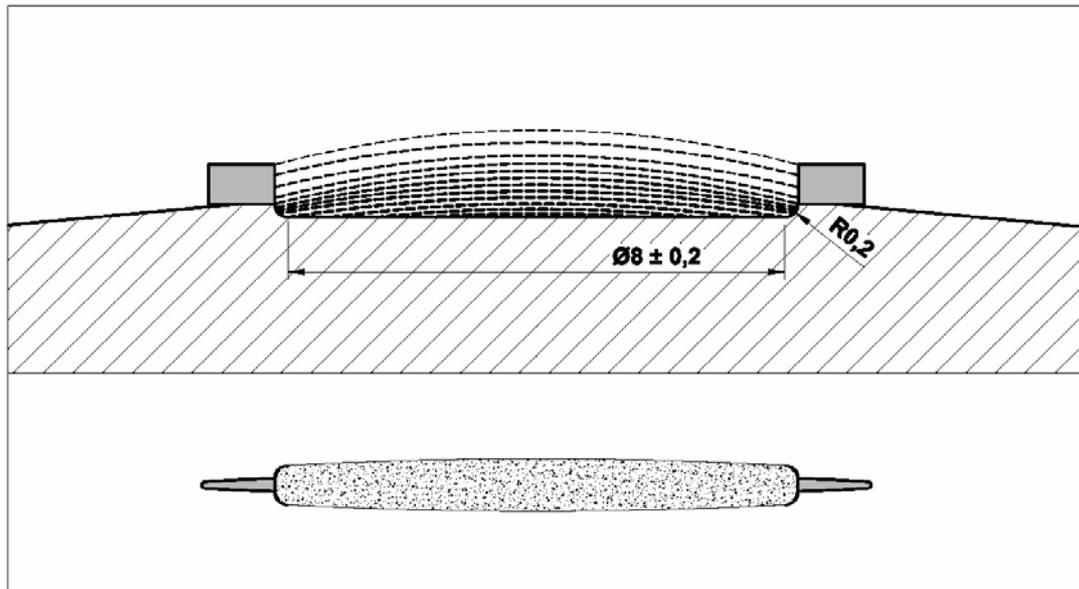


Abbildung 21: Cu-Ring, platziert ausserhalb der Kavität auf dem Rand des Stempels, sowie die daraus resultierende Probe

4.9 Dichtemessung

4.9.1 Korrelation der gewünschten Probendicke mit der Dichte

Um auf die erwünschte Geometrie der Sinterlinge zu kommen, mussten mehrere Faktoren berücksichtigt werden. Am einfachsten war es, vom Gewicht der Pulvercharge auf die gewünschte Höhe des Presslings zu schliessen. Allerdings konnten keine Literaturwerte für die entsprechenden Press- und Sinterparameter gefunden werden. Es wurde von jeder Pulverzusammensetzung je eine Testprobe gepresst. So konnte nachvollzogen werden, ob aus den tatsächlich berechneten Massen auch die gewünschten Höhen resultieren, um dann auch die erforderlichen Proben herstellen zu können.

Äusserst wichtig für die weiteren Schritte, in diesem Fall die HPT-Verformung, ist die Probendicke (Höhe), die optimal gewählt werden muss. Sind die Proben zu dünn, ist die initiierte Verformung nicht vollständig und nicht wirksam. Ausserdem kann es zur direkten Reibung zwischen den Stempeln kommen, die Probe bleibt eher unverformt und im schlimmsten Fall können die Stempel brechen. Bei zu dicken Proben ist der Materialfluss während der Verformung zu hoch, und die Eigenschaften werden nach der Verformung negativ beeinflusst. Bei den hergestellten Proben musste also die Porosität mit eingerechnet werden, um die erforderliche Dicke der Proben zu erreichen.

4.9.2 Bestimmung der Gründichte

Für die Bestimmung der Gründichte wurden die Höhen und die Durchmesser der Presslinge mit einer Schiebelehre auf 0.01 mm genau abgemessen, ihre Masse auf der Analysenwaage auf 0.1 mg genau abgewogen und mit der Formel 6 berechnet.

$$\rho_{\text{grün}} = \frac{m_{\text{grün}}}{r^2 \cdot \pi \cdot H} \cdot 1000 \quad [\text{g/cm}^3] \quad \text{Formel 6}$$

$\rho_{\text{grün}}$	Gründichte	[g/cm ³]
$m_{\text{grün}}$	Masse des Grünlings	[g]
r	Radius des Grünlings	[mm]
H	Höhe des Grünlings	[mm]

4.9.3 Bestimmung der Sinterdichte

Nach dem Sintern wurden die Proben für die Bestimmung der Sinterdichten gewogen, mit Hilfe einer Schiebelehre abgemessen und analog zur Formel 6 berechnet.

4.9.4 Bestimmung der Sinterdichte nach Archimedes

Die Sinterdichte wurde auch mittels der Auftriebsmethode nach Archimedes gemessen und mit der Formel 7 berechnet:

$$\rho_{\text{Archimedes}} = \frac{m_{\text{Luft}}}{m_{\text{Luft}} - m_{\text{Wasser}}} \cdot \rho_{\text{Wasser}} \quad [\text{g/cm}^3] \quad \text{Formel 7}$$

$\rho_{\text{Archimedes}}$	Dichte nach der Auftriebsmethode	[g/cm ³]
ρ_{Wasser}	Dichte von Wasser	[g/cm ³]
m_{Luft}	Masse der Probe an Luft	[g]
m_{Wasser}	Masse der Probe an Wasser	[g]

Die Wasserdichte wird aus einer zur Verfügung gestellten Tabelle abgelesen, nachdem die Temperatur des Wassers mit einem Thermometer gemessen wurde. Die Dichte ist von der Temperatur abhängig. Die Dichtebestimmung nach Archimedes ist gegenüber der Gründichtenbestimmung als die genauere Methode anzusehen

Der Umbau einer Waage für die Messung nach Archimedes³⁹ ist in der Abbildung 22 dargestellt. Gemessen wurden die Massen der Proben mit der Analysenwaage an der Luft sowie in Wasser.

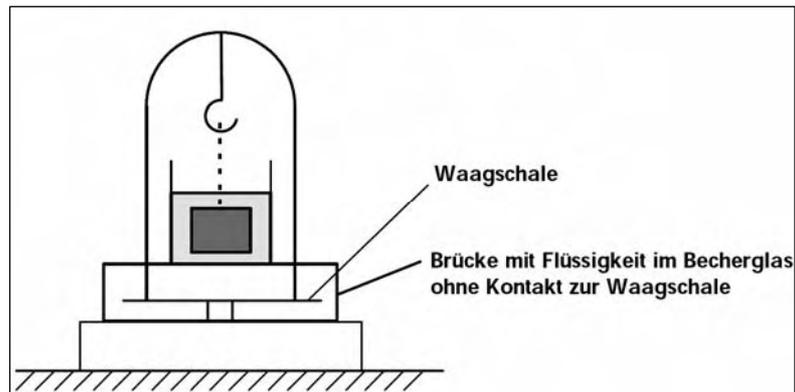


Abbildung 22: Versuchsanordnung für die Messung nach Archimedes

4.9.5 Bestimmung der Sinterdichte nach Archimedes nach der HPT-Verformung

Nach der HPT-Verformung wurde die Scheibenprobe mittels Funkenerosion laut Abbildung 23 berührungsfrei erodiert. Die Methode ist im Abschnitt 4.6 beschrieben. Die Dichte des Rings als auch die der aus der Mitte der Probe verbleibenden Scheibe wurde nach der Archimedes-Methode bestimmt.

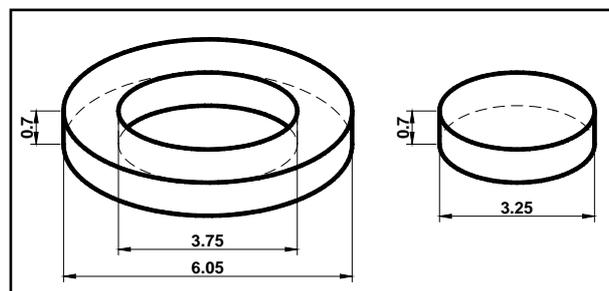


Abbildung 23: Darstellung der beiden Teile der jeweiligen HPT-Proben für die Dichtebestimmung

4.10 Probenpräparation für die lichtmikroskopischen Untersuchungen

Um eine einfache Handhabung zu gewährleisten, wurden für die lichtmikroskopischen (LM) Untersuchungen die Scheibenförmige Proben der jeweiligen Legierung auf einen Messingträger, siehe Abbildung 24 links im Bild, mit einem Hartkleber der Fa. UHU aufgeklebt. Dieser Kleber ist für die darauffolgenden Untersuchungen durch kurzes Eintauchen in Aceton leicht vom Träger zu trennen.

Zum Vergleich wurden auch nicht HPT-verformte Proben je Legierungszusammensetzung mittels Epoxidharz EPOFIX Kit der Firma Struers, Kopenhagen, eingebettet. Dieser härtet in 12 Stunden bei 40°C aus. Ein Beispiel ist in der Abbildung 24 rechts zu sehen.

Nach dem Aufkleben und teilweisem Einbetten wurden die Proben mit SiC-Papier der Fa. Struers mit folgender Körnung nass geschliffen:

- | | | |
|----|-----------------|-----------------------------|
| a) | P 800 FEPA Norm | Korngrösse 22 μm |
| b) | P1200 FEPA Norm | Korngrösse 15 μm |
| c) | P2400 FEPA Norm | Korngrösse 10 μm |
| d) | P4000 FEPA Norm | Korngrösse 5 μm |

Wobei FEPA für die Vereinigung der europäischen Hersteller von Schleifmitteln steht.



Abbildung 24: Probe auf Messingträger aufgeklebt-links und Probe in Epofix eingebettet-rechts

Anschliessend wurden die Proben auf einem Poliertuch-Teller mit 3 μm Diamantsuspension der Fa Struers poliert. Nach diesem Schritt zeigten die polierten Proben noch leichte Unebenheiten, welche für die weiteren Untersuchungen unerwünscht waren.

Danach wurden sie auf einem Poliertuch-Teller mit $0,25\ \mu\text{m}$ Tonerdesuspension DP LUBRICANT ROT der Firma Struers auf Hochglanz endpoliert. Zwischen den Polierschritten wurden die Proben mit Äthanol gespült.

Diese Schritte wurden mit der Poliermaschine der Fa Struers, RotoPol-25, welche mit einem Polierarm RotoForce-4 ausgestattet ist, durchgeführt. Die Proben wurden zuerst auf einem Probenhalter für 6 Proben montiert, welcher dann an den Polierarm fixiert wurde. Sollte der Probenträger nicht mit allen sechs Proben bestückt sein, müssen die Proben so positioniert werden, dass das Gewicht gleichmässig aufgeteilt ist.

Der Endpolierschritt war dann für die folgende SEM-Untersuchung ausreichend.

Die Probenoberflächen wurden mit einem Lichtmikroskop untersucht, und es wurden Aufnahmen mit 100-, 200-, 500- und 1000-facher Vergrößerung vorgenommen.

4.11 Mikrohärtmessung nach Vickers

Die Mikrohärtmessung wurde am Leco LM-100 Prüfgerät, das mit einem optischen Mikroskop und einem Bildanalysator ausgestattet ist, durchgeführt. Die Berechnung der Werte erfolgte automatisch durch das Gerät. Die Belastung wurde mit $0,1\ \text{kg}$ gewählt (HV 0.1). Dabei wird in eine Probe eine Pyramide aus Diamant mit einer bestimmten Belastung eine definierte Zeit lang in die Probe eingedrückt. Die Härte hat eine Dimension einer Spannung und wird aus der gemessenen Kraft geteilt durch die Oberfläche des Teils des eindringenden Eindruckskörpers bestimmt.

Das Prüfgerät gibt nach Ausmessen der Diagonalen des Abdruckes mit dem Öffnungswinkel der Pyramide den Mikrohärtewert (HV 0.1) nach Vickers. Es wurden auf jeder polierten Probe fünfzehn Eindrücke entlang des Durchmessers der Probe gemacht, jeweils 4 Eindrücke bei jedem Teilradius von $0,5\ \text{mm}$ in der Matrix sowie in den Inseln mit den Ausscheidungen, mit einem Mindestabstand von $70\ \mu\text{m}$. Als Ergebnis wurde der Mittelwert über diese Werte gebildet und die Standardabweichung berechnet.

Bei W-Cu und W-Ni konnte zwischen den Phasen härtemässig nicht mehr unterschieden werden. Die Eindrücke wurden wie bereits beschrieben laut Abbildung 25 getätigt. Bei den Cu-Proben (hergestellt aus Pulver oder kompaktem Cu) wurden nicht bei allen so detaillierte Recherchen durchgeführt; insbesondere wurden bei Vorliegen von Literaturwerten nur die Mikrohärtewerte bei einem Radius von $2\ \text{mm}$ ermittelt.

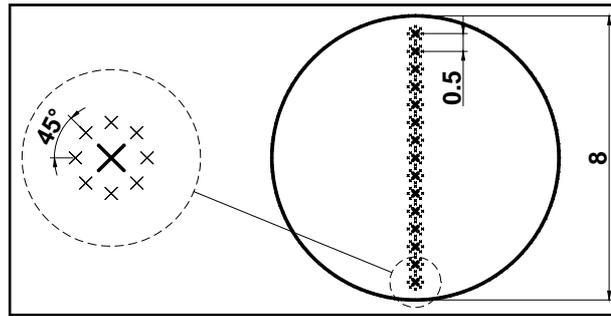


Abbildung 25: graphische Darstellung der Mikrohärtemessung

Mit Hilfe eines menschlichen Haares, das über die Probe gespannt und mit Klebeband der Fa. Scotch fixiert wurde, konnte man leicht die gerade Richtung bei der Mikrohärtemessung einhalten, und die Probe wurde somit nicht verschmutzt.

4.12 Rasterelektronenmikroskopische Untersuchung der Oberfläche

Die Charakterisierung der Struktur der Cu-Cr-Proben auf der Nanometerebene wurde mittels eines modernen Rasterelektronenmikroskops (englisch Scanning Electron Microscope, SEM) der Type Zeiss Supra 55 VP an der Universität Wien untersucht. Von allen Cu-Cr-Proben wurden rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen mit rückgestreuten Elektronen (backscattered electrons - BSE) durchgeführt. Das Signal der Rückstreuung primärer Elektronen ist von der chemischen Zusammensetzung und der Orientierung der kristallinen Bereiche des untersuchten Materials abhängig⁴⁰. Elemente mit höherer Ordnungszahl reflektieren stärker und erscheinen heller. Die unterschiedliche Orientierung der Körner ergibt einen unterschiedlichen Kontrast (Channeling-Kontrast). Zusätzlich ergeben die unterschiedlichen Versetzungsanordnungen der einzelnen Körner auch einen Kontrast. An den feinst polierten Cu-Cr-Proben konnten die Cr-Inseln von der Cu-Matrix eindeutig unterschieden werden. So wurden Aufnahmen von beiden Phasen erstellt, jeweils in axialer Richtung in der Mitte der Probe und am Radius von 2 mm.

Bei W-Cu- und W-Ni-Proben konnte keine Charakterisierung der Struktur mittels SEM gemacht werden.

Die Topographie der beiden Kompositen war für diese Untersuchung zu stark ausgebildet. Bei W-Cu waren die Cu-Bereiche mehr auspoliert, der Abtrag war hier schneller, weil Cu deutlich weicher als W ist, was zu Höhenunterschieden führte. Dementsprechend zeigten die Proben von W-Ni ein ähnliches Erscheinungsbild.

4.13 Korngrößenbestimmung mittels Röntgenprofilanalyse

Spätestens seit der Möglichkeit, hochintensive Röntgenstrahlen mittels Drehanode und insbesondere Synchrotronstrahlung als Röntgenquellen einzusetzen, hat sich die Röntgenprofilanalyse als eine der effektivsten Methoden der Strukturanalyse im Nanometerbereich erwiesen.

Auch im Zuge der vorliegenden Arbeit wurden Korngrößen mittels der Methode der Röntgenprofilanalyse - XPA (X-Ray-Line Profile Analysis)⁴¹ ermittelt. Der Vorteil dieser zerstörungsfreien Methode ist ihre vielseitige Anwendbarkeit für pulverförmige bis hin zu massiven Materialien, von Einzelkristallen bis zu nanokristallinen Materialien. Mittels des CMWP-Fits⁴² konnten die Korngrößenverteilungen für beide Phasen errechnet werden. Der CMWP-Fit ist ein Algorithmus zur Bestimmung struktureller Parameter sowie Gitterdefekte von kristallinen Festkörpern.

5 Ergebnisse

5.1 Cu-Proben - Charakterisierung der ermittelten Dichten

Für die aus Cu Pulver hergestellten Proben (99%, weiter im Text als Cu-2N bezeichnet) wurde, wie bereits im Abschnitt 4.9.1 beschrieben, die Probengeometrie ermittelt. Diese Daten sowie die theoretische Dichte sind in der Tabelle 3 aufgelistet. Nachdem die Proben gepresst wurden, konnten die Gründichten, siehe Tabelle 4, ermittelt werden.

Tabelle 3: Probendaten für das Verhältnis Dichte zu Höhe der Diskproben

Pulver Zusammensetzung (m%)	Masse [g]	Höhe [mm]	theoretische Dichte [g/cm ³]
Cu-2N	0,40	1	8,92

Tabelle 4: Gründichte und relative Dichte von Cu-2N

Pulvermischung	Gründichte [g/cm ³] _{MW}	relative Dichte [%]
Cu-2N	7,47±0,02	83,76

Die ermittelten Werte der Sinterdichten mit einer leichten Zunahme von 1% sind in der Tabelle 5 dargestellt.

Tabelle 5: Sinterdichte von Cu-2N aus den Dimensionen und entsprechende relative Dichte

Pulvermischung	Sinterdichte [g/cm ³] _{MW}	relative Dichte [%]
Cu-2N	7,59±0,02	84,82

Die Dichtebestimmung für die Cu-2N Proben nach Archimedes ist in der Tabelle 6 zu sehen.

Tabelle 6: Sinterdichte von Cu-2N nach Archimedes und entsprechende relative Dichte

Pulvermischung	Sinterdichte _(Archimedes) [g/cm ³] _{MW}	relative Dichte [%]
Cu-2N	7,72±0,02	85,01

5.2 Cu-Cr - Charakterisierung der ermittelten Dichten

Für die Cu-Cr-Proben wurden die in der Folge dargestellten Werte ermittelt. Die ermittelten Werte der Probengeometrie, ausführlich im Abschnitt 4.9.1 beschrieben, sowie die nach der Mischungsregel berechnete theoretische Dichte sind in der Tabelle 7 aufgelistet.

Tabelle 7: Probandaten für das Verhältnis Dichte zu Höhe der Diskproben

Pulver- zusammensetzung (masse%)	Masse [g]	Höhe [mm]	theoretische Dichte [g/cm ³]
75%Cu-25%Cr	0,8	1,10	8,48

Die ermittelten Werte der Gründichten sind in der Tabelle 8 dargestellt sowie die Gegenüberstellung zur theoretischen Dichte, d.h. relative Dichte.

Tabelle 8: Gründichte und relative Dichte von Cu-Cr

Pulvermischung	Gründichte [g/cm ³] _{MW}	relative Dichte [%]
Cu-Cr	7,05±0,02	83,14

Nach dem Sintern waren die Dichten minimal erhöht, allerdings war die erreichte Festigkeit für die weitere Handhabung von Vorteil. Die ermittelten Werte der Sinterdichten sind in der Tabelle 9 dargestellt. Nach dem Sintern konnte bei Cu-Cr nur ein leichter Anstieg der Sinterdichte von 0,8% festgestellt werden.

Tabelle 9: Sinterdichte aus Dimensionen und relative Dichte von Cu-Cr

Pulvermischung	Sinterdichte [g/cm ³] _{MW}	relative Dichte [%]
Cu-Cr	7,11±0,02	83,89

Da die Dichtebestimmung nach Archimedes die genauere Methode ist, konnte festgestellt werden, dass der Anstieg 1,9% beträgt. Die ermittelten Werte der Sinterdichten nach Archimedes sind in der Tabelle 10 dargestellt.

Tabelle 10: Sinterdichte von Cu-Cr nach Archimedes und relative Dichte

Pulvermischung	Sinterdichte _(Archimedes) [g/cm ³] _{MW}	relative Dichte [%]
Cu-Cr	7,21±0,02	85,02

Wie bereits im Abschnitt 4.9.5 beschrieben, wurde die Dichte des Rings und der Mitte der scheibenförmigen Probe bestimmt. Die Ergebnisse sind in der Tabelle 11 zu sehen. Wie vermutet befindet sich die Restporosität in der Mitte der Probe, und der Ring ist vollkommen dicht.

Tabelle 11: relative Dichte (aus Sinterdichte gemessen nach Archimedes) in der Mitte und am Rand der scheibenförmigen Probe

Pulvermischung	relative Dichte _(Archimedes) nach HPT Mitte [%]	relative Dichte _(Archimedes) nach HPT Rand [%]
Cu-Cr	95	99,99

5.3 W-Cu - Charakterisierung der ermittelten Dichten

Die erzielten Werte der Probengeometrie, beschrieben im Abschnitt 4.9.1, sowie die berechnete theoretische Dichte sind in der Tabelle 12 aufgelistet.

Tabelle 12: Probandaten für das Verhältnis Dichte zu Höhe der Diskproben

Pulver Zusammensetzung (m%)	Masse [g]	Höhe [mm]	theoretische Dichte [g/cm ³]
80%W-20%Cu	1,25	1,16	17,18

Die Daten der Gründichte und die Gegenüberstellung zur theoretischen Dichte sind in der Tabelle 13 dargestellt.

Tabelle 13: Gründichte und relative Dichte von W-Cu

Pulvermischung	Gründichte [g/cm ³] _{MW}	relative Dichte [%]
W-Cu	10,64±0,02	61,93

Wie aus Tabelle 14 ersichtlich ist, zeigten die W-Cu-Proben eine sehr geringe Abnahme der Dichte nach dem Sintern. Der Wert sank um 0,5%. Allerdings zeigte die Dichtebestimmung nach Archimedes, welche die genauere Methode ist, siehe Tabelle 15, eine geringe Verdichtung um 0,6%.

Tabelle 14: Sinterdichte von W-Cu aus den Dimensionen und relative Dichte

Pulvermischung	Sinterdichte [g/cm ³] _{MW}	relative Dichte [%]
W-Cu	10,56±0,09	61,47

Tabelle 15: Sinterdichte von W-Cu nach Archimedes und entsprechende relative Dichte

Pulvermischung	Sinterdichte _(Archimedes) [g/cm ³] _{MW}	relative Sinterdichte _(Archimedes) [%]
W-Cu	10,74±0,02	62,51

5.4 W-Ni - Charakterisierung der ermittelten Dichten

Die Werte der W-Ni-Proben für die Probengeometrie, bereits beschrieben im Abschnitt 4.9.1, sowie die theoretische Dichte sind in der Tabelle 16 zu sehen.

Tabelle 16: Probandaten für das Verhältnis Dichte zu Höhe der Diskproben

Pulver Zusammensetzung (m%)	Masse [g]	Höhe [mm]	theoretische Dichte [g/cm ³]
90%W-10%Ni	1,3	1,16	18,22

In der Tabelle 17 ist die Gründichte sowie die Gegenüberstellung zur theoretischen Dichte, die relative Dichte, gezeigt.

Tabelle 17: Gründichte und relative Dichte von W-Ni

Pulvermischung	Gründichte [g/cm ³] _{MW}	relative Dichte [%]
W-Ni	10,66±0,02	58,51

Die ermittelten Werte nach dem Sintern sind in der Tabelle 18 dargestellt. Wie vorhin bei W-Cu sank auch bei W-Ni der Wert der aus den Dimensionen bestimmten Sinterdichte im Vergleich zur Gründichte um 0,4%.

Tabelle 18: Sinterdichte und entsprechende relative Dichte von W-Ni

Pulvermischung	Sinterdichte [g/cm ³] _{MW}	relative Dichte [%]
W-Ni	10,59±0,07	58,13

Auch hier konnte mit der Dichtebestimmung nach Archimedes ein genauere Wert bestimmt werden. Dieser ist in Tabelle 19 zu sehen. Im Vergleich zur Gründichte zeigt dieser einen um 0,6% geringfügig höheren Wert.

Tabelle 19: Sinterdichte von W-Ni nach Archimedes und Gegenüberstellung zur theoretischen Dichte

Pulvermischung	Sinterdichte _(Archimedes) [g/cm ³] _{MW}	relative Sinterdichte _(Archimedes) [%]
W-Ni	10,76±0,04	59,06

5.5 Drehmomentmessung während der HPT-Verformung

Für die Cu-Cr- und W-Cu-Proben, die am Erich Schmid Institut der Österreichischen Akademie der Wissenschaften in Leoben verformt wurden, konnte während der Laufzeit der HPT-Verformung die Drehmomentkurve aufgenommen werden⁴³. Mit der Mises-Gleichung, wie im Abschnitt 3.3.3 beschrieben, wird die von-Mises Verformung ϵ berechnet. In Diagramm 2 ist die Scherdehnung gegen das Drehmoment für Cu-Cr-Proben aufgetragen. Gezeigt ist der Verlauf der Verformung von vier ausgewählten Proben mit 5 Umdrehungen (Rotationen) und bei unterschiedlichem hydrostatischem Druck von 2, 4, 6 und 8 GPa.

Die Proben, die bei höherem hydrostatischem Druck verformt wurden, zeigten ein höheres Drehmoment, diese verfestigten schneller. Daher sind die Proben bei höherem hydrostatischem Druck auch leicht dicker als bei einem geringeren. Diese Proben zeigen eine leicht höhere Porosität in der Mitte der Probe. Da der Anstieg der Kurve nach 5 Umdrehungen immer noch zu sehen ist, wurde offenbar die Sättigung nicht erreicht.

Das gemessene Drehmoment ist die Summe des Drehmoments, welches nötig ist, um die Probe zu verformen, und eines zusätzlichen Drehmoments, entstanden durch die Reibung zwischen dem Schmiedegrad des Stempels und dem ausfließenden Probenmaterial.

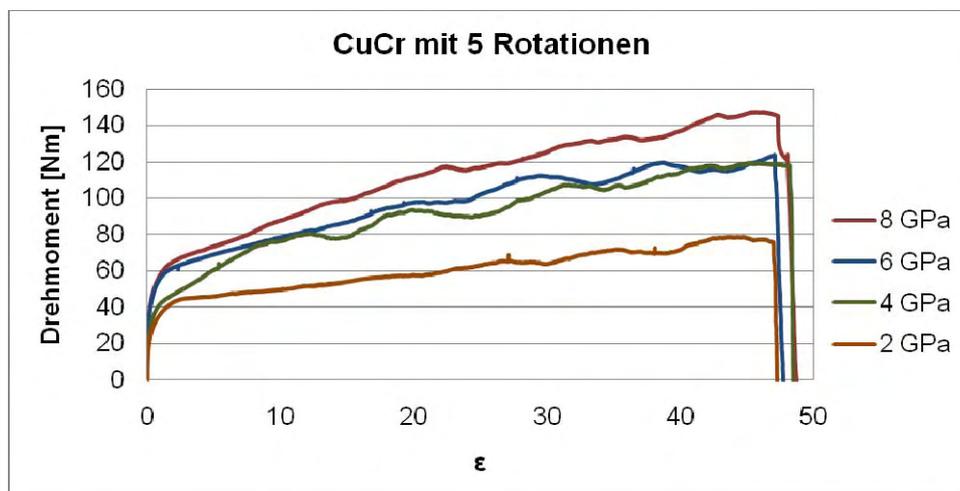


Diagramm 2: Drehmoment während der HPT-Verformung bei verschiedenen hydrostatischen Drücken und 5 Rotationen für Cu-Cr

Auch bei W-Cu, kann Ähnliches beobachtet werden (siehe Diagramm 3). Der Anstieg der Drehmomentkurve bei hydrostatischem Druck von 8 GPa ist stärker ausgeprägt, und das Probenmaterial geht nicht in Sättigung. Bei 6 GPa tritt dagegen eine Sättigung ab dem Wert der Scherdehnung ϵ von 40 ein, da ab hier das Drehmoment konstant bleibt. Siehe auch Anhang Teil B.1, Diagramm 22 bis 28 für Cu-Cr und Anhang Teil C.1, Diagramm 40 bis 42 für W-Cu. Das Drehmoment ist bei so einem harten Material wie W-Cu fast doppelt so hoch wie bei einem vergleichsweise weichen wie Cu-Cr.

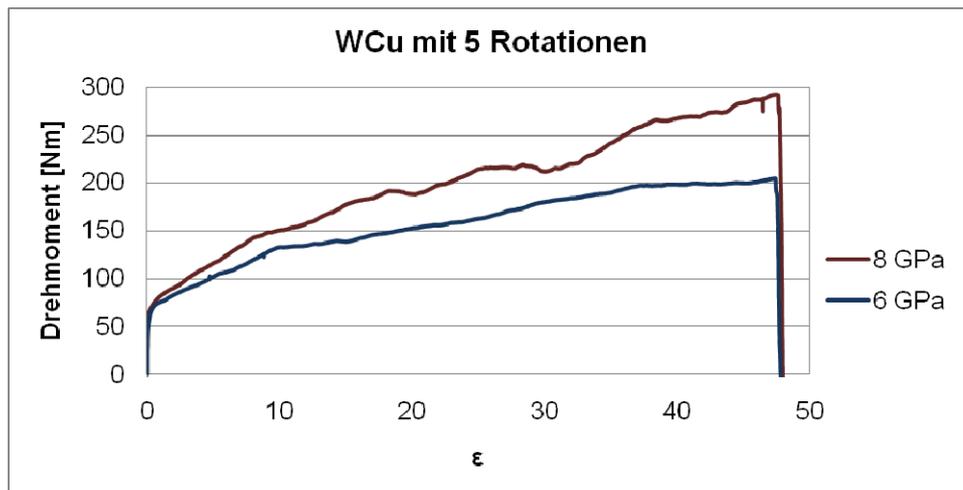


Diagramm 3: Drehmoment während der HPT-Verformung bei verschiedenen hydrostatischen Drücken und 5 Rotationen für W-Cu

6 Ergebnisse – Eigenschaften der HPT-verformten Proben

6.1 Gewählte HPT-Parameter

Die gewählten HPT-Parameter für jedes Pulver bzw. jede Pulvermischung sind in Tabelle 20, Tabelle 21 und Tabelle 22 dargestellt. Diese wurden teilweise an die gefundenen Literaturvorgaben angelehnt.

Tabelle 20: HPT-Parameter der jeweiligen Pulverzusammensetzung der diskförmigen Proben

Pulvermischung	P [GPa]	Anzahl der Umdrehungen
Cu-Cr	2, 4, 6, 8	0.25, 1, 2, 5
W-Cu	{6}, 8	{1, 5}, 0.25, 1, 2, 5
W-Ni	6, 8, {6 bei 500°C}	5, {1}
Cu-4N	4	2

Tabelle 21: HPT Parameter der Cu-2N-Diskproben in gepresster Form

Pulver	P [GPa]	Anzahl der Umdrehungen	zyklisch [°]
Cu-2N	4	2	-
Cu-2N	8	40	±180

Tabelle 22: HPT Parameter der Cu-2N-Diskproben in gesinterter Form

Pulver	P [GPa]	Anzahl der Umdrehungen	zyklisch [°]
Cu-2N _{Gesintert}	4	2	-
Cu-2N _{Gesintert}	8	40	±180

Ausserdem wurde im Zuge der Zusammenarbeit mit der Arbeitsgruppe von Prof. Koch, Raleigh, USA, mit seinem Dissertanten Hamed Bahmanpour unter anderem auch Cu-Pulverproben HPT-verformt, siehe Tabelle 23. Diese Proben wurden alle mittels HPT konsolidiert und anschliessend verformt. Dafür wurden Ringe von einem Cu-Rohr Ø10 mm auf eine Höhe von 1 mm geschnitten, auf den unteren Stempel gelegt, die Kavität dann mit Cu-Pulver befüllt und anschliessend verformt. Der durch Verformung fast ausgepresste Cu-Ring konnte leicht von der Probe getrennt werden. Dieser Vorgang wurde bereits im Abschnitt 4.8 ausführlich beschrieben.

Tabelle 23: HPT Parameter der Cu-2N-Diskproben

P [GPa]	Anzahl d. Rotationen	Rotations Geschwindigkeit [U/min]	zyklisch [°]	D [mm]
8	10	0,2	-	8
8	20	0,3	180	8
8	30	0,3	180	8
8	50	0,3	-	8
5	5	0,2	90	10
8	5	0,2	180	8
8	10	0,3	180	8

6.2 Metallographie

6.2.1 Cu-Cr

In der Folge sind die Mikrostrukturen von Cu-Cr vor und nach der HPT-Verformung dargestellt. Die Abbildung 26 zeigt den metallographischen Schliff einer nicht HPT-verformten Probe. Die hellblauen Inseln sind die Cr-Anteile in der hellorange Cu-Matrix. Die Cr-Inseln sind zufällig, aber doch insgesamt recht gleichmässig verteilt. Sie sind auch von der Grösse sehr ähnlich. Vereinzelt sind in der Cu-Matrix Gruppen von leicht ineinander verwachsenen Cr-Inseln zu sehen. Die Anwesenheit einzelner Poren erklärt die im Abschnitt 5.2 erhaltene Sinterdichte.

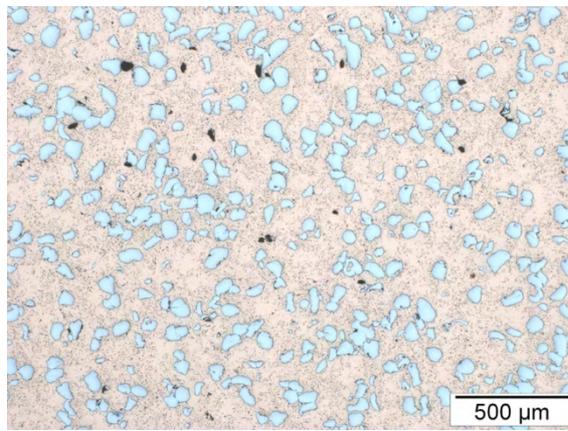


Abbildung 26: Cu-Cr vor der HPT-Verformung

Die Abbildung 27, Abbildung 28 und Abbildung 29 zeigen die Schliche von Cu-Cr-Proben nach der HPT-Verformung.

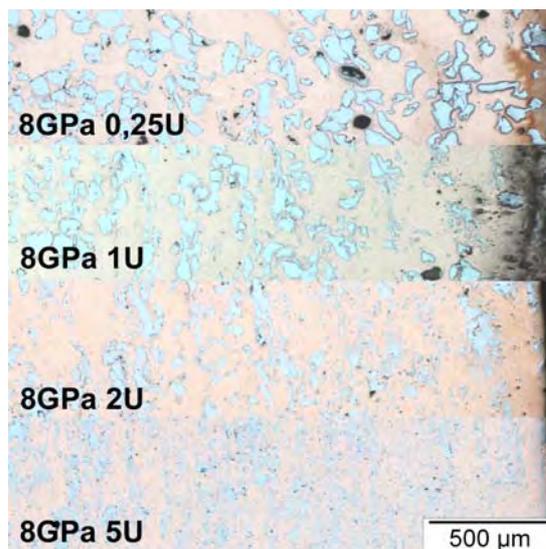


Abbildung 27: Cu-Cr HPT-verformt bei 8GPa und den angeführten Umdrehungen

Um den Einfluss der steigenden Umdrehungszahlen zu verdeutlichen, zeigt Abbildung 27 Cu-Cr-Proben, die bei 8 GPa und den angeführten Umdrehungszahlen verformt wurden. Gezeigt ist immer ein Ausschnitt einer halben Probe. Farblich sind die zufällig verteilten blauen Cr-Inseln in der hellorangenen Cu-Matrix zu erkennen. Es ist zu bemerken, dass nach der HPT-Verformung bei den Proben mit 2 und 5 Umdrehungen kaum Poren vorhanden sind. Nur in der Probe mit 0,25 Umdrehungen ist eine ganz geringe Anzahl zufällig verteilter Poren zu sehen. Mit zunehmender Anzahl der Umdrehungen steigt der Scherdehnungsverformungsgrad. Dadurch zeigten sich die Cr-Inseln wesentlich mehr feinverteilt und radial längsgezogen. Dies ist mit dem linearen Zusammenhang der Scherdehnung mit dem Radius zu erklären. Bei Verformungsgraden von 5 Umdrehungen sind diese bei höherem hydrostatischem Druck von 8 GPa kaum von den Cu-Matrix-Bereichen zu unterscheiden. In der Abbildung 28 sind die Cu-Cr-Proben mit variablem Druck und 5 Umdrehungen gezeigt. Nur bei der Probe mit dem geringsten Druck von 2 GPa ist die Verteilung der Cr-Inseln am wenigsten ausgeprägt.

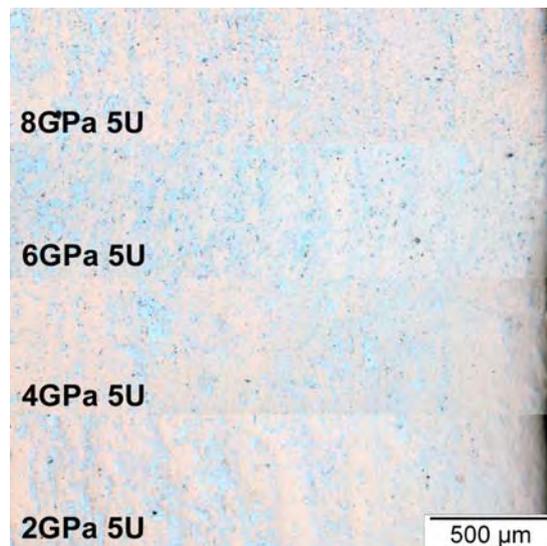


Abbildung 28: Cu-Cr HPT-verformt bei angeführtem Druck und 5 Umdrehungen

Zur Verdeutlichung ist noch in Abbildung 29 die Cu-Cr-Probe, die bei 4 GPa und den angeführten Umdrehungen verformt war, gezeigt. Der stark zunehmende Vermischungsgrad der beiden Phasen ist bei 5 Umdrehungen deutlich erkennbar. Interessant ist auch das Auftreten von Cr-armen Cu-Bereichen bei mittleren Verformungsgraden (siehe auch Anhang Teil B.2, Abb.55 bis Abb.130); offenbar werden hier Cr-Cluster zu Zeilen umgeformt, ähnlich wie bei der Verformung von schmelzmetallurgischen Werkzeugstählen wo Karbidzeilen entstehen⁴⁴.

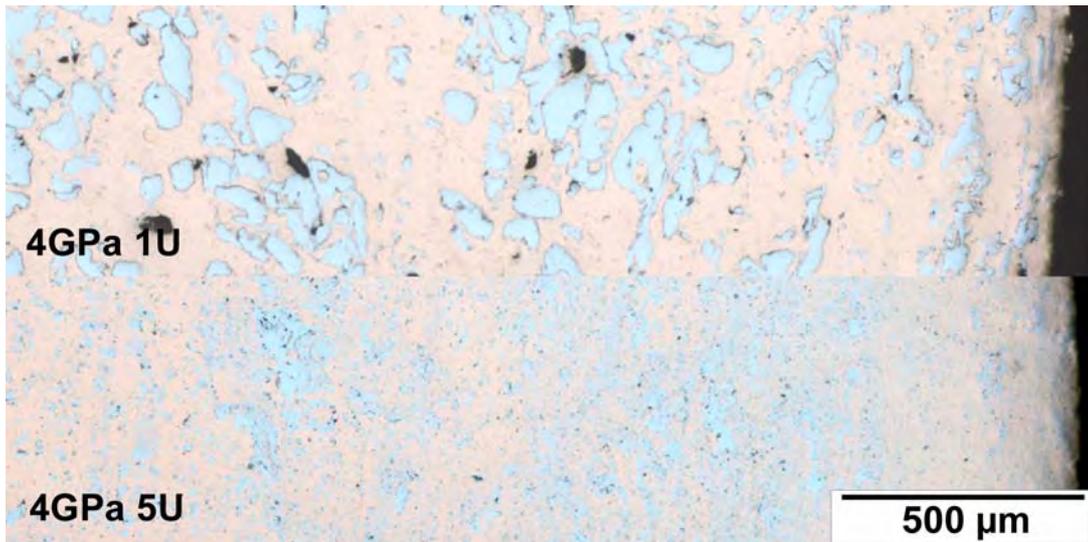


Abbildung 29: Cu-Cr HPT verformt bei 4GPa und den angeführten Umdrehungen

6.2.2 W-Cu

Die Mikrostrukturen der metallographischen Schiffe einer nicht HPT-verformten W-Cu-Probe sind in der Abbildung 30 und Abbildung 31 zu sehen. Die Phasen sind mit W in Blau und Cu in hellem Orange sichtbar. Anhand der schwarzen Anteile in den beiden Abbildungen ist zu erkennen, dass die Porosität vor der HPT-Verformung sehr gross ist. Die vorhandene Porosität steht mit der in Abschnitt 5.3 berichteten niedrigen Sinterdichte im Einklang.

Da in der Abbildung 30 die W-Inseln kaum in diesem Massstab zu sehen sind, wurden diese zu Verdeutlichung noch in der Abbildung 31 mit 1000-facher Vergrößerung gezeigt.

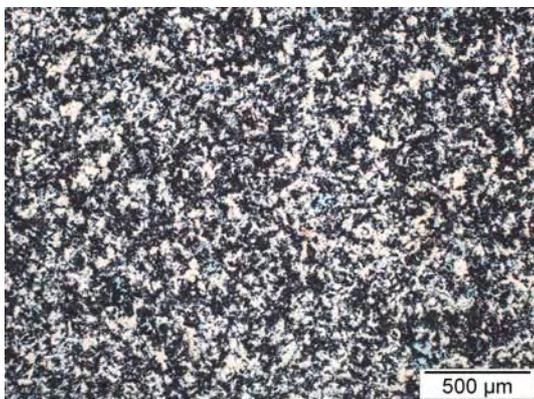


Abbildung 30: W-Cu vor der HPT-Verformung

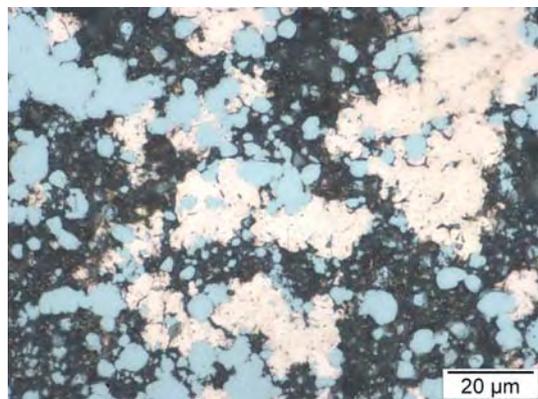


Abbildung 31: W-Cu vor der HPT-Verformung, 1000-fache Vergrößerung

Der Verlauf der Verdichtung mit steigender Umdrehungszahl während der HPT-Verformung von W-Cu ist in der Abbildung 32 deutlich zu sehen. Nach 5 Umdrehungen erscheinen die zwei Phasen am Rand der Probe fast wie eine.

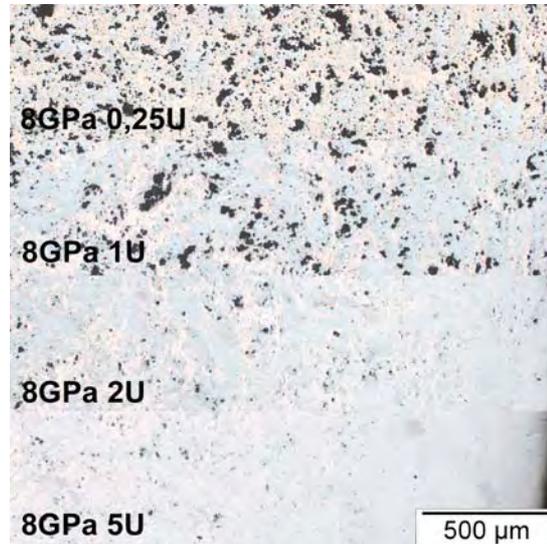


Abbildung 32: W-Cu HPT verformt bei 8GPa und angeführten Umdrehungen

Die Verformungsgrade bei einer Umdrehung, bei höherem hydrostatischen Druck von 8 GPa, sind in Abbildung 33 in der Mitte der Probe und in Abbildung 34 am Rand der Probe gezeigt. In der Mitte der Probe in Abbildung 33 kann eine radiale Verformung der W-Inseln nicht beobachtet werden, da hier nur ein Pressvorgang stattfindet, aber kaum Scherung. Die Restporosität ist vermindert, aber vorhanden im Vergleich zum Rand der Probe in Abbildung 34, wo deutlich kleinere Poren vorhanden sind und der erwartete Verformungstrend der W-Inseln deutlich zu erkennen ist. Umdrehungen wurden im Folgenden mit "U" abgekürzt.

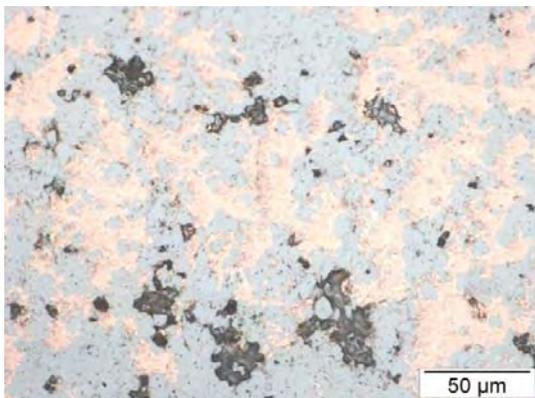


Abbildung 33: W-Cu 8GPa, 1U; Mitte

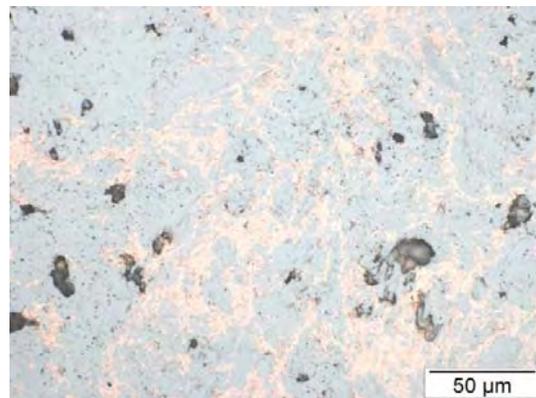


Abbildung 34: W-Cu 8GPa, 1U; Rand

In Abbildung 35 und Abbildung 36 ist eine Probe nach HPT beim gleichen hydrostatischen Druck von 8 GPa und 5 Umdrehungen gezeigt. Offensichtlich hat die höhere Anzahl an Umdrehungen auch einen höheren Vermischungsgrad der beiden Phasen bewirkt. Hier ist bereits in Abbildung 35 eine Verformung der W-Inseln in der Mitte der Probe zu beobachten, wie auch eine verminderte Porosität. In Abbildung 36 ist der Verformungstrend der W-Inseln durch die 5 Umdrehungen noch stärker ausgeprägt, und die Poren sind noch feiner. Die W-Inseln scheinen sehr fein in der Cu-Matrix verteilt zu sein. Nur vereinzelt gibt es grössere W-Inseln, die von der Scherkraft bei dieser Umdrehungszahl nicht feiner verteilt wurden. Alle metallographischen Schliffe der W-Cu Proben sind im Anhang Teil C.2, Abb. 155 bis Abb. 191 zu sehen.

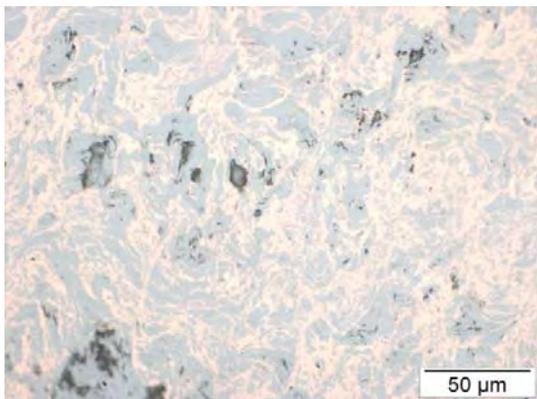


Abbildung 35: W-Cu 8GPa, 5U; Mitte

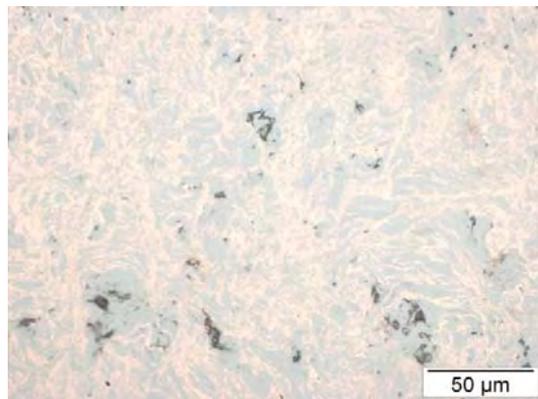


Abbildung 36: W-Cu 8GPa, 5U; Rand

6.2.3 W-Ni

Die Mikrostrukturen der metallographischen Schiffe einer nicht HPT-verformten W-Ni Probe sind in der Abbildung 37 und Abbildung 38 zu sehen. Die Phasen sind auch mit 1000-facher Vergrößerung, gezeigt in der Abbildung 38, nicht deutlich erkennbar. Deutlich zu sehen ist die W-Phase in grauer und vereinzelt die Ni-Phase in weisser Farbe (mit einem roten Pfeil angedeutet). Die schwarzen Anteile in den beiden Abbildungen lassen erkennen, dass die Porosität vor der HPT-Verformung sehr gross ist. Die vorhandene Porosität steht mit der im Abschnitt 5.4 ermittelten Sinterdichte im Einklang.

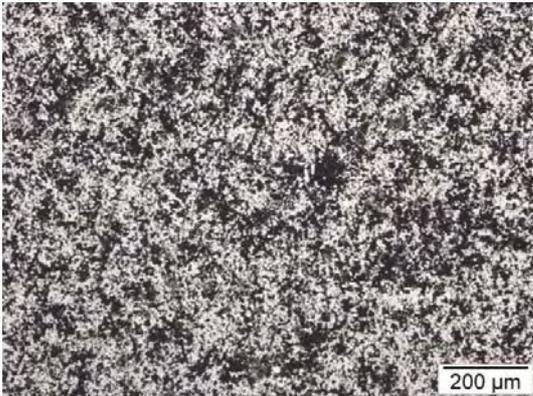


Abbildung 37: W-Ni vor der HPT-Verformung

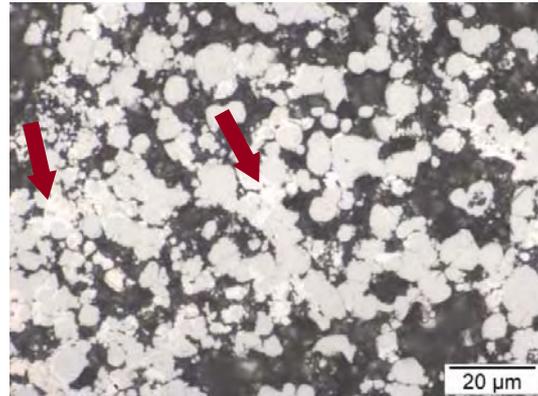


Abbildung 38: W-Ni vor der HPT-Verformung

Aufgrund der geringen Kontraste zwischen der Ni-Phase (hell) und der W-Phase (dunkel) wurde Abbildung 39 bis Abbildung 44 kontrastreicher dargestellt, ohne ihre Information zu verfälschen.

In Abbildung 39 und Abbildung 40 ist eine Probe nach HPT beim gleichen hydrostatischen Druck von 6 GPa und 5 Umdrehungen gezeigt. In der Mitte der Probe ist die Porosität nach der HPT-Verformung verringert, aber noch deutlich vorhanden. Am Rand der Probe ist der sehr hohe Durchmischungsgrad der Ni-Phase in Form langgezogener Wirbel zu erkennen. Bei diesen Verformungsgraden ist dieser Effekt am stärksten ausgeprägt.

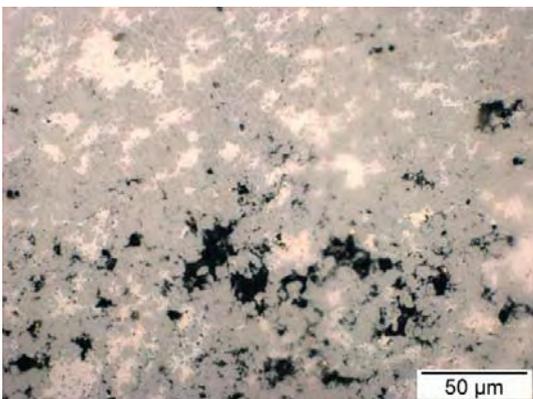


Abbildung 39: W-Ni 6 GPa, 5U; Mitte

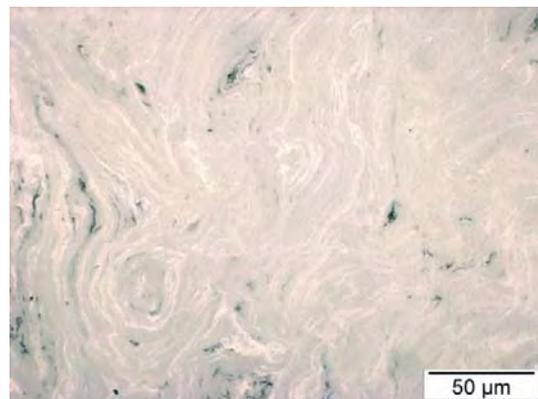


Abbildung 40: W-Ni 6 GPa, 5U; Rand

Dieser Verformungstrend ist auch in Abbildung 41 und Abbildung 42 zu sehen. Allerdings konnte hier eine höhere Verdichtung der Probe in der Mitte erreicht werden. Der Temperatureinfluss während der HPT-Verformung hat sich positiv auf die Verdichtung der Probe ausgewirkt. Allerdings zeigt Abbildung 42 eine sehr gut durchmischte, aber nicht so fein verteilte Ni-Phase wie in Abbildung 40. Mit höherer Scherung könnte bei höheren Temperaturen auch der Durchmischungsgrad gesteigert werden.

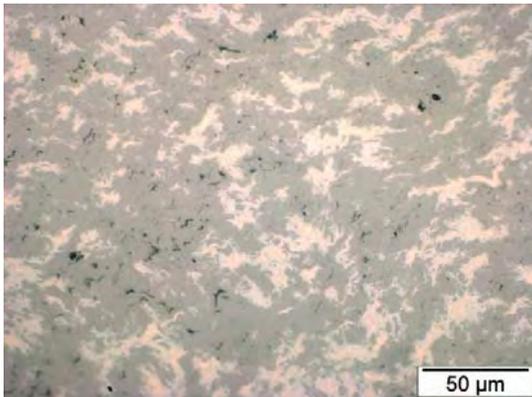


Abbildung 41: W-Ni 6 GPa, 1U, 500°C; Mitte

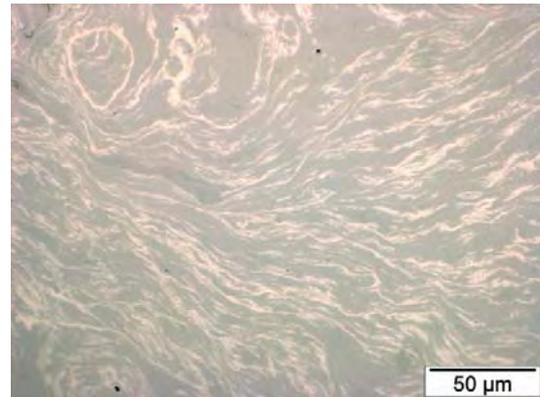


Abbildung 42: W-Ni 6 GPa, 1U, 500°C; Rand

In Abbildung 43 und Abbildung 44 ist eine Probe nach HPT beim hydrostatischen Druck von 8 GPa und 5 Umdrehungen gezeigt. Offensichtlich war hier der höhere Druck nicht notwendig, da eine höhere Vermischung bereits bei 6 GPa entstanden ist. Im Vergleich wurde hier eine bessere Verdichtung der Mitte der Probe erreicht. Alle metallographischen Schiffe der W-Ni Proben sind im Anhang Teil D.1, Abb. 192 bis Abb. 214 zu sehen.

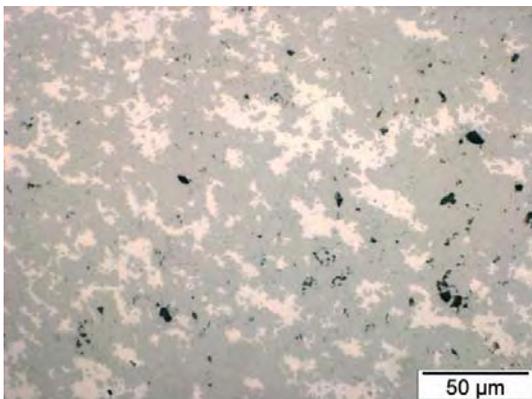


Abbildung 43: WNi 8 GPa, 5U; Mitte

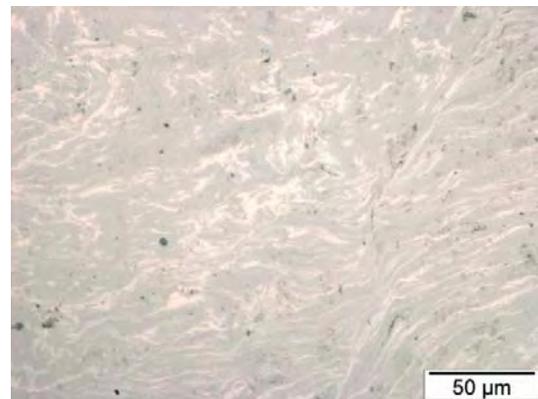


Abbildung 44: WNi 8 GPa, 5U; Rand

6.3 Mikrohärtemessungen HV0.1

6.3.1 HV für die Test-Cu-Proben

Hierfür wurden Cu-Proben mit einer Reinheit von 99,99% (nachfolgend als Cu-4N-Proben bezeichnet) verwendet, wie bereits im Abschnitt 4.7 beschrieben. Verformt wurden die Proben bei einem Druck von 4 GPa und zwei Umdrehungen³⁸. Mit denselben HPT-Parametern wurden jeweils drei Proben am ESI Leoben und auf der Uni Wien verformt, um diese vergleichen zu können. Es wurden auf jeder Probe zehn Eindrücke bei einem Radius von 2 mm gemacht. Als Ergebnis wurde der Mittelwert über diese zehn Werte gebildet und die Standardabweichung berechnet. Die ermittelten Werte sind in der Tabelle 24 aufgelistet.

Tabelle 24: Härte von Cu-4N Proben, [HV 0.1] an zwei unterschiedlichen HPT Maschinen

HPT Maschine	P [GPa]	Anzahl d. Rotationen	HV 0.1	STABW _{abs}
ESI Leoben	4	2	156,2	0,3
Uni Wien	4	2	156	0,1

Wie aus Tabelle 24 zu sehen ist, ergaben die Mikrohärte Werte HV 0.1 nach der HPT-Verformung idente Ergebnisse. Dies bestätigte, dass die neue Maschine an der Uni Wien bei nominell gleichen HPT-Parametern auch tatsächlich die gleiche Wirkung hat wie die Maschine am ESI.

6.3.2 HV für die Cu-Pulverproben

Die Mikrohärtewerte HV 0.1 der Proben, die auf dem direkten Wege mittels HPT aus Cu Pulver 99% hergestellt wurden, sind im Diagramm 4 dargestellt. Zum genauen Vergleich wurde auch die Probe mit den für Cu bekannten HPT-Parametern, 4 GPa und 2 Umdrehungen, hergestellt. Diverse Parameter wurden ausprobiert, Information laut Legende. Die doch geringe Änderung der Drehzahl von 0,2 auf 0,3 U/min zeigte keine Auswirkung, wurde aber wegen der Zeitersparnis in Anspruch genommen. Ausserdem wurde die Möglichkeit des zyklischen Verformens mit 180° und 90° ausprobiert. Beim zyklischen Verformen wird der untere Stempel im gewünschten Winkel zuerst in die eine und dann in die andere Richtung gedreht. Dieser Vorgang ist für eine beliebige Anzahl an Zyklen möglich. In der Legende sind diese ohne das Grad-Zeichen dargestellt, sie sind aber als letzter angeführter Wert leicht erkennbar. Auch hier ist zu sehen, dass mit höherer Scherung die Mikrohärtewerte steigen.

Allerdings ist der Unterschied zwischen 20, 30 und 40 Zyklen (180°) nur aus einer leichten Steigung der Mikrohärtekurve erkennbar. Die höchsten Werte wurden bei 8 GPa und 50 Umdrehungen erzielt. Die Steigung der Mikrohärte beträgt bei diesen im Vergleich zu 4 GPa und 2 Umdrehungen 32%.

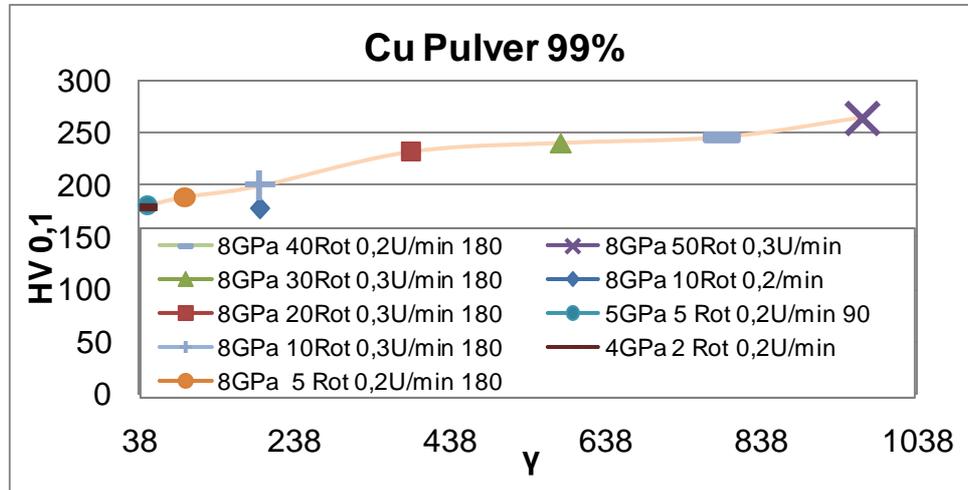


Diagramm 4: Mikrohärte HV 0,1 von direkt mit HPT konsolidierten Cu-Pulver Proben nach der HPT-Verformung bei diversen HPT-Parametern

Ein Vergleich der Mikrohärte, bei den in der Legende angeführten Verformungsgraden, mit der nach der Archimedes-Methode gemessenen Dichte der Proben ist im Diagramm 5 gezeigt. Deutlich erkennbar ist der Anstieg der Dichte mit den steigenden Verformungsgraden. Die höchste relative Dichte mit 99,7% wurde bei 8 GPa und 50 Umdrehungen erzielt, wo auch die höchsten Mikrohärtewerte erreicht wurden.

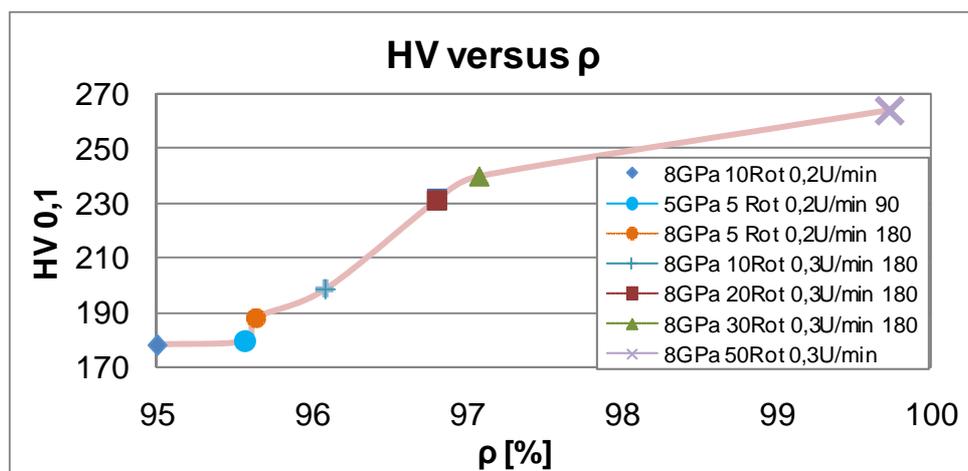


Diagramm 5: Mikrohärte HV 0,1 von direkt mit HPT konsolidierten Cu Pulver Proben gegen die Dichte nach der HPT-Verformung bei diversen HPT Parametern

Zum Zweck weiterer Untersuchungen an den Cu-Pulvern 99% wurden gepresste sowie gepresste- und gesinterte Proben HPT-verformt. Auch hier sind die Ausgangsparameter für Cu mit 4 GPa und 2 Umdrehungen, wie auch 4 GPa und 40 Umdrehungen, zyklisch mit 180°, für beide Zustände, gezeigt (Diagramm 6). Im Vergleich zum Bulk-Cu wurden um 35% höhere Mikrohärtewerte bei gepressten Cu-Proben erreicht. Bei der eher geringen Reinheit sowie während der Handhabung ist das Pulver oxidiert. Diese leichte Verunreinigung trägt zu höherer Härte bei, da durch diese mehr Defekte entstehen. Im Diagramm 6 ist auch der Verlauf der Mikrohärtkurve für den gesinterten Zustand zu sehen. Im Vergleich zum gepressten Zustand wurden geringere Mikrohärtewerte erreicht. Während des Sinterns werden die Verunreinigungen ausgebrannt und die Korngrösse vergrößert, deswegen fallen die Mikrohärtewerte geringer aus. Die Mikrohärtkurve der gepressten Cu-Probe ist stetig steigend im Vergleich zur der gesinterten Cu-Probe, deren Mikrohärtewerte Schwankungen im Verlauf der Kurve zeigen.

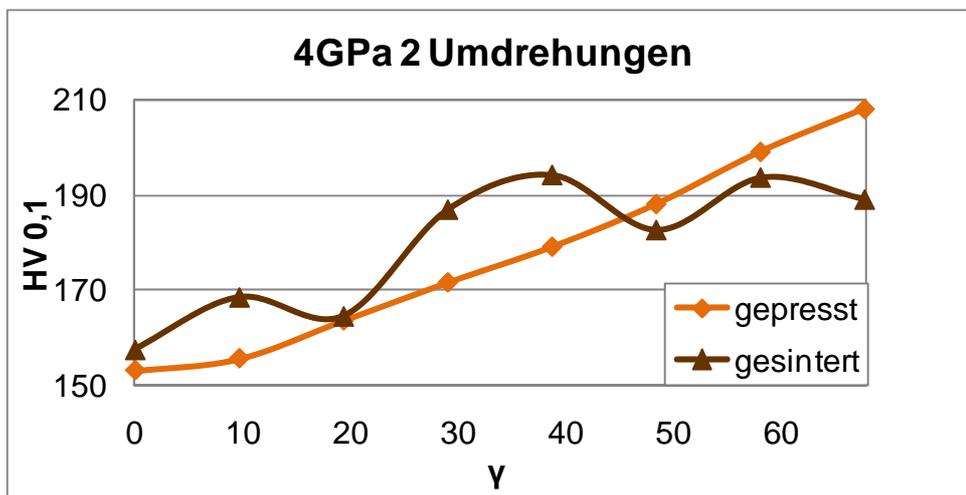


Diagramm 6: Mikrohärtigkeit HV 0.1 in einem Körper aus Cu-Pulver in gepressten sowie auch gesinterten Zustand nach der HPT-Verformung bei 4 GPa und 2 Umdrehungen

Im Diagramm 7 sind die Mikrohärtewerte der gepressten und gesinterten Cu-Proben nach der HPT-Verformung bei 4 GPa und 40 Umdrehungen gezeigt. Der Verlauf beider Mikrohärtkurven ist stetig steigend. Der grosse Unterschied im Verlauf der Mikrohärtewerte der Proben im gesinterten Zustand ist bei höheren Scherungen nicht mehr zu sehen. Durch die grosse Verformung ist die feine Korngrösse einheitlich geworden. Auch hier wurden höhere Mikrohärtewerte bei der nur gepressten Cu-Probe erreicht.

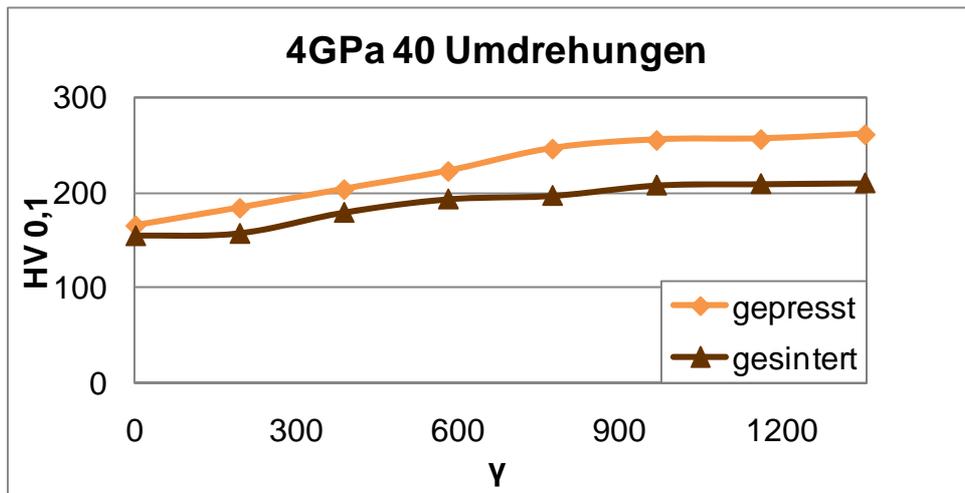


Diagramm 7: Mikrohärtigkeit HV 0.1 in einem Körper aus Cu-Pulver in vorgepressten sowie auch gesinterten Zustand nach der HPT-Verformung bei 4 GPa und 40 Umdrehungen

Alle Mikrohärtigkeit HV 0.1 Diagramme der Cu-Proben sind im Anhang Teil A.1, Diagramm 19 bis 21 zu sehen.

6.3.3 HV für Cu-Cr

Die Mikrohärtmessung wurde bei allen Cu-Cr-Proben durchgeführt. Das nicht HPT-verformte Cu-Cr zeigte eine Mikrohärtigkeit HV 0.1 in der Cu-Phase von 51 ± 1 und in der Cr-Phase von 190 ± 5 .

Alle aufgelisteten Mikrohärtewerte, siehe Tabelle 25 bis Tabelle 28, haben eine Standardabweichung, die bei allen Messungen nicht höher war als 5. Gezeigt wurden bei allen Proben nur die höchsten gemessenen Werte am jeweiligen Probenradius. Dieser ist bei niedrigeren Scherungen bei geringeren Radien und bei höheren Scherungen bei grösseren Radien zu finden. Die Härteverläufe sind in den jeweiligen Diagrammen zu sehen.

Die niedrigsten Mikrohärtewerte zeigten jene Cu-Cr-Proben die bei 6 GPa, und die höchsten jene, die bei 4 GPa verformt wurden.

Die Werte in der Cu- und der Cr-Phase wurden separat gemessen. Allgemein trifft die Aussage zu, dass die Mikrohärtigkeit innerhalb einer Phase mit steigender Umdrehungszahl bzw. Scherung steigt.

Tabelle 25: Mikrohärtigkeit [HV 0.1] von Cu-Cr nach der HPT-Verformung, bei 2 GPa und den angeführten Umdrehungen

Cu-Cr bei 2 GPa			
Anzahl der Umdrehungen []	Scherung γ []	HV 0.1 (± 5)	
		Cu Phase	Cr Phase
0,25	9	158	242
1	40	174	264
2	86	197	261
5	216	250	294

Hier kann das Zusammenspiel zwischen Druck und Umdrehungszahl bzw. Scherung bei der HPT-Verformung verdeutlicht werden. Wie man sehen kann, ist die Erhöhung des Druckes wenig ausschlaggebend, im Gegensatz zur Steigerung der Umdrehungszahl, mit der deutlich höhere Härtewerte erzielt werden konnten. Es gibt für jedes mit HPT zu verformende Material ideale HPT-Parameter. Im Falle von Cu-Cr waren diese, laut Tabelle 26, der Druck von 4 GPa und 5 Umdrehungen.

Tabelle 26: Mikrohärtigkeit [HV 0.1] von Cu-Cr nach der HPT-Verformung, bei 4 GPa und den angeführten Umdrehungen

Cu-Cr bei 4 GPa			
Anzahl der Umdrehungen []	Scherung γ []	HV 0.1 (± 5)	
		Cu Phase	Cr Phase
1	35	176	246
5	183	260	362

In der Tabelle 27 sind die Mikrohärtewerte von Cu-Cr nach der HPT-Verformung bei 6 GPa und den angeführten Umdrehungen gezeigt. Bei diesem Druck konnte nur eine Steigerung der Mikrohärtigkeit in der Cu-Phase mit steigender Anzahl der Umdrehungen erreicht werden. Hingegen zeigt die Cr-Phase keine Änderung des Wertes im Bereich von einer bis zu 5 Umdrehungen. Bei diesen Parametern könnte man sagen, dass sich die gesamte Verformung im Cu abspielt und Cr lediglich wenig zerkleinert wird.

Tabelle 27: Mikrohärtigkeit [HV 0.1] von Cu-Cr nach der HPT-Verformung, bei 6 GPa und den angeführten Umdrehungen

Cu-Cr bei 6 GPa			
Anzahl der Umdrehungen []	Scherung γ []	HV 0.1 (± 5)	
		Cu Phase	Cr Phase
0,25	8	156	256
1	35	177	265
2	71	200	265
5	186	247	265

Der tatsächliche Verlauf der Änderung der Mikrohärtigkeit entlang einer Probe vom Zentrum bis zum Rand (3,5 mm Abstand vom Zentrum) ist in Diagramm 8 und Diagramm 9 gezeigt.

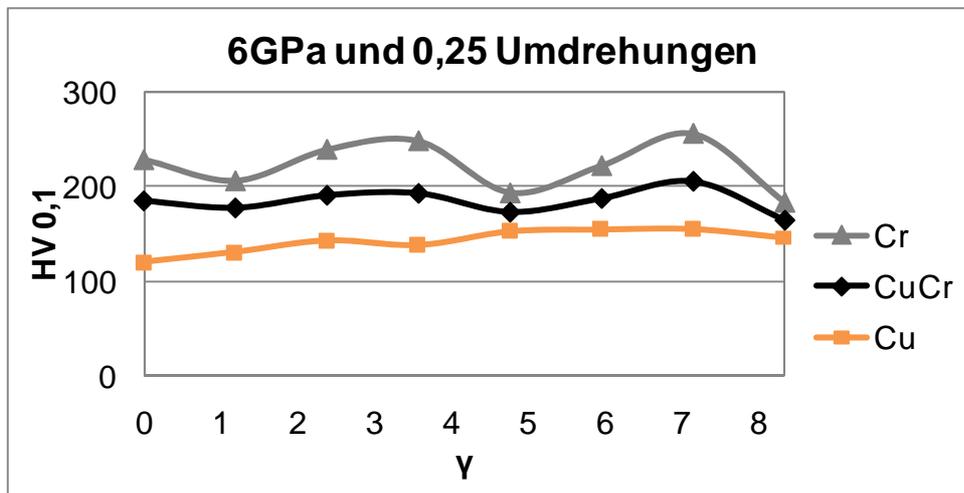


Diagramm 8: Mikrohärtigkeit HV 0.1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 6 GPa und 0,25 Umdrehung für Cu-Cr

Wenn man für die Mikrohärtetekurven den Ausdruck "Welle" hernimmt, kann die Aussage gemacht werden: mit steigender Scherung beruhigen sich die Wellen. Mit steigender Scherung steigt auch der Vermischungsgrad, und die härteren Cr-Inseln in der weicheren Cu-Matrix werden noch feiner verteilt während die Korngrößen beider Phasen kleiner werden.

Ausserdem wandern die höheren Mikrohärtewerte mit steigender Scherung zu den äusseren Radien der Probe.

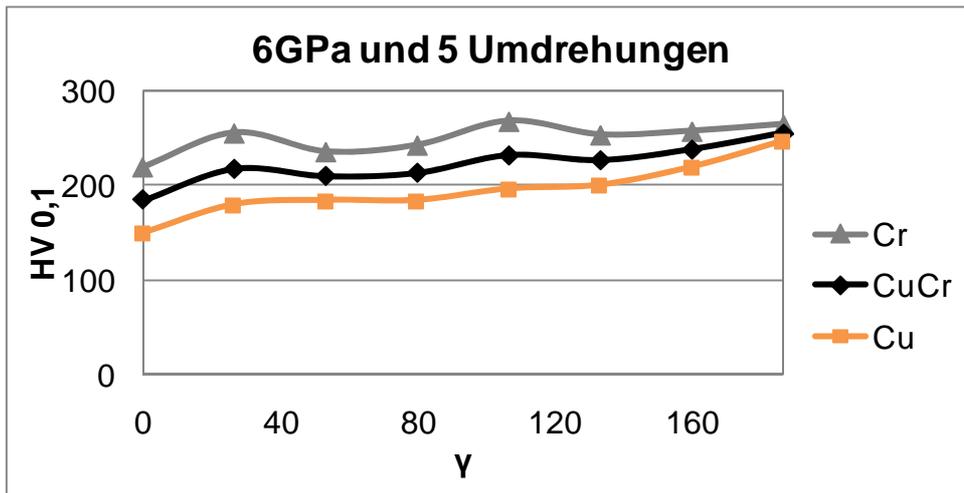


Diagramm 9: Mikrohärtigkeit HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 6 GPa und 0,25 Umdrehungen für Cu-Cr

Bei den HPT-Parametern 8 GPa und 5 Umdrehungen, Tabelle 28, ist der Vermischungsgrad der zwei Phasen so hoch, dass die Mikrohärtigkeit nur noch in einer vollständig gemischten Phase gemessen werden konnte. Daher ergibt sich der gleiche Wert für die Cu- und die Cr-Phase.

Tabelle 28: Mikrohärtigkeit [HV 0,1] von Cu-Cr nach der HPT-Verformung, bei 8 GPa und den angeführten Umdrehungen

Cu-Cr bei 8 GPa			
Anzahl der Umdrehungen []	Scherung γ []	HV 0,1 (±5)	
		Cu Phase	Cr Phase
0,25	8	156	255
1	31	187	284
2	67	211	290
5	170	290	290

Der Verlauf der Mikrohärtewerte, gezeigt in Diagramm 10 bis Diagramm 13, ist für die Serie der Cu-Cr-Proben, die bei 8 GPa und allen Umdrehungszahlen HPT-verformt wurden, gezeigt. Ausgewählt wurden diese, weil die Mikrohärtekurven einen besonderen Verlauf zeigen. In dem Diagramm 10 sind die Werte für die zwei Phasen gezeigt, mit dem berechneten Mittelwert (schwarze Kurve). Die Cr-Werte fallen höher aus, und beide Kurven haben eher einen parallelen Verlauf.

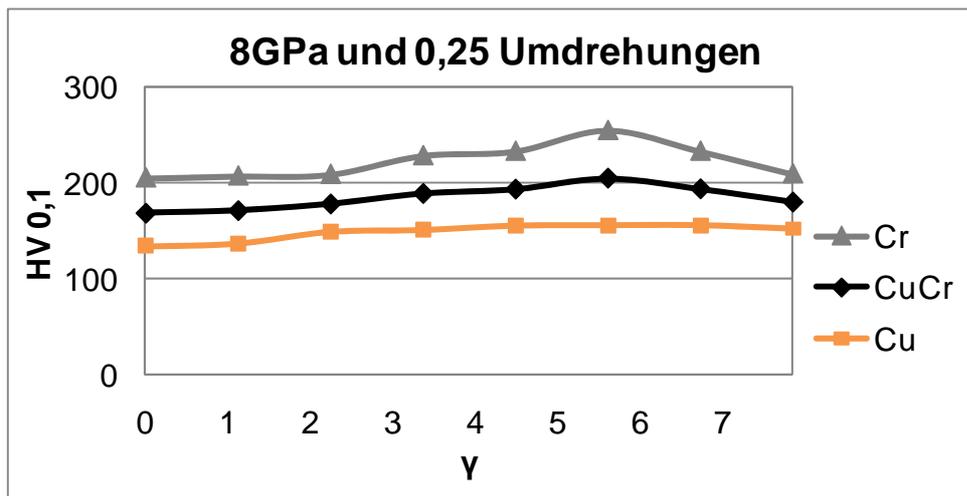


Diagramm 10: Mikrohärte HV 0.1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 8 GPa und 0,25 Umdrehungen für Cu-Cr

Nach einer ganzen Umdrehung, siehe Diagramm 11, steigen die Mikrohärtewerte der Cr-Phase eindeutig am Radius von 2 und 3 mm der Probe (mit roten Pfeilen markiert). Das Minimum zwischen den Pfeilen kann mit einer Entmischung, wo lediglich die Cu-Phase gemessen wird, erklärt werden.

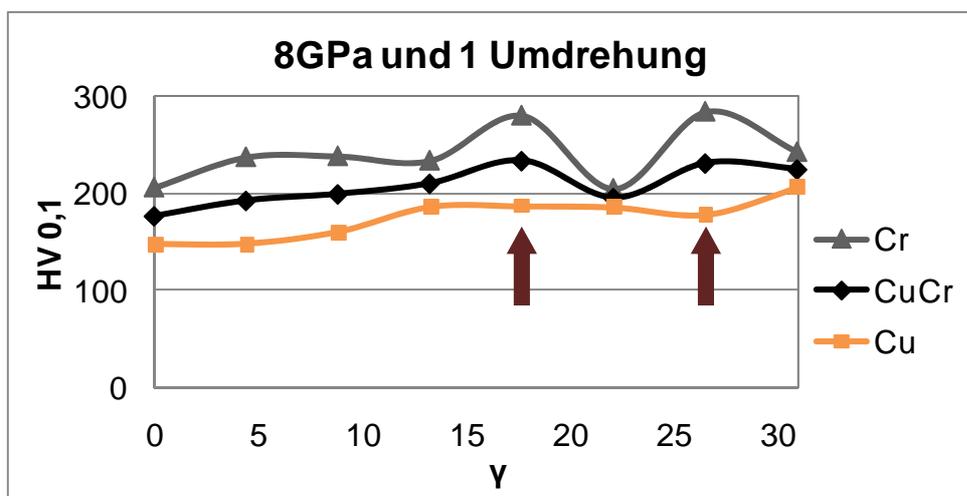


Diagramm 11: Mikrohärte HV 0.1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 8 GPa und 1 Umdrehung für Cu-Cr

Nach zwei Umdrehungen (Diagramm 12) wandern die zwei Wölbungen um einen halben Millimeter nach aussen.

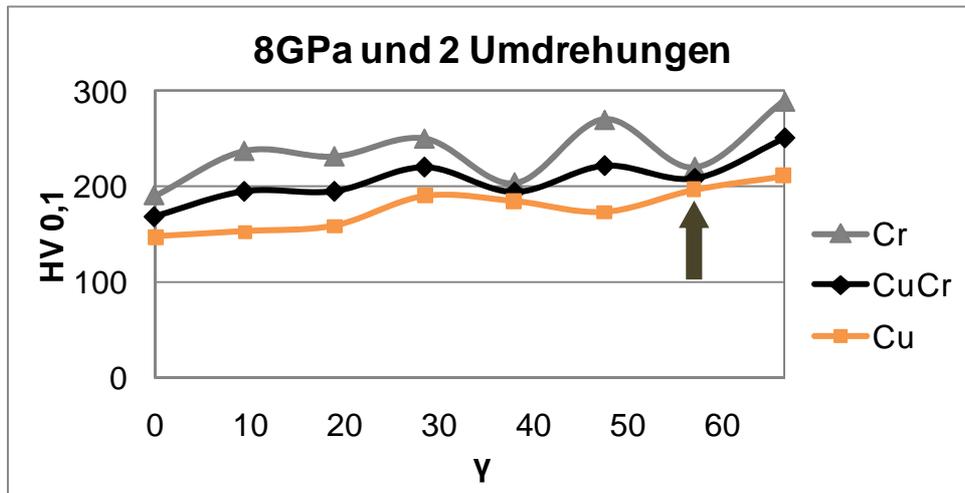


Diagramm 12: Mikrohärte HV 0.1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 8 GPa und 2 Umdrehungen für Cu-Cr

Bei 5 Umdrehungen, gezeigt in Diagramm 13, ist der Knoten (markiert mit grünem Pfeil aus Diagramm 12) zum Rand der Probe gewandert (markiert mit braunem Pfeil). Für den Druck von 8 GPa zeigen sich hier die höchsten Mikrohärtewerte. Es scheint, dass mit steigender Scherung eine vollkommene Mischung abwechselnd mit einer Entmischung zustande kommt. Dieses lässt sich das durch die in Abbildung 27, gezeigten Schlibfbilder bestätigen.

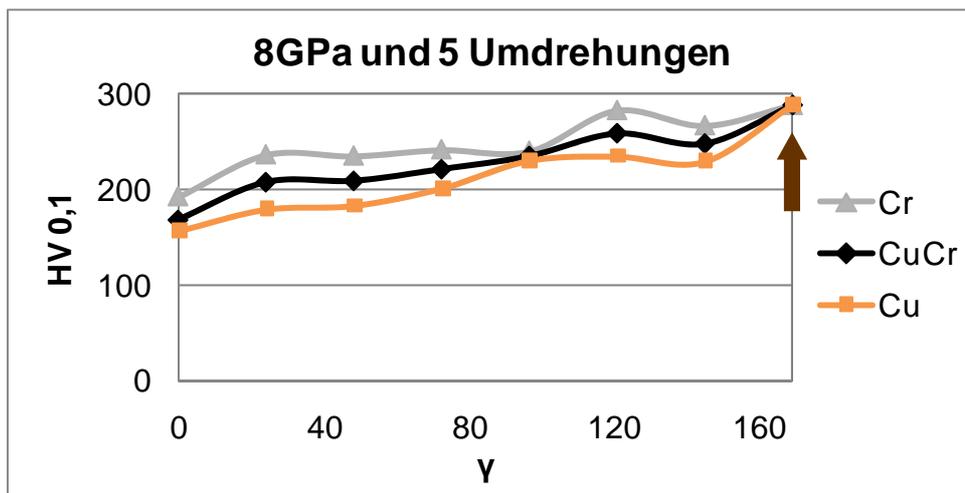


Diagramm 13: Mikrohärte HV 0.1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 8 GPa und 5 Umdrehungen für Cu-Cr

Der Unterschied des Scherwertes von $\gamma \sim 170$ beim höchsten Druck zu $\gamma \sim 216$ beim niedrigsten Druck rührt daher, dass bei dem hohen Druck die Proben schneller verfestigen und weniger Materialaustritt zustande kommt. Hingegen werden bei niedrigem Druck mit mehr Materialaustritt des eher weichen Cu-Cr auch die Proben dünner, und somit entsteht ein höheres γ (siehe Formel 5). Alle Mikrohärte HV 0.1 Diagramme der Cu-Cr-Proben sind im Anhang Teil B.3, Diagramm 28 bis 39 zu sehen.

6.3.4 HV für W-Cu

Das nicht HPT-verformte W-Cu zeigte eine Mikrohärte HV 0.1 in der W-Phase 211 ± 6 und in der Cu-Phase 71 ± 4 .

In der Tabelle 29 und dem Diagramm 14 sind die Mikrohärtewerte nach der HPT-Verformung für 6 GPa bei 1 und 5 Umdrehungen gezeigt. Die Achsen im Diagramm sind an die Farben der jeweiligen Kurve angepasst. Die Erhöhung der Mikrohärte mit steigender Scherung von 1 zu 5 Umdrehungen beträgt 67%. Der Durchmischungsgrad der beiden Phasen war so hoch, dass nur eine mittlere Härte gemessen werden konnte.

Tabelle 29: Mikrohärte [HV 0.1] von W-Cu nach der HPT-Verformung, bei 6 GPa und den angeführten Umdrehungen

W-Cu bei 6 GPa			
Anzahl der Umdrehungen []	Scherung γ []	HV 0.1 (± 5)	
		Cu Phase	W Phase
1	34	338	338
5	169	512	512

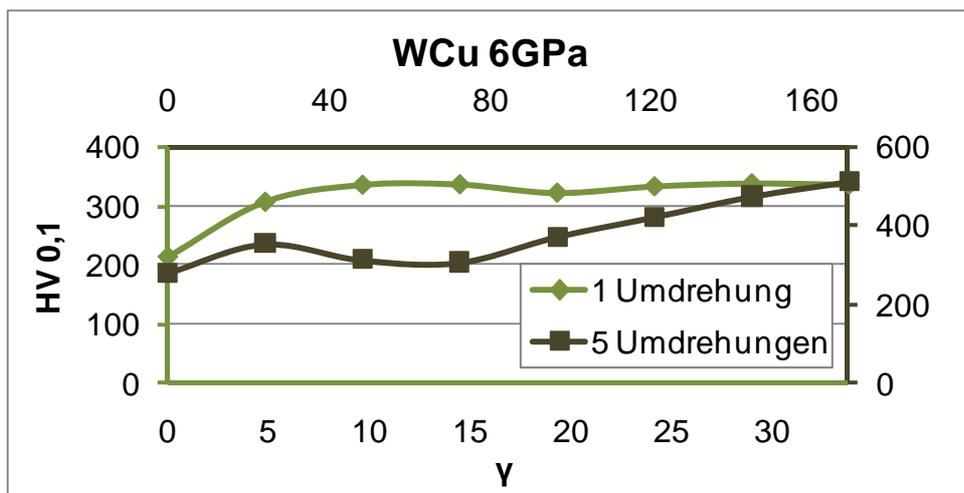


Diagramm 14: Mikrohärte HV 0.1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 6 GPa sowie 1 und 5 Umdrehungen für W-Cu

Die höchsten Werte wurden beim W-Cu nach der HPT-Verformung bei 8 GPa und 5 Umdrehungen erreicht. Allerdings konnten auch hier die Werte durch den hohen Vermischungsgrad nur als eine Phase gemessen werden. Alle Mikrohärtewerte sind in der Tabelle 30 aufgelistet.

Tabelle 30: Mikrohärte [HV 0.1] von W-Cu nach der HPT-Verformung, bei 8 GPa und den angeführten Umdrehungen

W-Cu bei 8 GPa			
Anzahl der Umdrehungen []	Scherung γ []	HV 0.1 (± 5)	
		Cu Phase	W Phase
0,25	8	228	294
1	33	290	363
2	67	471	471
5	187	534	534

Bei 8 GPa und 0,25 sowie bei 1 Umdrehung konnten noch beide Phasen getrennt gemessen werden, danach nicht mehr. Wie im Diagramm 15 gezeigt sind bei 1 Umdrehung noch beide Phasen gemessen worden. Der höchste Mikrohärtewert, mit einem orangen Pfeil markiert, befindet sich bei einem Radius der Probe von 2 mm. Dieser wandert mit steigender Scherung, bei Verformungsgraden von 5 Umdrehungen, auf einen Zentrumsabstand von 3,5 mm, d.h. den Rand der Probe, dargestellt im Diagramm 16 und mit einem gelben Pfeil markiert.

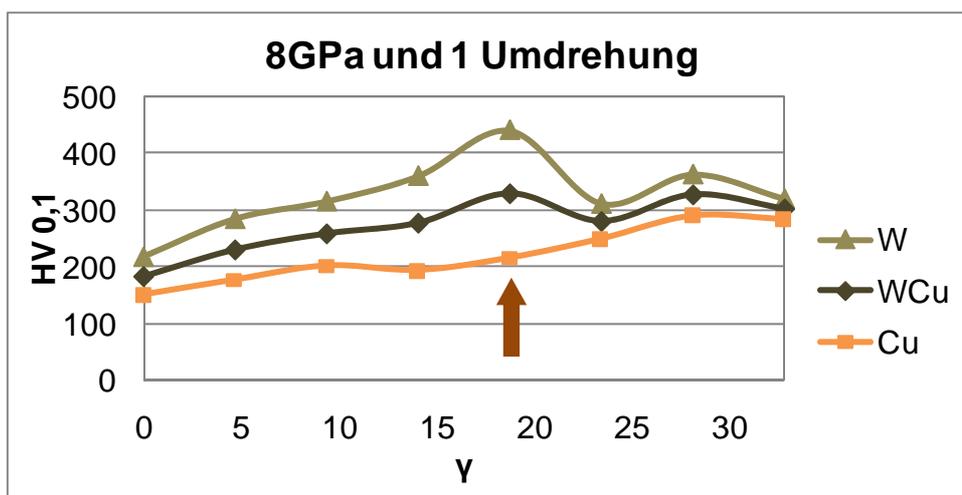


Diagramm 15: Mikrohärte HV 0.1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 8 GPa und 1 Umdrehung für W-Cu

Alle Mikrohärte HV 0.1 Diagramme der W-Cu-Proben sind im Anhang Teil C.3, Diagramm 44 bis 49 zu sehen.

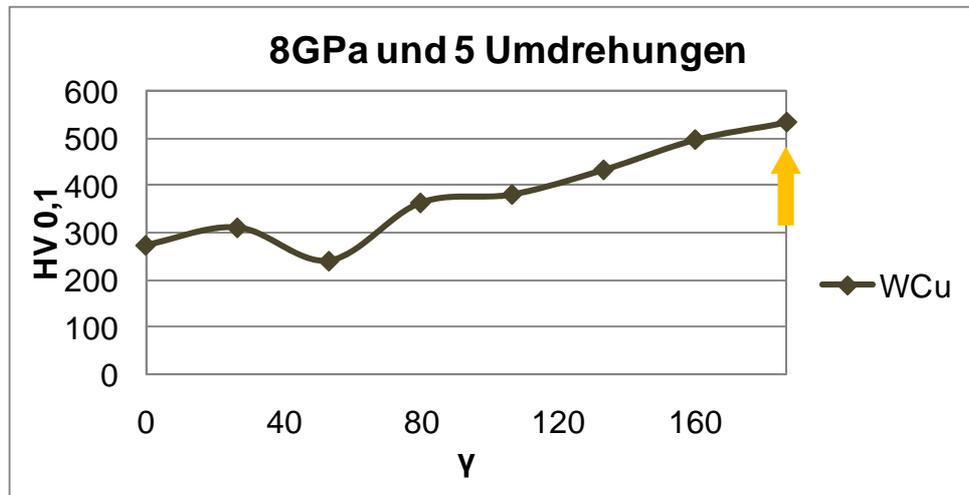


Diagramm 16: Mikrohärte HV 0.1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 8 GPa und 5 Umdrehungen für W-Cu

6.3.5 HV für W-Ni

Das nicht HPT-verformte W-Ni zeigte eine Mikrohärtigkeit HV 0.01 von 380 ± 4 . Wegen der hohen Porosität der Probe wurde die HV 0.01 gewählt.

Die W-Ni-Proben wurden bei 6 und 8 GPa HPT-verformt, mit jeweils 5 Umdrehungen. Die Mikrohärtewerte sind in der Tabelle 31 und Tabelle 32 aufgelistet.

Bei dem Druck von 6 GPa wurden die höchsten Werte erzielt.

Ausserdem wurde am ESI in Leoben, auch bei 500°C verformt, siehe Tabelle 31.

Tabelle 31: Mikrohärtigkeit [HV 0.1] von W-Ni nach der HPT-Verformung, bei 6 GPa, 1 und 5 Umdrehungen sowie bei zwei Verformungstemperaturen

W-Ni bei 6 GPa		
Anzahl der Umdrehungen []	Scherung γ []	HV 0.1
5	147	1598
W-Ni bei 6 GPa und 500°C		
1	29	1018

Tabelle 32: Mikrohärtigkeit [HV 0.1] von W-Ni nach der HPT-Verformung, bei 8GPa und 5 Umdrehungen

W-Ni bei 8 GPa		
Anzahl der Umdrehungen []	Scherung γ []	HV 0.1
5	152	1287

Im Diagramm 17 findet sich die Gegenüberstellung der Härten für W-Ni-Proben, die bei hydrostatischem Druck von 6 und 8 GPa bei 5 Umdrehungen sowie derjenigen, die bei 6 GPa, 1 Umdrehung und 500°C HPT-verformt wurden. Die Achsen im Diagramm sind an die Farben der jeweiligen Kurven angepasst. Die sehr hohen gemessenen Mikrohärtewerte deuten auf enorme Verfestigungseffekte hin.

Die Erhöhung der Mikrohärtigkeit bei dem geringeren Druck von 6 GPa beträgt 20%. Der Durchmischungsgrad der beiden Phasen, bei beiden HPT-Parametern war so hoch, dass nur eine gemessen werden konnte.

Bei allen Proben wurden die Daten entlang des Durchmessers der Probe aufgenommen. Wegen der Probengeometrie und des Trends, dass die Werte links und recht vom Zentrum auf denselben Stellen gemacht wurden, sind

alle Werte als Funktion des Radius wiedergegeben, d.h. vom Zentrum der Probe bis 3,5 mm zum Rand hin.

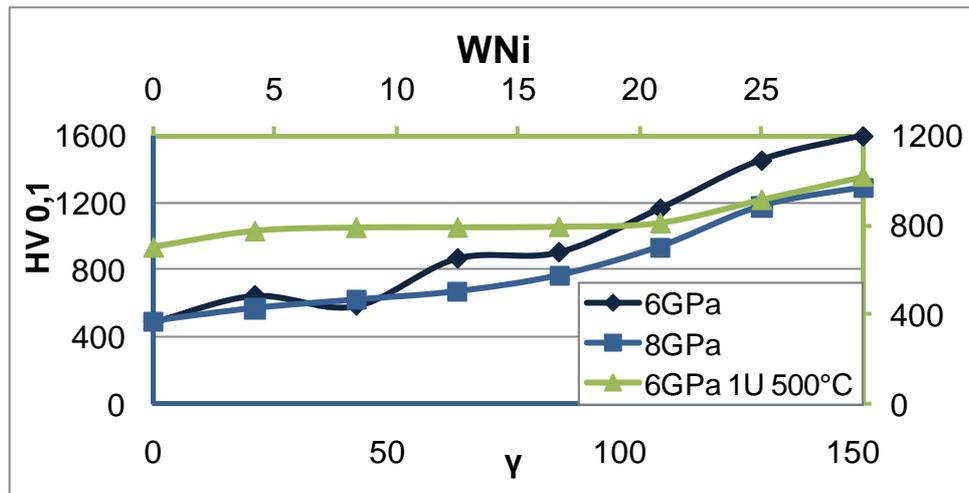


Diagramm 17: Mikrohärte HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei hydrostatischem Druck von 6 und 8 GPa bei 5 Umdrehungen sowie bei 6 GPa, 1 Umdrehung bei 500°C für W-Ni

Die W-Ni-Proben liessen sich nicht bei geringerem Druck oder geringeren Umdrehungszahlen HPT-verformen. Die Proben klebten in beiden Kavitäten der Stempel und waren in zwei Teile geteilt. Viele Versuche sind aufgrund der sehr hohen Verfestigung nicht gelungen, bis auf die oben beschriebenen.

Alle Mikrohärte HV 0.1 Diagramme der W-Ni-Proben sind im Anhang Teil D.2, Diagramm 50 und 51 zu sehen.

6.4 Korngrösse

6.4.1 Messung mittels REM-BSE

Die REM-BSE Aufnahmen von Cu-Cr-Proben wurden gezielt in der Mitte der Probe sowie am Probenradius von 2 mm erstellt. Auf Grund der Tatsache, dass die Cr-Inseln von der Cu-Matrix deutlich zu unterscheiden waren, wurden beide Phasen in den erwähnten Regionen der jeweiligen Cu-Cr Probe aufgenommen.

Darüber hinaus kann aus den REM-BSE Aufnahmen bei zunehmender Scherung die Entstehung länglicher Körner als Folge der intrinsischen Natur der HPT-Verformung⁴⁵, beobachtet werden.

Korngrössen im Bereich von 50-500 nm konnten beobachtet werden. Bei den grösseren Körnern war ein wechselnder Kontrast, welcher auf entstandene Subkörner deutet, sichtbar.

In der Abbildung 45 ist die Cu-Phase einer Cu-Cr Probe bei 2 GPa, einer Umdrehung und in der Mitte der Probe gezeigt. Die Korngrössen in der Mitte der Probe haben sich mit steigendem Verformungsgrad nicht unterschieden, da die Proben in diesem Bereich nur eine Druckbelastung erfahren.

Zum Vergleich zeigt die Abbildung 46 eine mit denselben HPT-Parametern verformte Cu-Cr Probe, allerdings vom Rand der Probe. Der Trend zur kleineren Korngrössen ist zu bemerken.

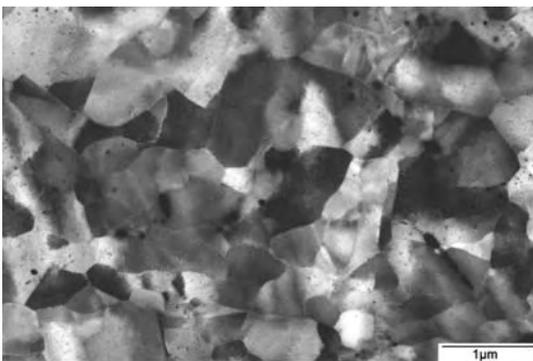


Abbildung 45: Cu-Cr, Cu-Phase 2 GPa, 1U; Mitte

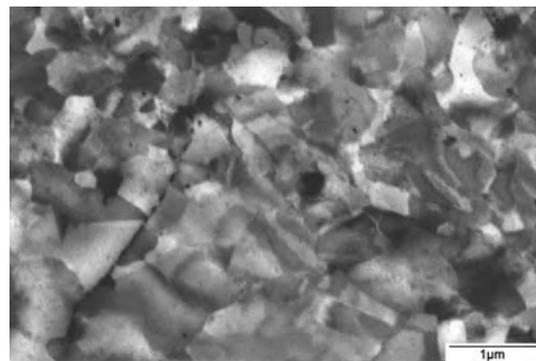


Abbildung 46: Cu-Cr, Cu-Phase 2 GPa, 1U; Rand

In der Abbildung 47 ist die Cu-Phase von Cu-Cr nach HPT bei den Parametern, bei welchen die höchsten Mikrohärtewerte gemessen wurden, zu sehen. Die Kornverfeinerung bei 5 Umdrehungen ist deutlich zu erkennen. Wie man sehen kann, sind die kleineren Korngrößen bei höheren Scherungen zu lokalisieren, siehe Abbildung 48. Zur Veranschaulichung wurde noch der mittels Quadrat markierte Ausschnitt in der Abbildung 47 graphisch in Abbildung 49 dargestellt. Dafür wurde der Ausschnitt mit $1\ \mu\text{m} \times 1\ \mu\text{m}$ gewählt.

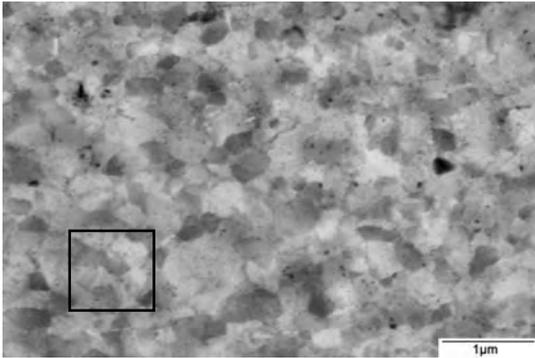


Abbildung 47: Cu-Cr, Cu-Phase 4 GPa, 5U; Rand

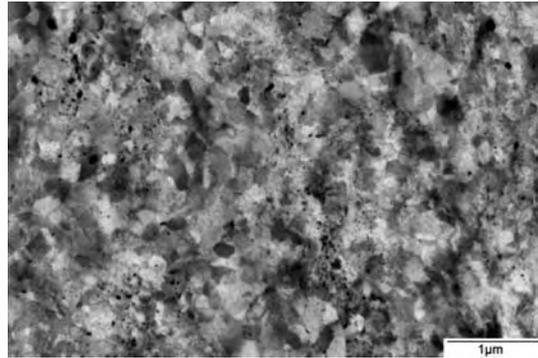


Abbildung 48: Cu-Cr, Cu-Phase 8 GPa, 5U; Rand

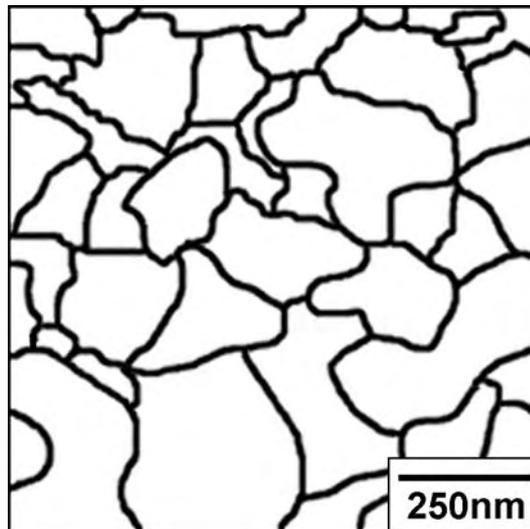


Abbildung 49: graphisch Cr-Körner

Die Cr-Phase ist nach HPT mit den angeführten Parametern in der Abbildung 50 bis Abbildung 53 zu sehen. Auch hier sind die Körner bei gleichen Verformungsgraden in der Mitte grösser als am Rand. In allen Abbildungen ist der Graustufenkontrast innerhalb der einzelnen Körner zu sehen. Zum Rand hin sind die Körner ausserdem langgezogen.

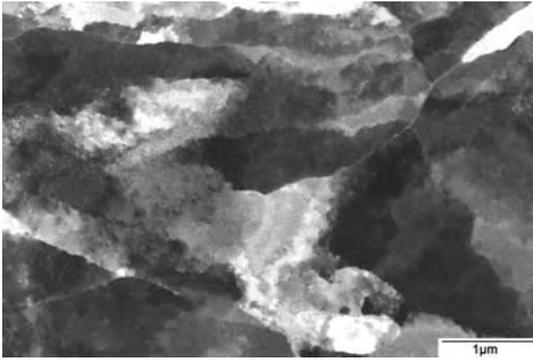


Abbildung 50: Cu-Cr, Cr-Phase 2
2 GPa, 1U; Mitte

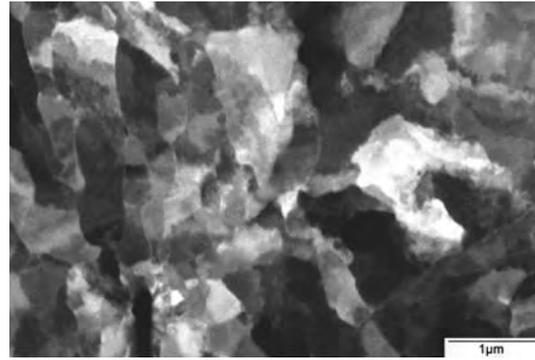


Abbildung 51: Cu-Cr, Cr-Phase 2
2 GPa, 1U; Rand

Abbildung 52 zeigt die Probe am Rand, in diesem Bereich der Probe wurden auch die höchsten Mikrohärtewerte gemessen wurden. Die Kornverfeinerung ist auch hier, wie bei der Cu-Phase, bei 5 Umdrehungen deutlich zu erkennen. Wie man sehen kann, scheinen die Korngrößen in der Abbildung 53 kleiner zu sein, allerdings wurden bei 4 GPa und 5 Umdrehungen höhere Mikrohärtewerte gemessen.

Auch hier wurde zur Veranschaulichung ein quadratischer Ausschnitt der Abbildung 52 graphisch in Abbildung 54 dargestellt. Dafür wurde auch hier der Ausschnitt mit $1 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$ gewählt. Bei beiden graphischen Darstellungen wurde der Massstab bei der Vergrößerung eingehalten.

Die Korngrößenverteilung bei Cu in Abbildung 47 ist eher schmal. Daher ist die Aussage, dass die Cr-Körner in Abbildung 52 kleiner sind, nicht wirklich aus der Abbildung ersichtlich. Das kommt daher, dass Cr eine breite Korngrößenverteilung aufweist, dabei aber im Mittel ein feineres Korn als Cu hat.

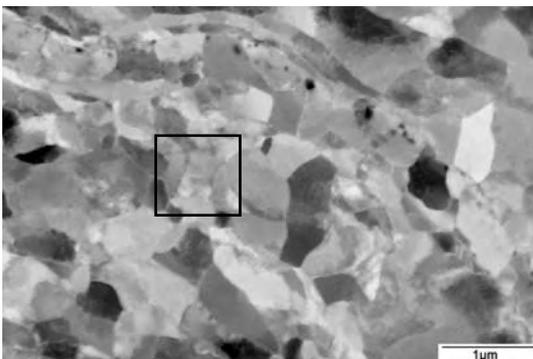


Abbildung 52: Cu-Cr, Cr-Phase 4
4 GPa, 5U; Rand

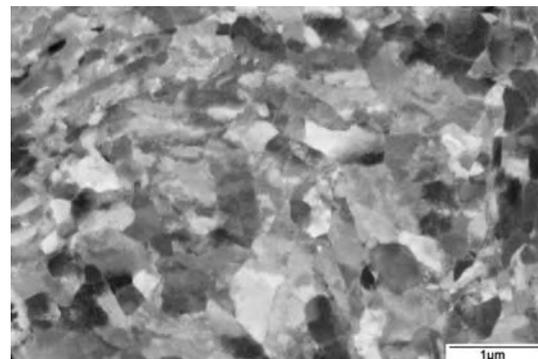


Abbildung 53: Cu-Cr, Cr-Phase 8
8 GPa, 5U; Rand

In den grossen Cr-Körnern der graphischen Darstellung in Abbildung 54 sind auch Subkörner zu sehen. Die Subkörner sind durch kontrastreiche Graustufen der grösseren Cr-Körner in Abbildung 52 erkennbar.

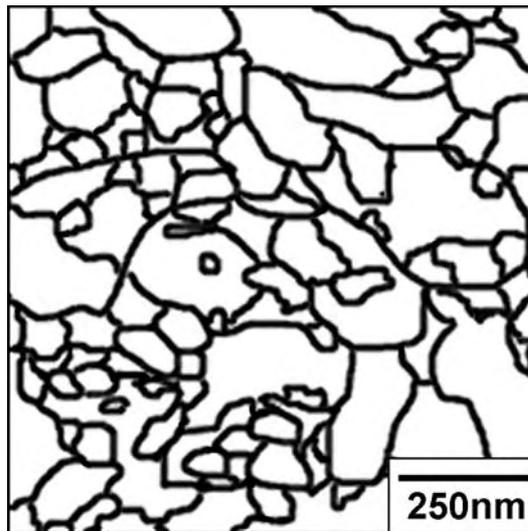


Abbildung 54: graphisch Cr-Körner

Zusammenfassend ist für beiden Phasen typisch, dass die Korngrösse mit zunehmender Entfernung sowie mit zunehmender Scherung vom Zentrum zum Rand der Probe stetig kleiner wird.

Alle REM-BSE Aufnahmen der Cu-Cr-Proben sind im Anhang Teil B.4, Abb. 131 bis Abb. 154 zu sehen.

6.4.2 Messung mittels XPA

Die Korngrößenverteilungen wurden mittels Röntgenprofilanalyse - XPA⁴¹ bestimmt. XPA bestimmt die Grösse des kleinsten kohärent streuenden Bereichs, Coherent Scattering Domain (CSD) genannt. Die entsprechende Grösse wird CSD-size genannt. Die Größenverteilungsfunktion wird als log-normal-funktion angenommen mit den Parametern median „m“ und Varianz „ σ “. Aus den Parametern der Verteilungsfunktion können mittlere Korngrößen berechnet werden⁴⁶ hier werden in der Literatur in der Regel der flächengemittelte (L_0) sowie der volumengemittelte (d) Durchschnitt verwendet.

Die erhaltenen Ergebnisse sind in Tabelle 33 aufgelistet. Wie aus dem geringen Medianwert m gesehen werden kann, gibt es eine grosse Zahl an kleinen Körnern, aber auch etliche grosse - die CSD-Verteilungen sind breit, was man an den ziemlich hohen Werten (um 1.0) der Varianz σ sehen kann. Diese Fakten sieht man auch in den Kurven in Diagramm 18, die den ersten beiden Zeilen der Tabelle 33 entsprechen. Der Anteil an grossen Körnern ist dort insbesondere daran zu erkennen, dass die Werte der gemittelten Korngrößen nicht im Plotbereich liegen. Die grossen Korngrößen haben jede für sich einen geringen Anteil, dafür sind über einen grossen Bereich alle Korngrößen vertreten. In Summe tragen daher auch die grossen CSDs merkbar zum Mittelwert bei.

Die Ergebnisse aus der XPA stimmen mit den REM-Ergebnissen gut überein. Die Werte für die durchschnittliche Korngrösse zeigen, dass die Cr-Phase eine kleinere Korngrösse als die Cu-Phase aufweist, sowie dass in den beiden Phasen die Korngrösse mit zunehmender Entfernung vom Zentrum der Probe kleiner wird.

Tabelle 33: Die Parametergrößen von Cu-Cr-Proben in beiden Phasen jeweils in der Mitte und am 2 mm-Radius der Probe

Phase	d [nm]	L_0 [nm]	m [nm]	σ []
Cr (Mitte)	52,8	21,9	4,9	0,9
Cu (Mitte)	57,0	32,1	15,3	0,7
Cr (2mm Radius)	39,7	7,1	2,8	0,9
Cu (2mm Radius)	45,5	16,8	0,2	1,3

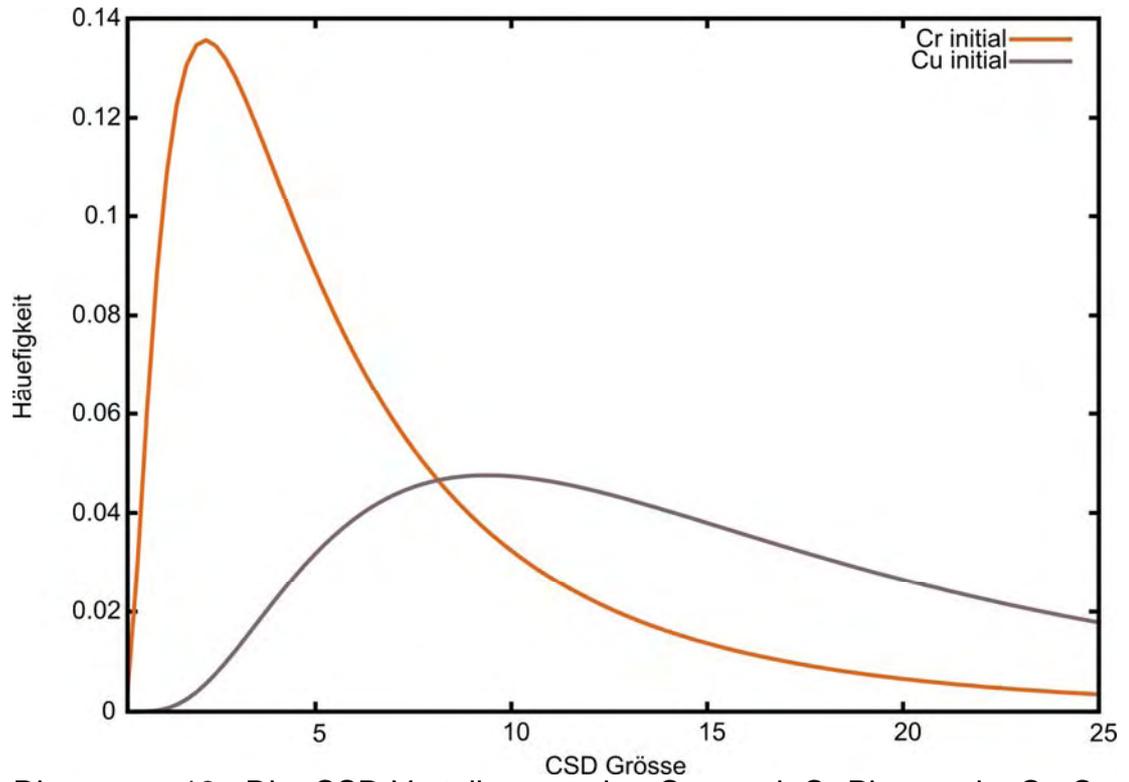


Diagramm 18: Die CSD-Verteilungen der Cu- und Cr-Phasen in Cu-Cr-Proben, beide in der Mitte der Probe gemessen

7 Diskussion, Zusammenfassung, Ausblick

7.1 Aufstellung, Inbetriebnahme und Test einer HPT Maschine

In der gegenständlichen Arbeit wurden zunächst die Anforderungen an eine HPT Maschine zusammengestellt und einige notwendige Konstruktionsmerkmale festgelegt, welche auch periphere Einrichtungen betraf. Nach Lieferung und Aufstellung der Maschine wurde diese zunächst mit kompakten Cu-Proben (Reinheit von 99,99%) getestet. Dies geschah anhand von Vergleichsversuchen mit gleichen HPT-Parametern an einer kalibrierten HPT Maschine am ESI Leoben. Anhand der innerhalb der Fehlergrenzen sich ergebenden Probendimensionen und Mikrohärtewerte nach HPT Verformung kann davon ausgegangen werden, dass die neu gebaute Wiener HPT Maschine den Anforderungen an Verformungs- und Druckkapazität sowie Genauigkeit und Präzision der HPT Probenherstellung gerecht wird.

7.2 Cu-Pulverproben

Die direkte Kompaktierung und die Verformung mittels HPT der Proben aus Cu-Pulver (Reinheit 99%) in einem Schritt kann als gelungen bezeichnet werden. Zur Aufnahme des Pulvers erwies sich die Methode, die Cu-Ringe außerhalb der Kavität der Stempel zu platzieren, als die beste, insbesondere weil nach HPT Verformung der gesamte Ring von der kompakten Probe getrennt werden kann. Mittels der HPT-Konsolidierung bei Raumtemperatur, einem hydrostatischen Druck von 8 GPa und einer Scherverformung von 50 Umdrehungen konnten Dichtewerte von annähernd 100% erreicht werden. Dabei wurde auch der höchste Mikrohärtewert von 264 HV 0.1 erzielt. Cu mit geringerer Reinheit (99%) zeigte eine mit zunehmender Verformung stabilisierende Korngröße und somit zu einer Homogenisierung der Mikrohärtewerte über den Probenquerschnitt.

Bei den Cu-Pulvern 99% wurden gepresste sowie gepresste- und gesinterte Proben HPT-verformt. Im Vergleich zum gepressten Zustand wurden bei dem gepressten und gesinterten Zustand geringere Mikrohärtewerte erreicht. Die leichten Verunreinigungen, der Proben in nur gepressten Zustand, tragen zu höherer Härte bei, da durch diese mehr Defekte entstehen.

In weiterer Folge wären an diesen Proben Spannungs-Dehnungs-Tests durchzuführen, um auch Informationen über die Duktilität zu bekommen, welche bei der SPD Verformung beträchtliche Werte annehmen kann, was aber bisher für pulverkonsolidierte Proben nicht untersucht wurde.

7.3 Nicht mischbare Systeme

Im Vergleich zu herkömmlichen PM-Methoden⁴⁷ und der explosiven Verdichtung nach Kugelmahlen⁴⁸ konnten bei Cu-Cr durch HPT um 30% höhere Mikrohärtewerte erzielt werden, obwohl die in dieser Arbeit untersuchte Cu-25%Cr-Legierung einen um 50% niedrigeren Anteil an dem wesentlich härterem Cr hatte.

Die mit HPT Konsolidierung erreichten Dichten⁴⁹ sind denen der oben genannten Literaturarbeiten^{47,48} ähnlich. So kann der Schluss gezogen werden, dass der grösste Teil der Festigkeitserhöhung von der HPT induzierten, zusätzlichen Kornverfeinerung herrührt.

Die Dichte der Cu-Cr-Proben hat sich bei höheren und höchsten Scherungen nicht verändert, weswegen die Erhöhung der Härte als unabhängig von der sich noch verändernden Restporosität angesehen werden kann. Dies konnte jedenfalls anhand der Proben, die bei 2 GPa HPT-verformt wurden, gezeigt werden, indem bei diesen beinahe die theoretische Dichte (98%) am äusserem Ringteil der Probe erreicht wurde.

Bei 8 GPa und 1 Umdrehung konnte eine Heterogenität in der Cr-Verteilung über den Probenquerschnitt beobachtet werden. Diese Zusammensetzungsänderung ist offenbar durch den Verformungsprozess verursacht, da der Scherverformungsgrad bei unseren Experimenten relativ gering war. Bei viel höheren Scherungen wie z.B 25 Umdrehungen (wenn auch mit Cu-43%Cr⁴⁹) wurde eine derartige Inhomogenität nicht beobachtet. Dass durch SPD zunächst homogen verteilte zweite Phasen heterogen verteilt werden können, ist überraschend; hier sind weitere Untersuchungen notwendig.

Bei Cu-Cr-Proben wurden die Werte für die durchschnittliche Korngrösse für beide Phase (Cu- und Cr-) ermittelt. Die Cr-Phase zeigte eine kleinere Korngrösse mit 40 nm als die Cu-Phase mit 46 nm.

Das System W-20%Cu, vorkonsolidiert mittels PM-Technologie und danach HPT-verformt, zeigte ähnliche Mikrostrukturen und mechanische Eigenschaften wie das aus der Literatur bekannte HPT-verformte W-25%Cu⁵⁰. Hierbei konnte bei einer Scherung von $\gamma = 170$ eine Erhöhung der Mikrohärtigkeit um 100% erreicht werden. Allerdings tritt bei diesem System auch bei höchsten Scherungen keine Sättigung ein. Hier gibt es offensichtlich noch Potential für weitere Erhöhung der Mikrohärtigkeit bzw. zusätzliche Kornverfeinerung, wenn man die Scherung noch weiter erhöht.

Bei W-10%Ni wurden die höchsten Werte der Mikrohärtigkeit bei 6 GPa und 5 Umdrehungen, mit 1598 HV 0.1, gemessen. Dies korreliert gut mit den Mikrostrukturen der metallographischen Schliffe. In W-Ni konnte durch die HPT-Verformung eine enorme Verfestigung erreicht werden. Zwar wiesen die bei Raumtemperatur HPT verformten Proben Risse auf, doch konnten diese durch HPT Verformung bei 500°C beseitigt werden, wobei die Mikrohärtigkeit um nur knapp 20% abnahm.

Die Umformung mittels HPT zeigte für alle hier untersuchten Legierungssysteme, dass mit zunehmender Scherung die Mikrohärtigkeit kontinuierlich erhöht wird, was mit einer anhaltenden Kornverfeinerung einhergeht. Dabei konnten eindeutige Korrelationen der aus der Röntgenprofilanalyse gewonnenen Daten der Korngrösse mit den Werten der Mikrohärtigkeit festgestellt werden.

Es ist wichtig zu erwähnen, dass durch die HPT Konsolidierungsmethode in allen oben beschriebenen Legierungssystemen Strukturverfeinerungen in die Grössenordnung von unter 1 μm erzielt werden konnten.

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass die Kombination herkömmlicher PM-Techniken mit SPD Methoden - insbesondere HPT- einen vielversprechenden Weg zur Herstellung von kompakten nanokristallinen Proben darstellen. Darüber hinaus kann durch den Einsatz von HPT der Grad des mechanischen Legierens von nichtmischbaren Systemen erhöht werden.

8 Literatur- und Quellenverzeichnis

- ¹ H. Paschen, C. Coenen, T. Fleischer, R. Grünwald, D. Oertel, C. Revermann: „Nanotechnologie: Forschung, Entwicklung, Anwendung“, 2004, Springer ,1. Auflage S.1
- ² R. Feynman. „There's Plenty of Room at the Bottom“, Reprinted with permission from Journal of Microelectromechanical Systems Vol. 1 (1992), S. 60-66
- ³ K. Jopp: „Nanotechnologie- Aufbruch ins Reich der Zwerge“, 2006, Gabler 2. Auflage, S.21-23
- ⁴ G. Mauschitz: „Technologie der Nanopartikel“, Vorlesungs-Skriptum 2008, TU Wien
- ⁵ K. Autumn, M. Sitti, Y. A. Liang, A. M. Peattie, W. R. Hansen, S. Sponberg, T. W. Kenny, R. Fearing, J. J. Israelachvilli, R.J. Full: “Evidence for van der Waals adhesion in gecko setae” Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America, 99 (2002), S. 12252-12256
- ⁶ K. Autumn and A. M. Peattie: “Mechanism of adhesion in geckos” Integr. Comp. Biol. 42 (2002), S. 1081-1090
- ⁷ M. J. Zehetbauer, R. Z. Valiev: “Nanomaterials by Severe Plastic Deformation: proceedings of the Conference "Nanomaterials by Severe Plastic Deformation, NANOSPD2," December 9-13, 2002, Vienna, Austria, 2004, John Wiley and Sons, S.5
- ⁸ S. Erbel: “Mechanical properties and structure of extremely strain hardened copper”, Metals Technol. (1979), S.482
- ⁹ A. P. Zhilyaev, G. V. Nurislamova, B. K. Kim, M. D. Baró, J. A. Szpunar and T. G. Langdon: ”Experimental parameters influencing grain refinement and microstructural evolution during high-pressure torsion”, Acta Mater 51 (2003), S. 753.
- ¹⁰ A. P. Zhilyaev, T. R. McNelley, T.G. Langdon: ”Evolution of microstructure and microtexture in fcc metals during high-pressure torsion” J. Mater. Sci. 42 (2007), S. 1517
- ¹¹ M. Bönisch, M.J. Zehetbauer, M. Krystian, D. Setman and G. Krexner: “Stabilization of Lattice Defects in HPT-deformed Palladium Hydride“, Mater.Sci.Forum 667-669 (2011), S. 427-432
- ¹² I. Sabirov, R. Pippan: “Formation of a W–25%Cu nanocomposite during high pressure torsion” Scripta Mater. 52 (2005), S. 1293–1298

- ¹³ A. Bachmaier, M. Hafok, R. Schuster, R. Pippan: "Limitations in the refinement by severe plastic deformation: the effect of processing", *16 A. Rev. Adv. Mater. Sci.* 25 (2010), S. 16-22
- ¹⁴ A. P. Zhilyaev, A. A. Gimazov, G. I. Raab, T. G. Langdon: "Using high-pressure torsion for the cold-consolidation of copper chips produced by machining" *Mat. Sci. Eng. A* 486 (2008), S. 123–126
- ¹⁵ J. Sort, A. Zhilyaev, M. Zielinska, J. Nogués, S. Surinách, J. Thibault, M. D. Baró "Microstructural effects and large microhardness in cobalt processed by high pressure torsion consolidation of ball milled powders" *Acta Mater.* 51 (2003), S. 6385–6393
- ¹⁶ A. P. Zhilyaev, M. T. Pérez-Prado: "First experimental observation of shear induced hcp to bcc transformation in pure Zr", *Phys. Rev. Lett.* 102 (17), (2009), S. 175504-1-4
- ¹⁷ K. V. Rajulapati, R. O. Scattergood, K. L. Murty, G. Duscher, C. C. Koch, "Effect of Pb on the mechanical properties of nanocrystalline Al", *Scripta Mater.* 55 (2006), S. 155
- ¹⁸ K.V. Rajulapati, R.O. Scattergood, K.L. Murty, Z. Horita, T.G. Langdon, C.C. Koch: "Mechanical properties of bulk nanocrystalline aluminum-tungsten alloys", *Metall. Mater. Trans. A* 39 (2008), S. 2528
- ¹⁹ A. P. Zhilyaev, A. A. Gimazov, E. P. Soshnikova, À. Révész, T. G. Langdon: "Microstructural characteristics of nickel processed to ultrahigh strains by high-pressure torsion", *Mater. Sci. Eng. A* 489 (2008), S. 207–212
- ²⁰ H. Fugimori, T. Masumoto, Y. Obi, M. Kikuchi: "On the Magnetization Process in an Iron-Phosphorus-Carbon Amorphous Ferromagnet", *Jpn J Appl Phys* 13 (1974), S.1889
- ²¹ J. Sort, D. C. Ile, A. P. Zhilyaev, A. Concustell, T. Czeppe, M. Stoica, S. Surinach, J. Eckert, M. D. Baró: "Cold-consolidation of ball-milled Fe-based amorphous ribbons by high pressure torsion", *Scripta Mater.* 50 (2004), S. 1221–1225
- ²² I. Sabirov, R. Pippan: "Characterization of tungsten fragmentation in a W-25%Cu composite after high-pressure torsion" *Scripta Mater.* 58 (2007), S. 848–853
- ²³ D. L. Turcotte: "Fractals and fragmentation", *J. Geophys. Res.* 91 (1986), S. 1921–1926
- ²⁴ Z. Lee, F. Zhou, R. Z. Valiev, E. J. Lavernia, S. R. Nutt: "Microstructure and microhardness of cryomilled bulk nanocrystalline Al–7.5%Mg alloy consolidated by high pressure torsion" *Scripta Mater.* 51 (2004), S. 209–214

-
- ²⁵ Fa. Lenze, Vertriebsbüro Österreich 8141-Unterpremstätten; Seering 8; Tel.: +43 7224 210 0; Fax: +43 7224 210 999; E-Mail: info@lenze.at; Web: www.lenze.at
- ²⁶ Fa. HBM-Vertrieb Österreich; Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH Lemböckgasse 63/2; A-1230 Wien; Tel.: +43 (0) 1865 8441; Fax: +43 (0) 1865 8441- 420; Link für die Informationen aus der industriellen Messtechnik: http://www.hbm.cz/Publikace/HotLine/HotLine_2005_02_d.pdf
- ²⁷ Gezeichnet von: Christian Hessling, Konstruktion, Fa. Walter Klement
- ²⁸ Quelle: www.coromant.sandvik.com, Katalogseite 44
- ²⁹ Verkäufer: Dipl.Ing. Alfons Braun; Herrenmoor 9; D- 49744 Geeste
- ³⁰ Werkstatt Universität Wien Mitarbeiter: Gerald und Andreas
- ³¹ IEW Induktive Erwärmungsanlagen GmbH; Novomaticstrasse 16; A- 2352 Gumpoldskirchen AUSTRIA; Kontaktperson: DI. Martin Schweikhart Geschäftsführer, general Manager
- ³² Quelle: www.b-kainka.de/bastel95.htm
- ³³ Quelle:www.bohler.de/german/517.php, Katalog S390, S.7
- ³⁴ J. Horky, Diplomarbeit: "Ermüdungsverhalten von hochdruck-tordiertem Kupfer", S. 6, Universität Wien, Fakultät für Physik, 2008
- ³⁵ A. Vorhauer, R. Pippan: "On the homogeneity of deformation by high pressure torsion", Scripta Mater 51 (2004) 921–925.
- ³⁶ C. P. Przybyla: "Methodology for Determining the Variance of the Taylor Factor: Application in Fe-3%Si", J. Eng. Mat. and Techn., Transactions of the ASME 129 (2007), S. 82-93
- ³⁷ Universität Wien am Institut für Physikalische Chemie; i Dr. Andrij Grytsiv; E-Mail: andrij.grytsiv@univie.ac.at
- ³⁸ A. Dubravina, M. J. Zehetbauer, E. Schafner, I. V. Alexandrov: "Correlation between domain size obtained by X-ray Bragg profile analysis and macroscopic flow stress in severely plastically deformed copper" Mater. Sci. Eng. A 387–389 (2004), S. 817–821
- ³⁹ Quelle: www.sartorius.com
- ⁴⁰ M. v. Ardenne, G. Musiol, und U. Klemradt „Effekte der Physik und ihre Anwendungen“ Verlag Harri Deutsch 3. Auflage 2005

- ⁴¹ M. B. Kerber, E. Schafler, M. J. Zehetbauer: "Processing and evaluation of X-ray line profiles measured from nanostructured materials produced by severe plastic deformation", *Rev. Adv. Mater. Sci.* 10 (2005), S. 427
- ⁴² Quelle: www.renyi.hu/cmwp/
- ⁴³ F. Wetscher, A. Vorhauer, R. Pippan „Strain hardening during high pressure torsion deformation" *Mater. Sci. Eng. A* 410-411 (2005), S. 213–214
- ⁴⁴ G. Roberts, G. Krauss, R. Kennedy: "Tool Steels", ASM, Materials Park OH, (1998), S. 219-250
- ⁴⁵ Y. H. Zhao, X. Z. Liao, Y. T. Zhu, Z. Horita, T. G. Langdon "Influence of stacking fault energy on nanostructure formation under high pressure torsion" *Mater. Sci. Eng. A* 410–411 (2000), S. 190
- ⁴⁶ G. Ribarik, T. Ungar and J. Gubicza: "MWP-fit: a program for multiple whole-profile fitting of diffraction peak profiles by ab initio theoretical functions", *J. Appl. Cryst.* 34 (2001), S. 669-676
- ⁴⁷ I. Lahiri, S. Bhargava: "Compaction and sintering response of mechanically alloyed Cu-Cr powder", *J. Powder Technol*, 189 (2008), S. 433-438
- ⁴⁸ Z. Zhao, X. Li, G. Tao, C. Du: "Cu-Cr bulk alloy produced by mechanical alloying and explosive compaction", *J. Trans. Nonferrous Metal. Soc. China*, 19 (2009), S. 626-629
- ⁴⁹ X. Sauvage, P. Jessner, F. Vurpillot, R. Pippan:" Nanostructure and properties of a Cu-Cr composite processed by severe plastic deformation", *Scripta Mater* 58 (2008), S. 1125-1128
- ⁵⁰ I. Sabirov, T. Schoeberl, R. Pippan: "Fabrication of a W-25%Cu Nanocomposite by High Pressure Torsion", *Mater. Sci. Forum* 565 (2006), S. 503–504

ANHANG A Cu 99%

TEIL A.1 Mikrohärte Kurven

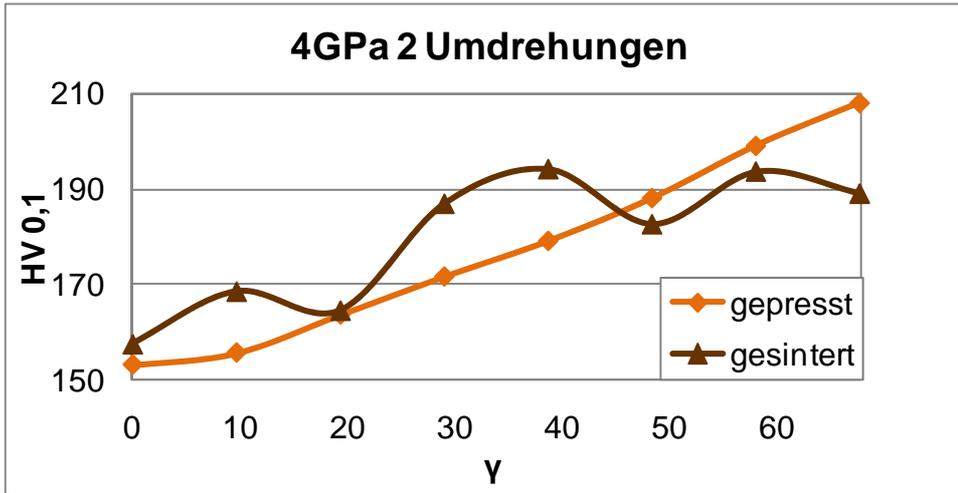


Diagramm 19: Mikrohärte HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 4 GPa und 2 Umdrehungen für Cu 2N, Pulver HPT konsolidiert

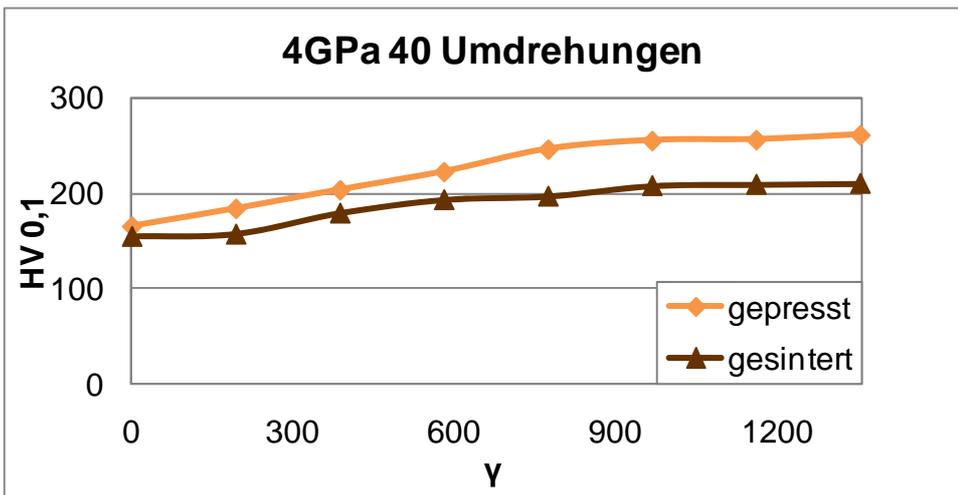


Diagramm 20: Mikrohärte HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 4 GPa und 40 Umdrehungen für Cu 2N, Pulver HPT konsolidiert

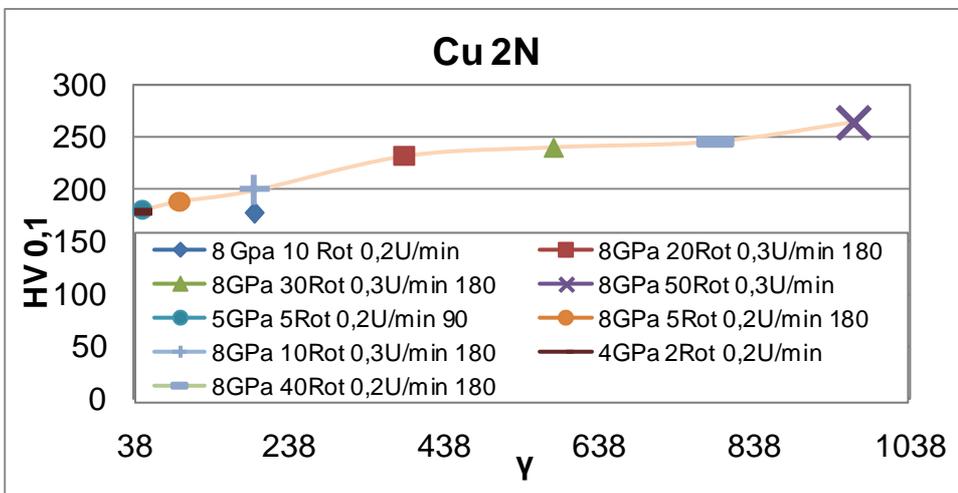


Diagramm 21: Mikrohärte HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei angegebenen hydrostatischen Druck und Umdrehungen für Cu 2N, Pulver HPT konsolidiert

ANHANG B Cu-Cr

TEIL B.1 Drehmomentkurven

TEIL B.2 Lichtmikroskopaufnahmen

TEIL B.3 Mikrohärte Kurven

TEIL B.4 SEM Aufnahmen Cu

TEIL B.5 SEM Aufnahmen Cr

TEIL B.1 Drehmomentkurven

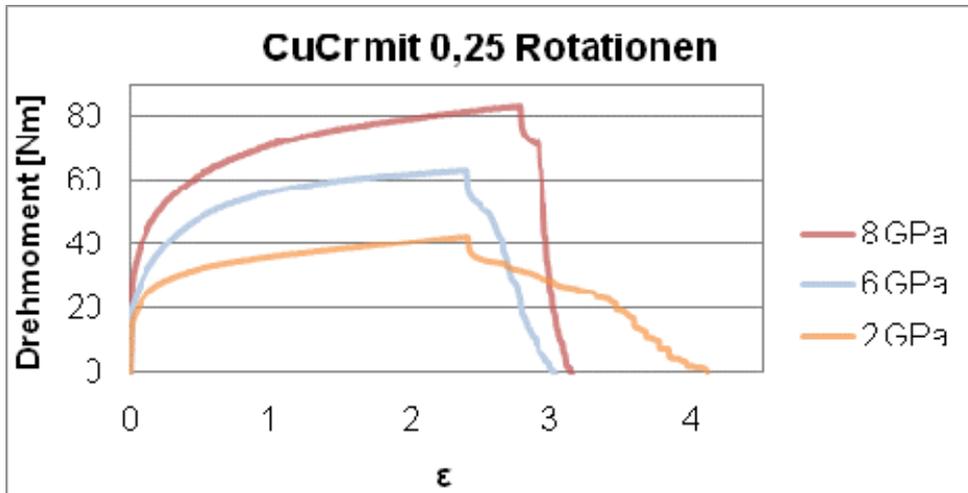


Diagramm 22: Drehmoment während der HPT-Verformung bei diversen hydrostatischen Druck und 0,25 Rotation für Cu-Cr

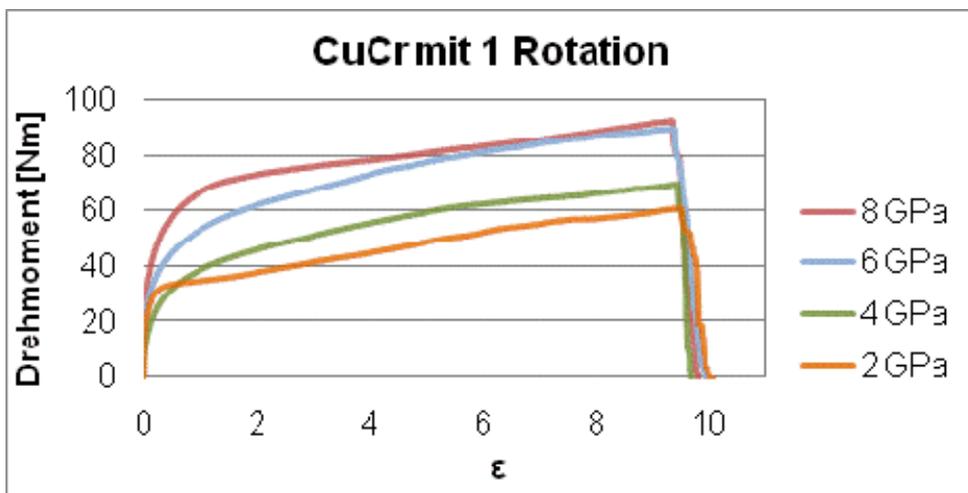


Diagramm 23: Drehmoment während der HPT-Verformung bei diversen hydrostatischen Druck und 1 Rotation für Cu-Cr

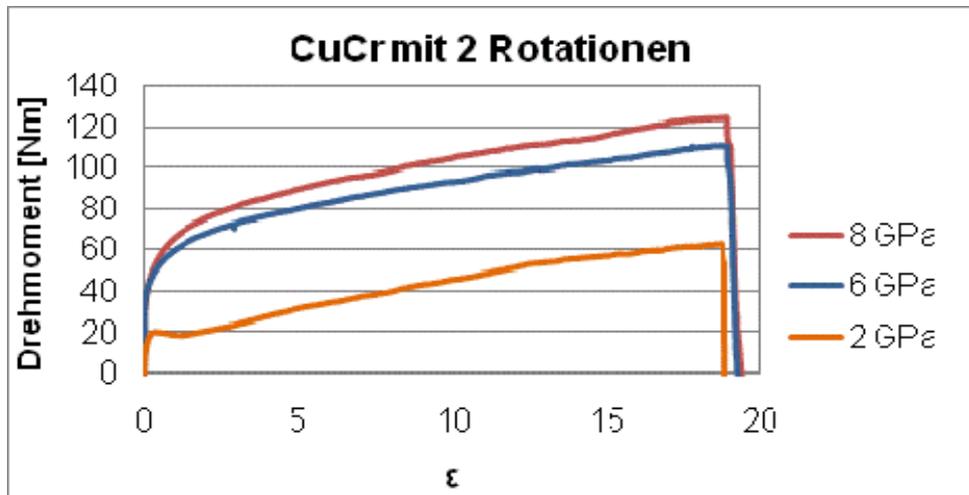


Diagramm 24: Drehmoment während der HPT-Verformung bei diversen hydrostatischen Druck und 2 Rotationen für Cu-Cr

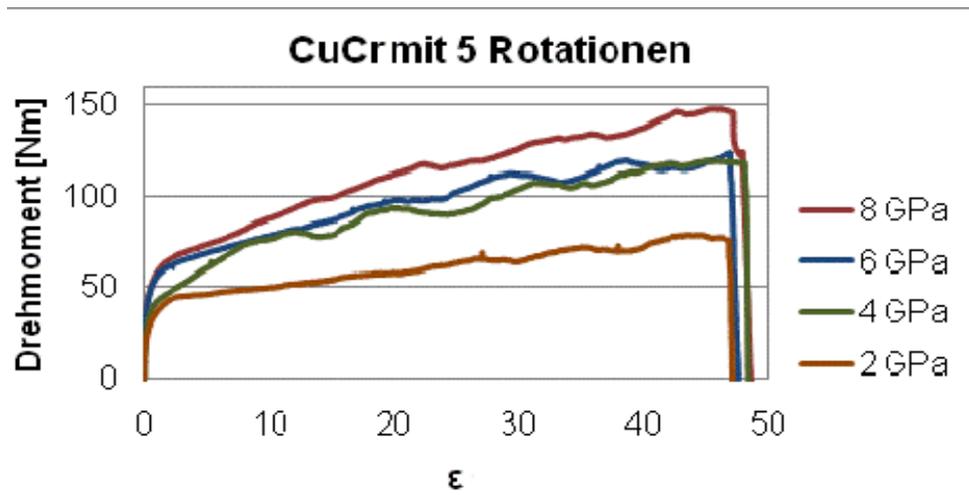


Diagramm 25: Drehmoment während der HPT-Verformung bei diversen hydrostatischen Druck und 5 Rotationen für Cu-Cr

TEIL B.2 Lichtmikroskopaufnahmen

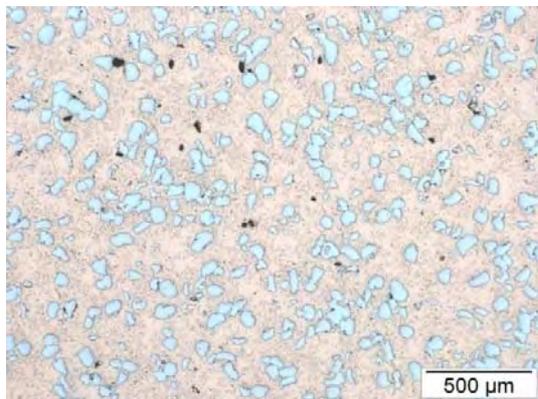


Abb. 55: Cu-Cr,o.HPT; Mitte 50x

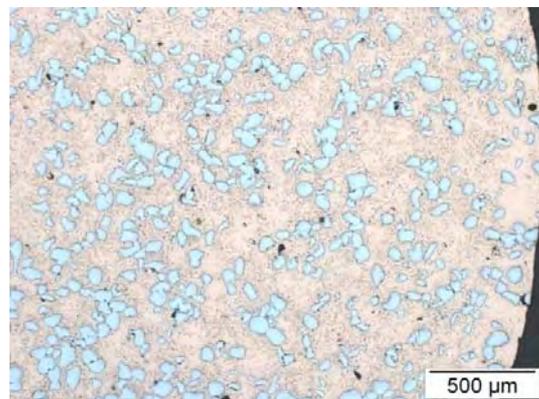


Abb. 56: Cu-Cr,o.HPT; Rand 50x

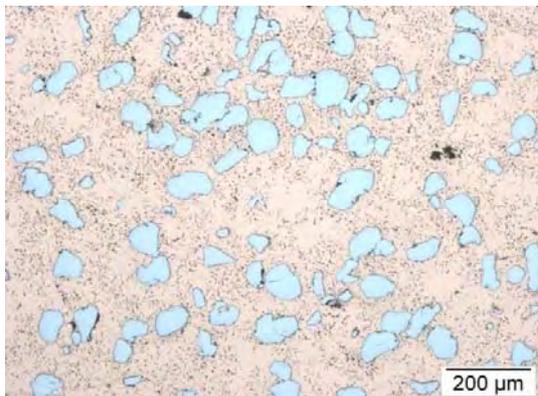


Abb. 57: Cu-Cr,o.HPT; 100x

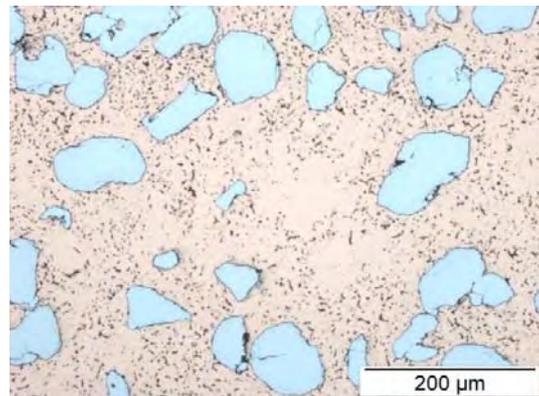


Abb. 58: Cu-Cr,o.HPT; 200x

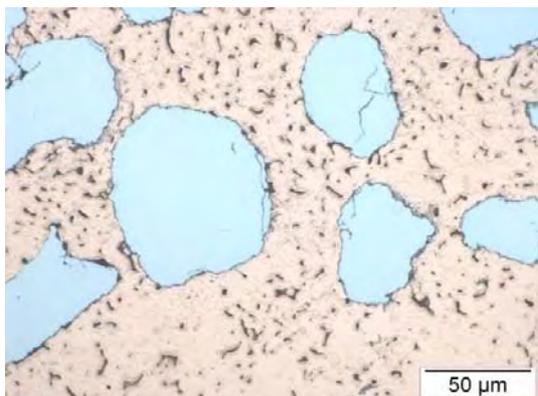


Abb. 59: Cu-Cr,o.HPT; 500x

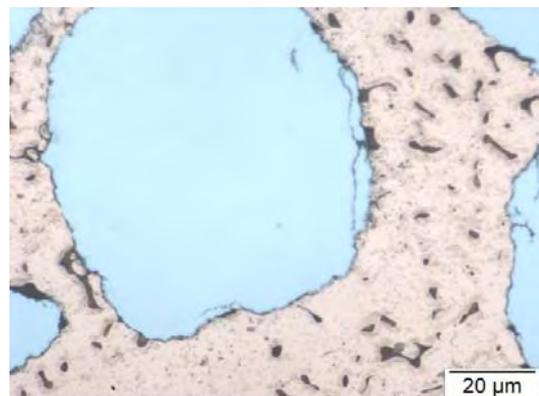


Abb. 60: Cu-Cr,o.HPT; 1000x

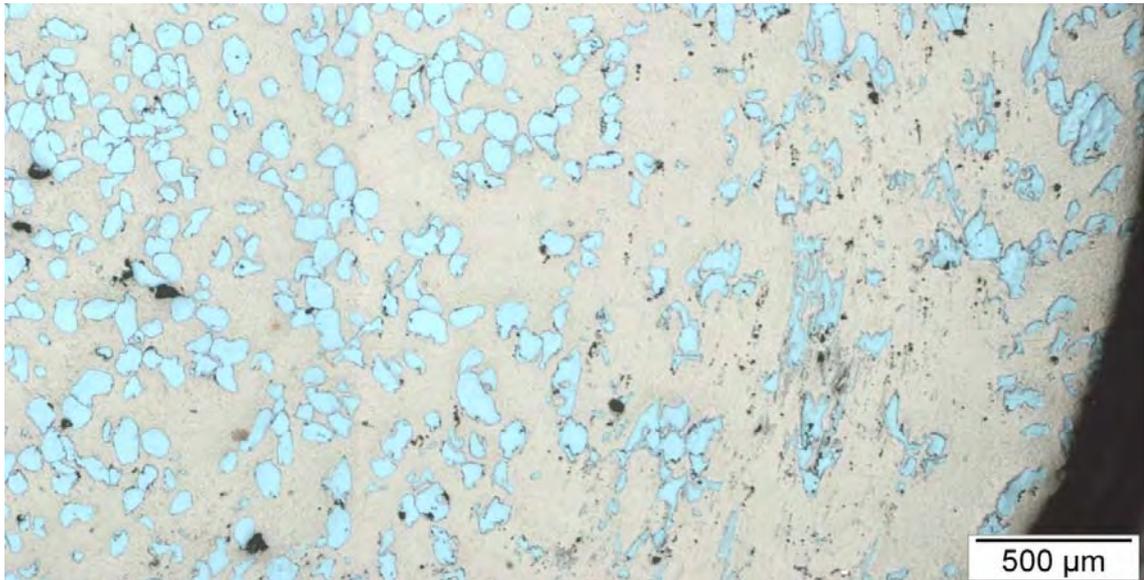


Abb. 61: Cu-Cr 2GPa, 0,25U; 50x

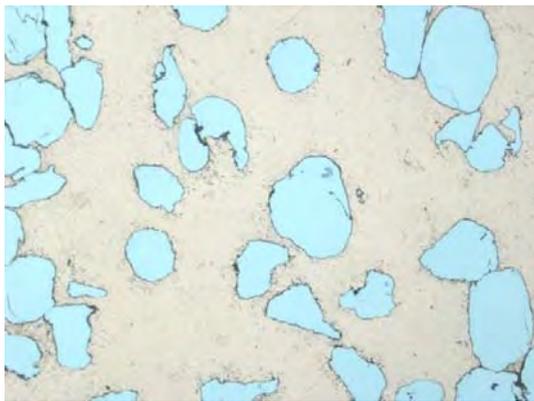


Abb. 62: Cu-Cr 2GPa, 0,25U; Mitte 200x

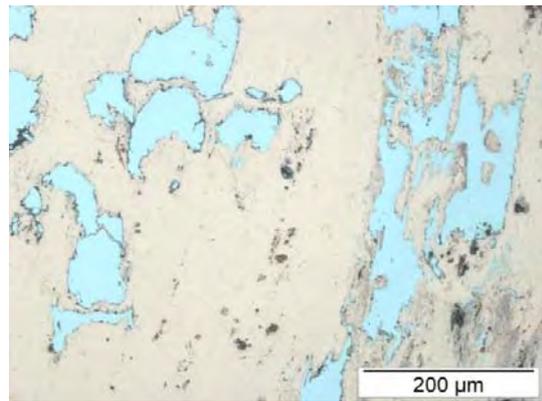


Abb. 63: Cu-Cr 2GPa, 0,25U; Rand 200x

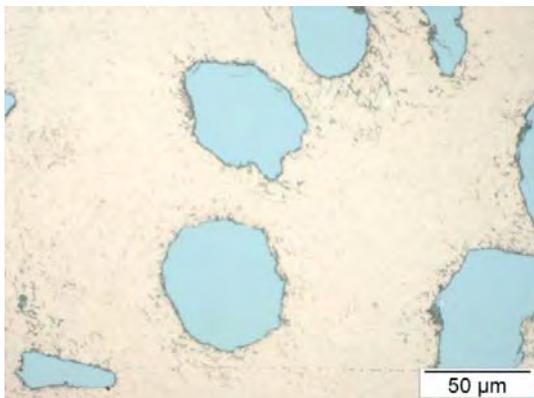


Abb. 64: Cu-Cr 2GPa, 0,25U; Mitte 500x

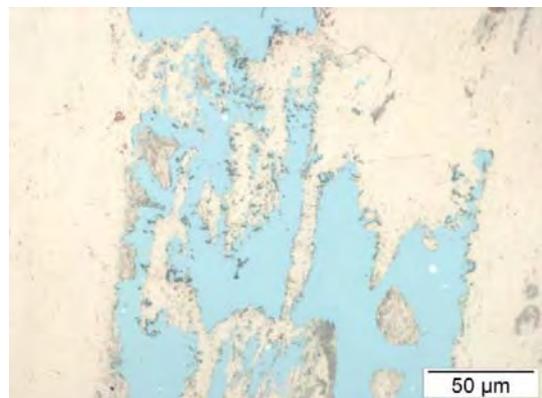


Abb. 65: Cu-Cr 2GPa, 0,25U; Rand 500x

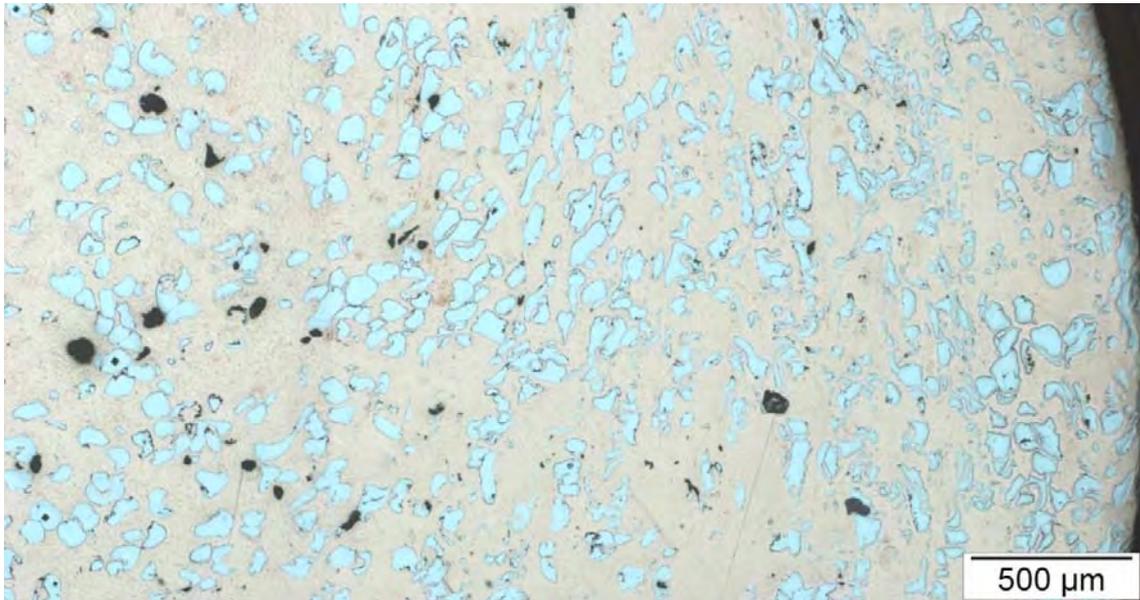


Abb. 66: Cu-Cr 2GPa, 1U; 50x

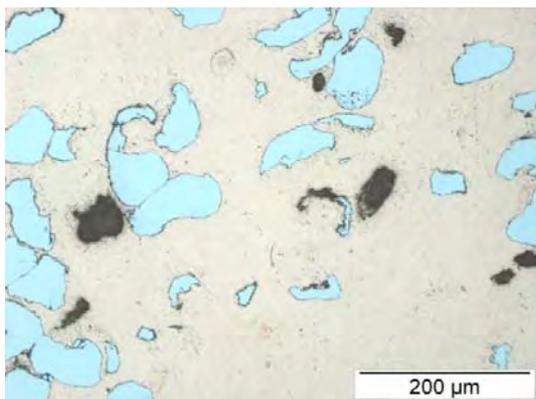


Abb. 67: Cu-Cr 2GPa, 1U; Mitte 200x

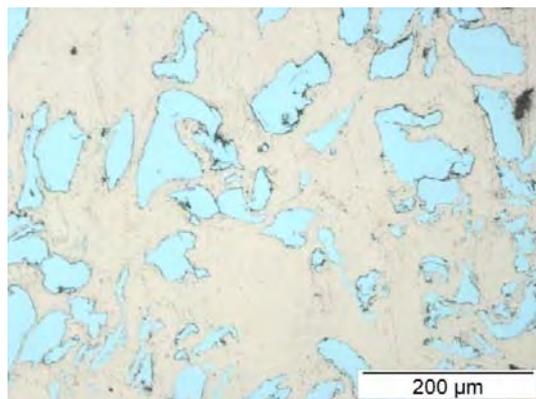


Abb. 68: Cu-Cr 2GPa, 1U; Rand 200x

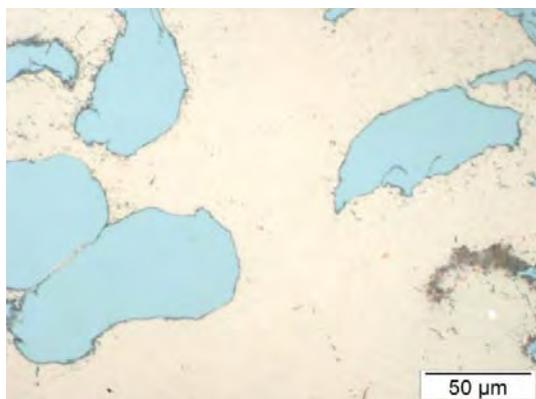


Abb. 69: Cu-Cr 2GPa, 1U; Mitte 500x

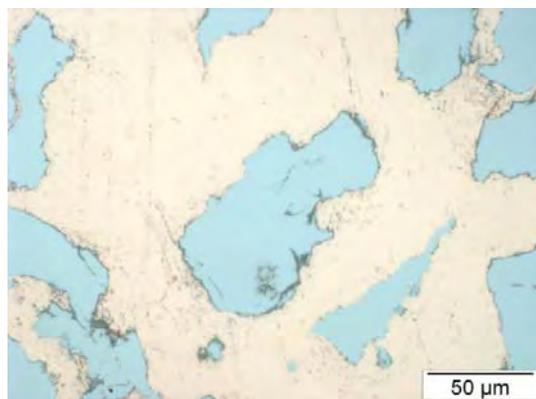


Abb. 70: Cu-Cr 2GPa, 1U; Rand 500x

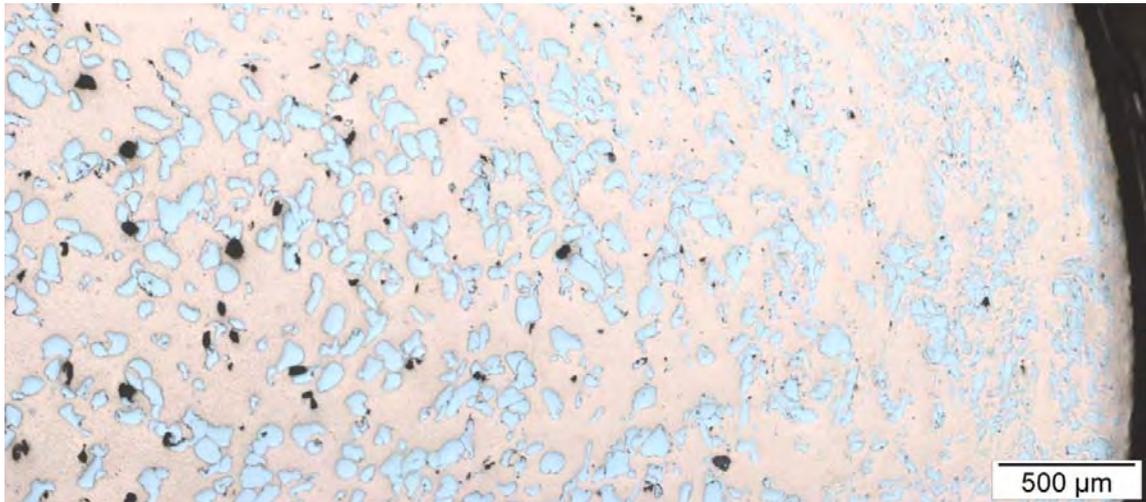


Abb. 71: Cu-Cr 2GPa, 2U; 50x

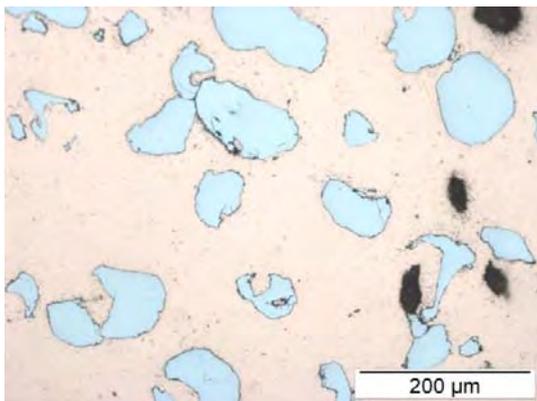


Abb. 72: Cu-Cr 2GPa, 2U; Mitte 200x

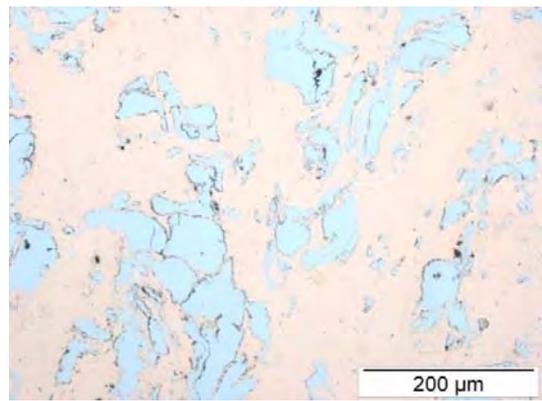


Abb. 73: Cu-Cr 2GPa, 2U; Rand 200x

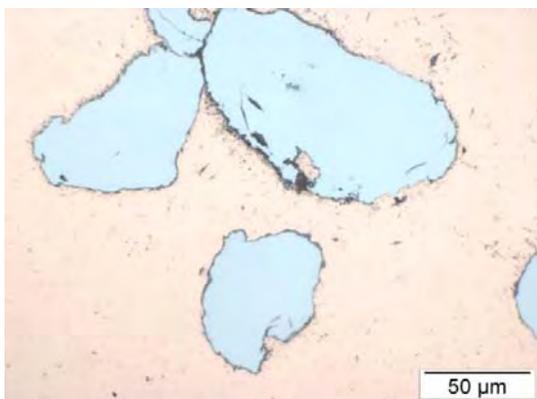


Abb. 74: Cu-Cr 2GPa, 2U; Mitte 500x

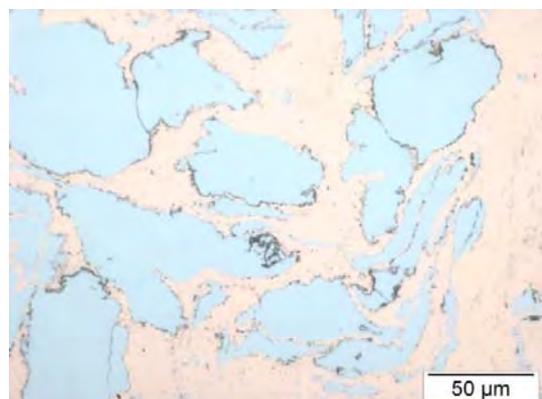


Abb. 75: Cu-Cr 2GPa, 2U; Rand 500x



Abb. 76: Cu-Cr 2GPa, 5U; 50x

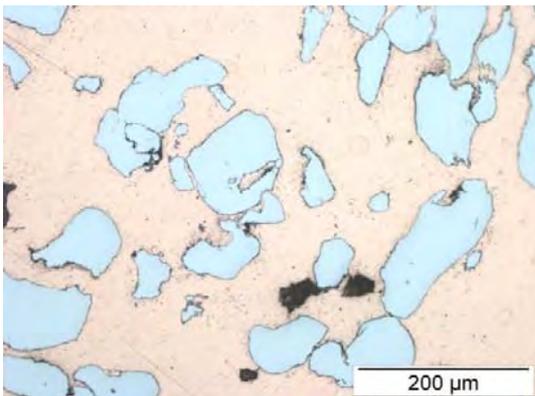


Abb. 77: Cu-Cr 2GPa, 5U; Mitte 200x

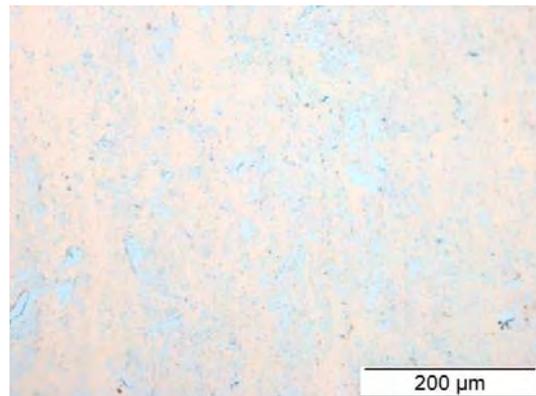


Abb. 78: Cu-Cr 2GPa, 5U; Rand 200x

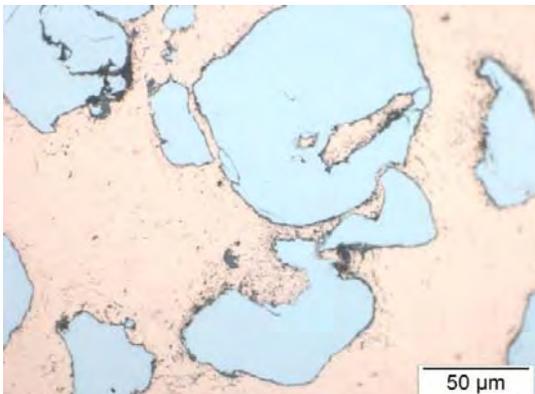


Abb. 79: Cu-Cr 2GPa, 5U; Mitte 500x

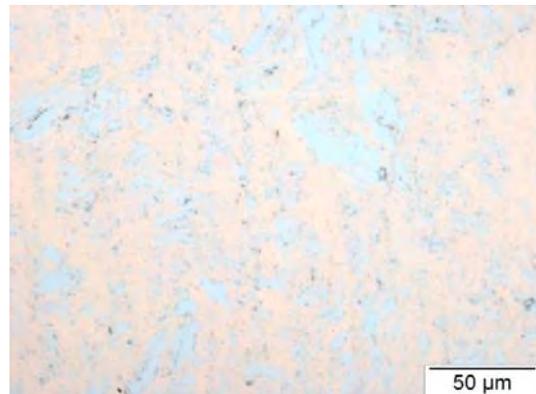


Abb. 80: Cu-Cr 2GPa, 5U; Rand 500x

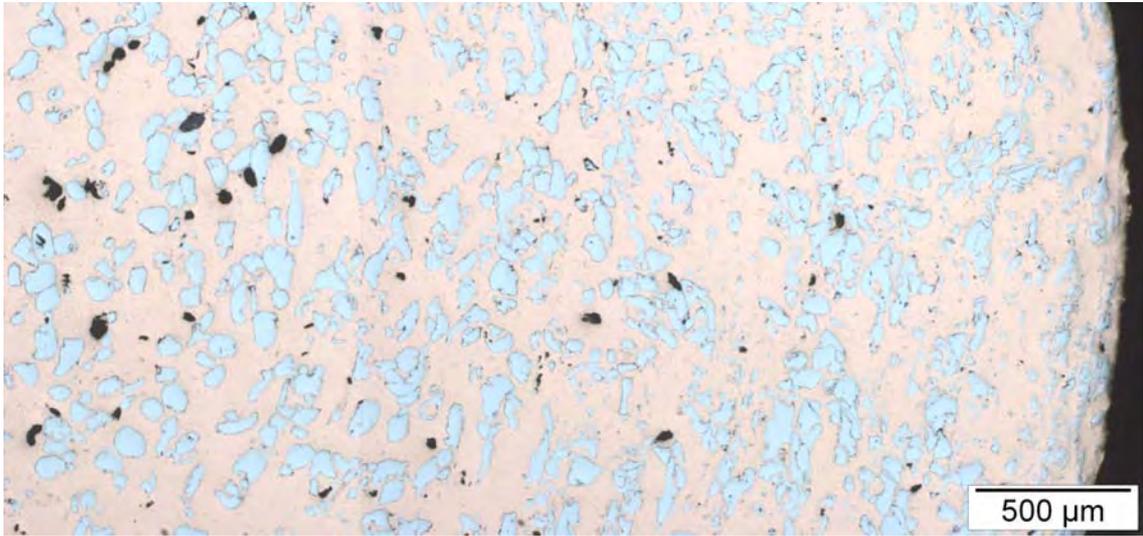


Abb. 81: Cu-Cr 4GPa, 1U; 50x

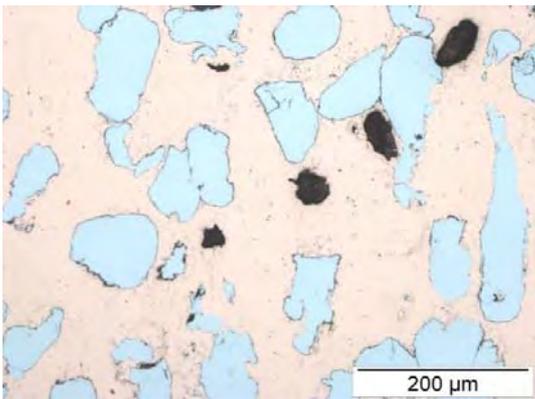


Abb. 82: Cu-Cr 4GPa, 1U; Mitte 200x

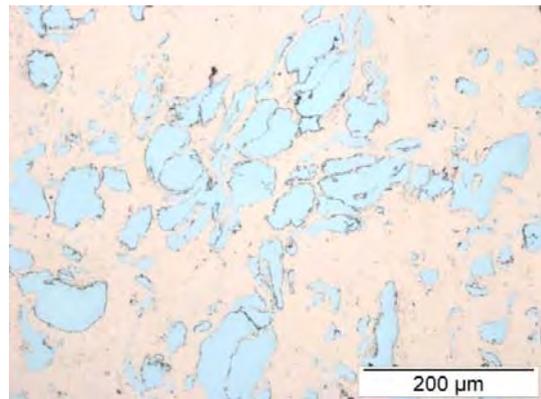


Abb. 83: Cu-Cr 4GPa, 1U; Rand 200x

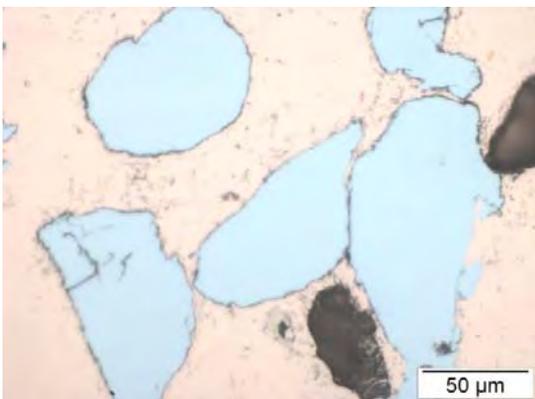


Abb. 84: Cu-Cr 4GPa, 1U; Mitte 500x

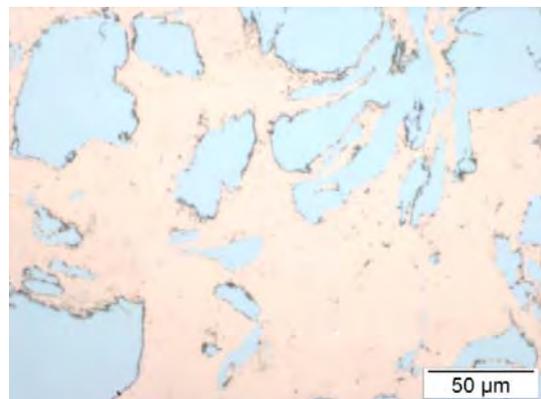


Abb. 85: Cu-Cr 4GPa, 1U; Rand 500x



Abb. 86: Cu-Cr 4GPa, 5U; 50x

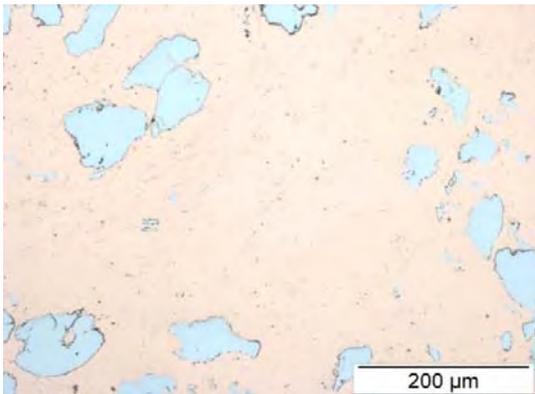


Abb. 87: Cu-Cr 4GPa, 5U; Mitte 200x

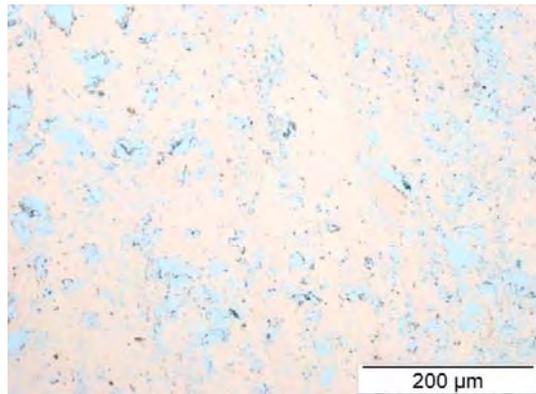


Abb. 88: Cu-Cr 4GPa, 5U; Rand 200x

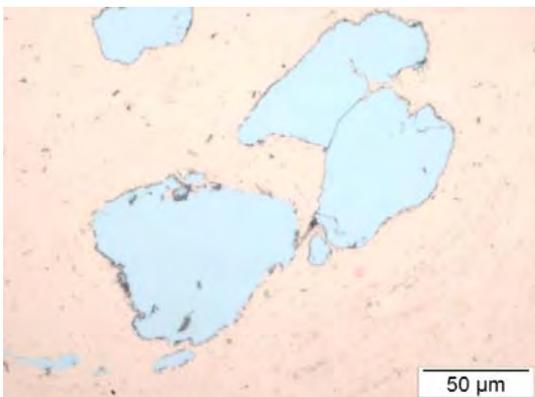


Abb. 89: Cu-Cr 4GPa, 5U; Mitte 500x

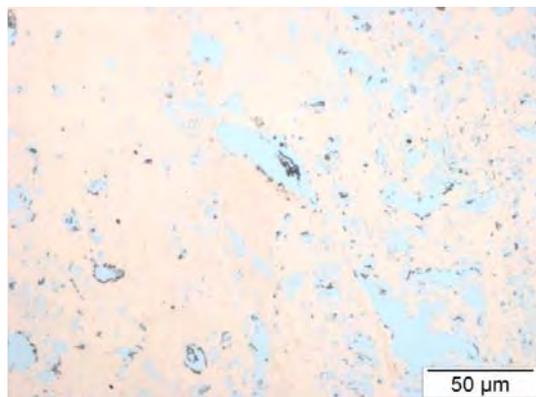


Abb. 90: Cu-Cr 4GPa, 5U; Rand 500x

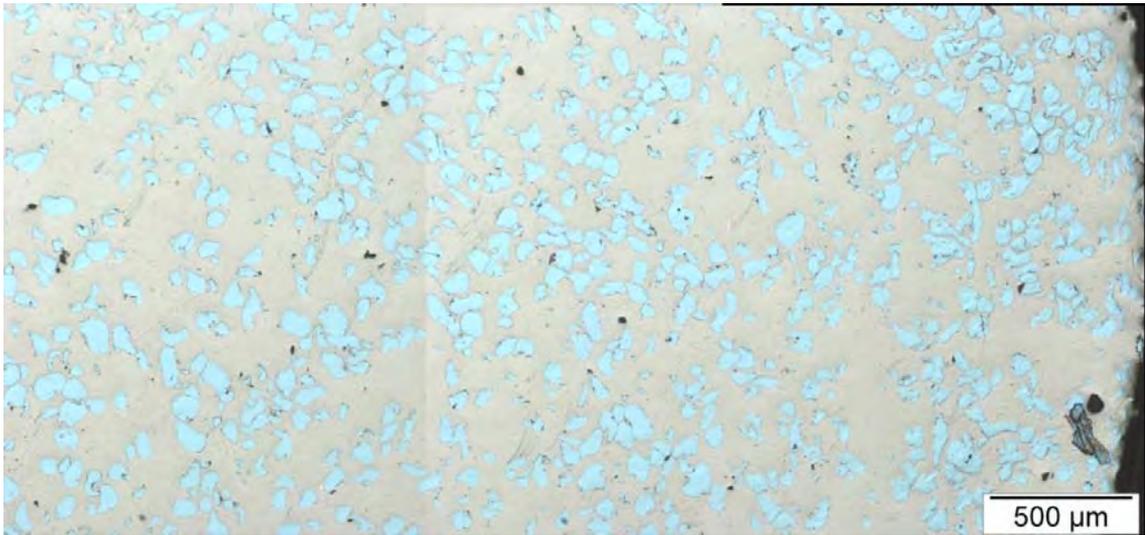


Abb. 91: Cu-Cr 6GPa, 0,25U; 50x

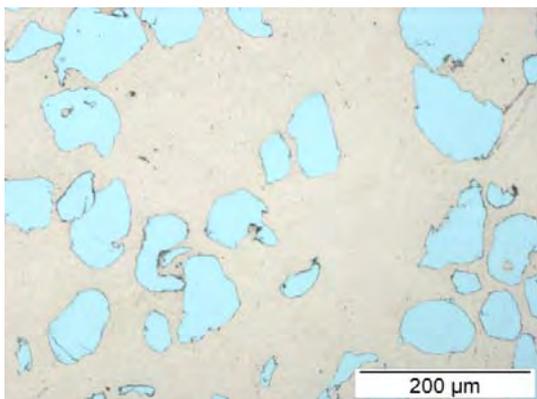


Abb. 92: Cu-Cr 6GPa, 0,25U; Mitte 200x

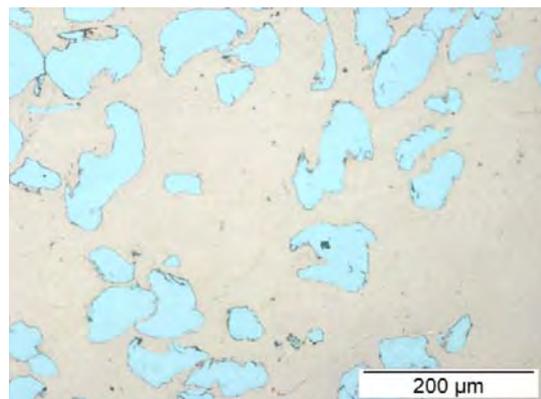


Abb. 93: Cu-Cr 6GPa, 0,25U; Rand 200x

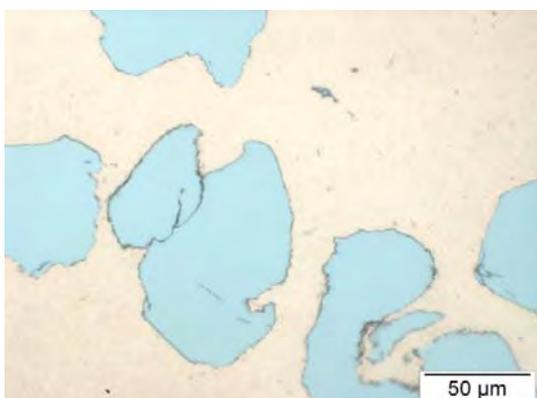


Abb. 94: Cu-Cr 6GPa, 0,25U; Mitte 500x

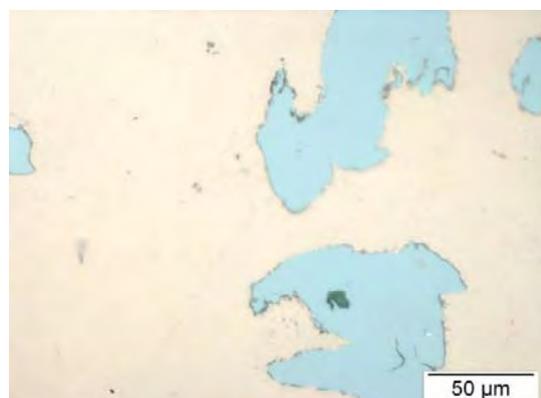


Abb. 95: Cu-Cr 6GPa, 0,25U; Rand 500x

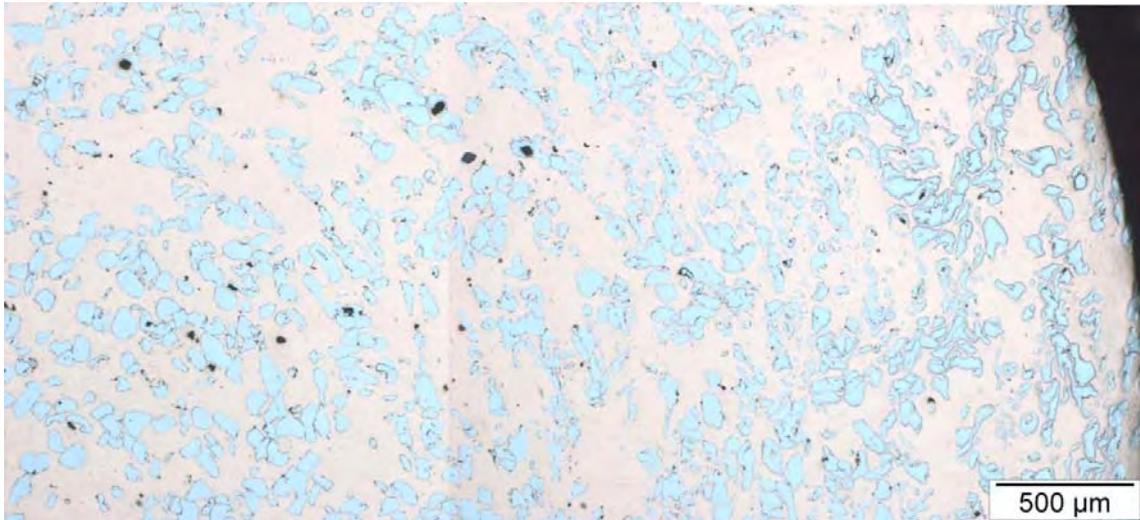


Abb. 96: Cu-Cr 6GPa, 1U; 50x

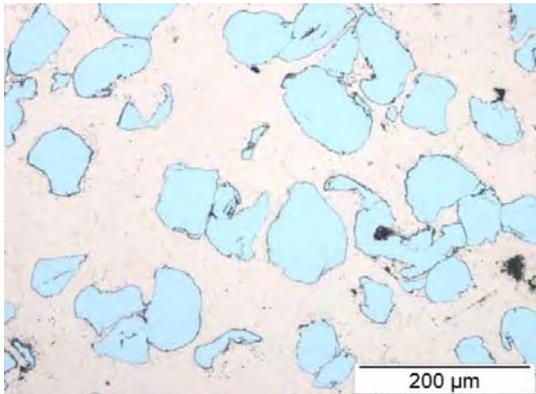


Abb. 97: Cu-Cr 6GPa, 1U; Mitte 200x

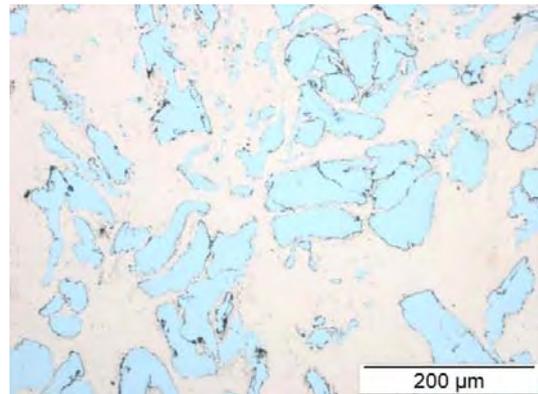


Abb. 98: Cu-Cr 6GPa, 1U; Rand 200x

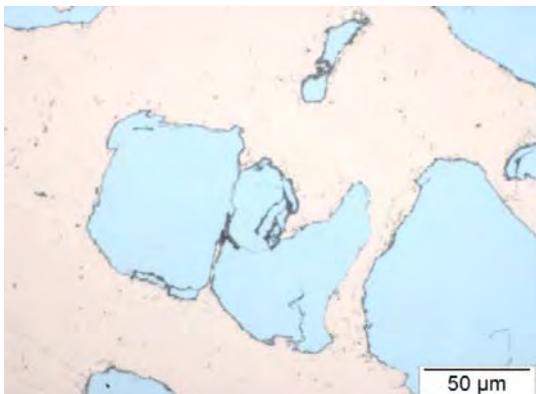


Abb. 99: Cu-Cr 6GPa, 1U; Mitte 500x

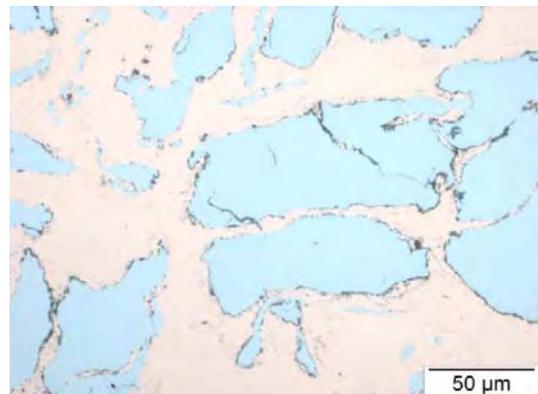


Abb. 100: Cu-Cr 6GPa, 1U; Rand 500x

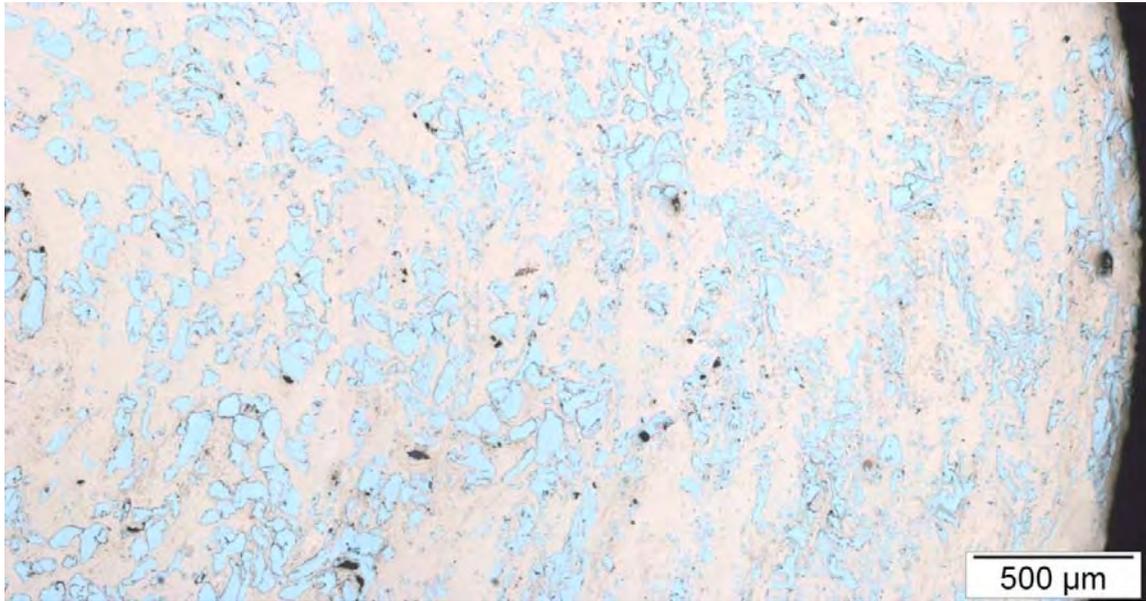


Abb. 101: Cu-Cr 6GPa, 2U; 50x

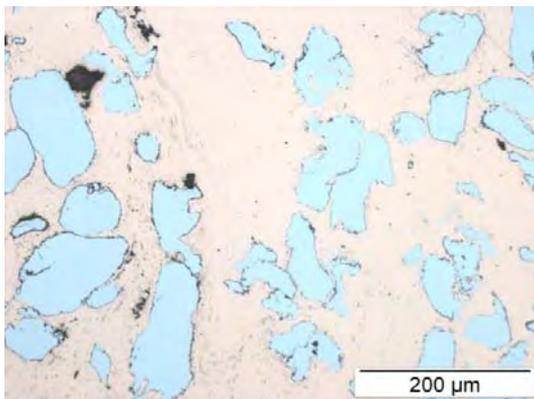


Abb. 102: Cu-Cr 6GPa, 2U; Mitte 200x

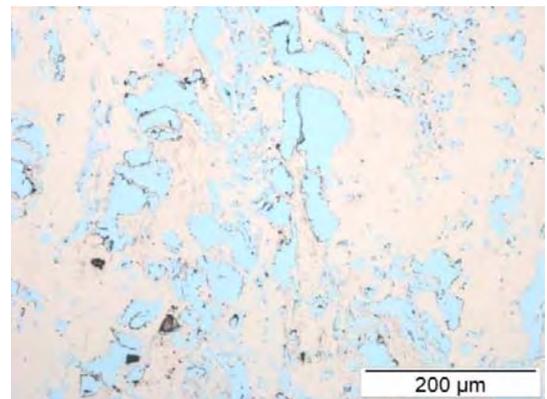


Abb. 103: Cu-Cr 6GPa, 2U; Rand 200x

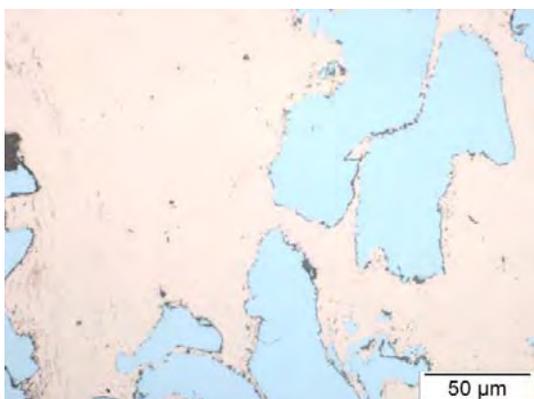


Abb. 104: Cu-Cr 6GPa, 2U; Mitte 500x

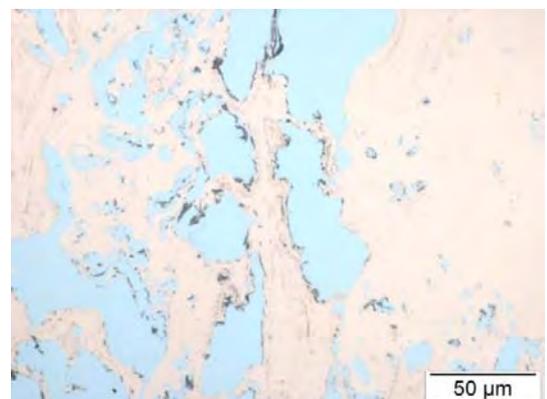


Abb. 105: Cu-Cr 6GPa, 2U; Rand 500x

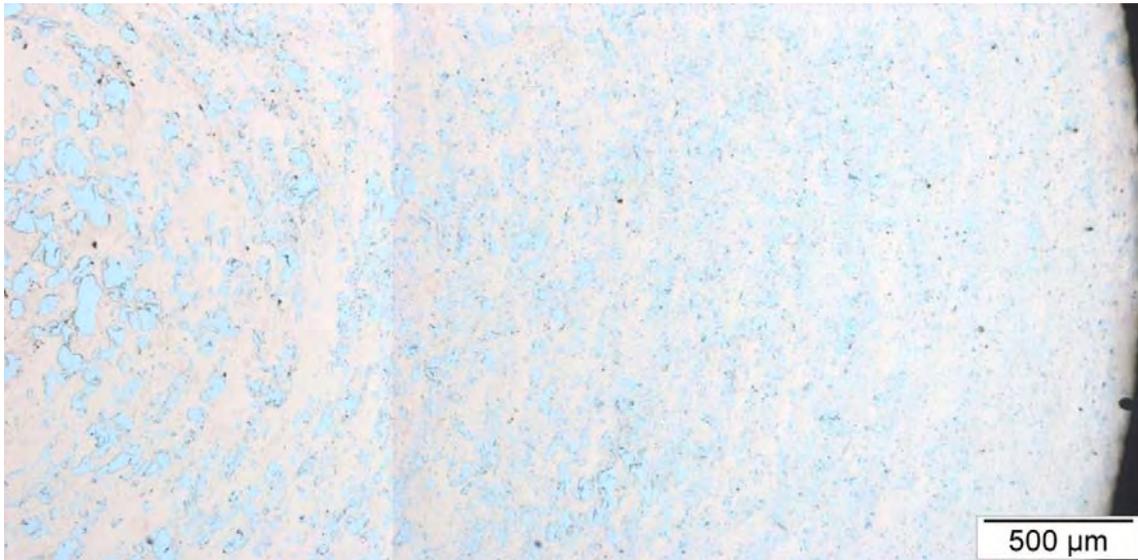


Abb. 106: Cu-Cr 6GPa, 5U; 50x

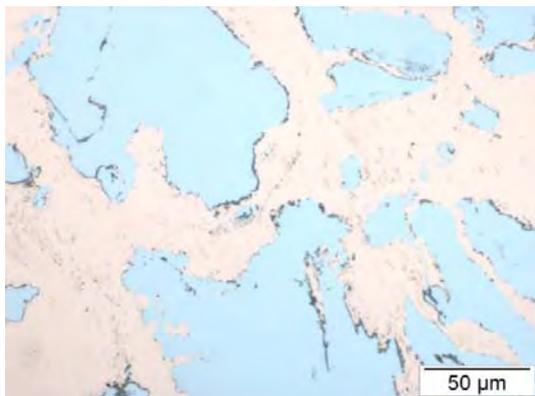


Abb. 107: Cu-Cr 6GPa, 5U; Mitte 200x

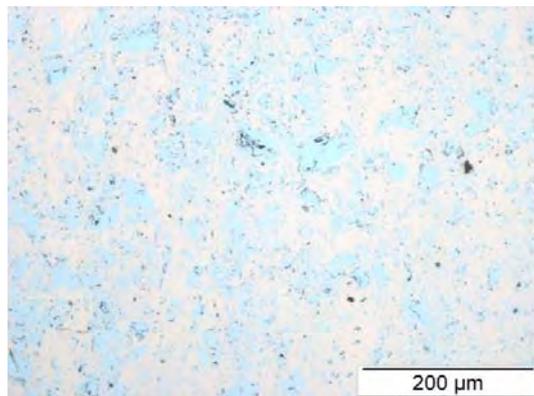


Abb. 108: Cu-Cr 6GPa, 5U; Rand 200x

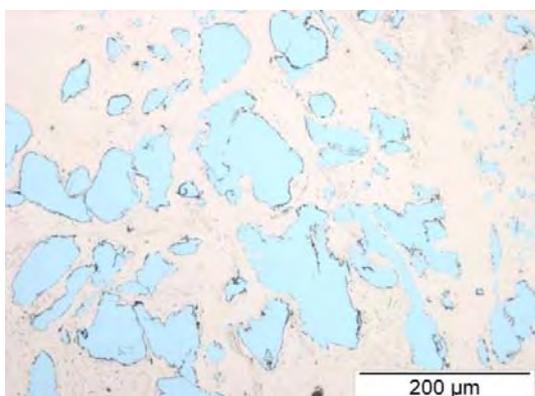


Abb. 109: Cu-Cr 6GPa, 5U; Mitte 500x

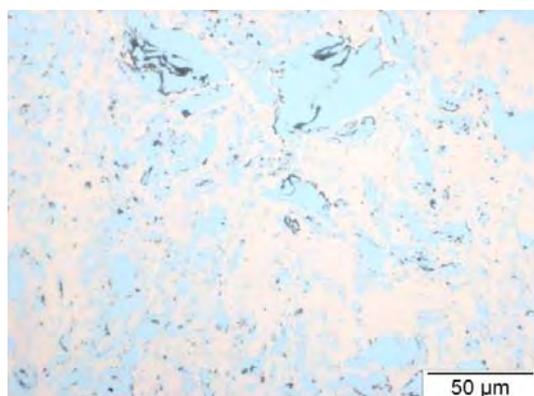


Abb. 110: Cu-Cr 6GPa, 5U; Rand 500x

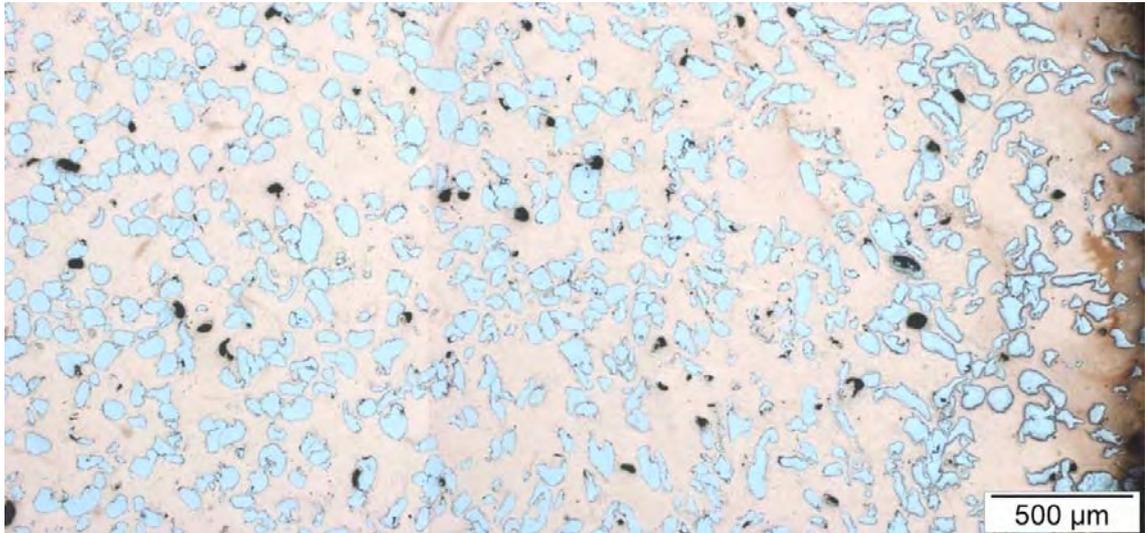


Abb. 111: Cu-Cr 8GPa, 0,25U; 50x

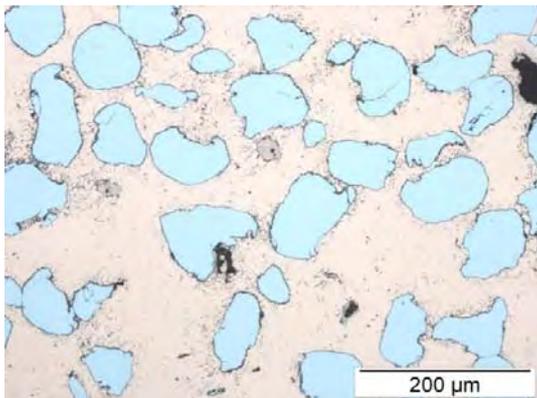


Abb. 112: Cu-Cr 8GPa, 0,25U; Mitte 200x

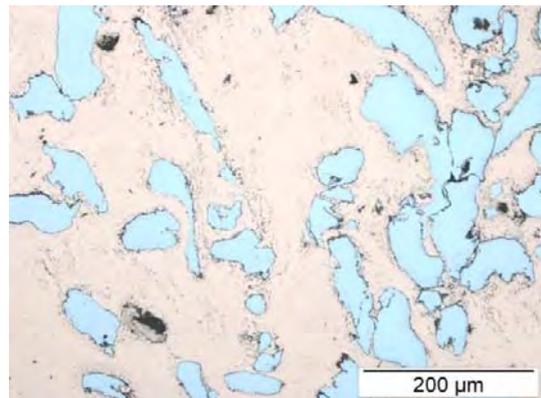


Abb. 113: Cu-Cr 8GPa, 0,25U; Rand 200x

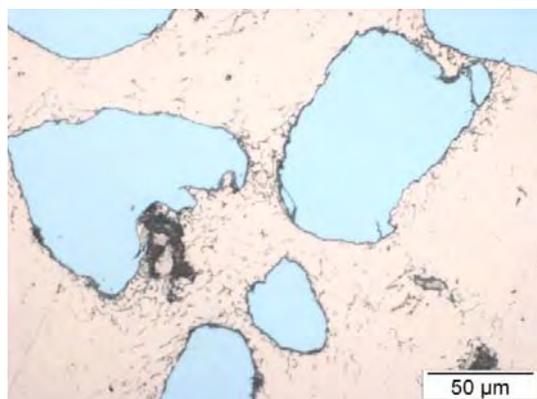


Abb. 114: Cu-Cr 8GPa, 0,25U; Mitte 500x

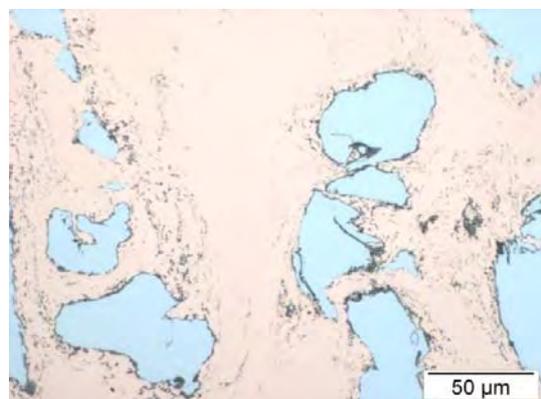


Abb. 115: Cu-Cr 8GPa, 0,25U; Rand 200x

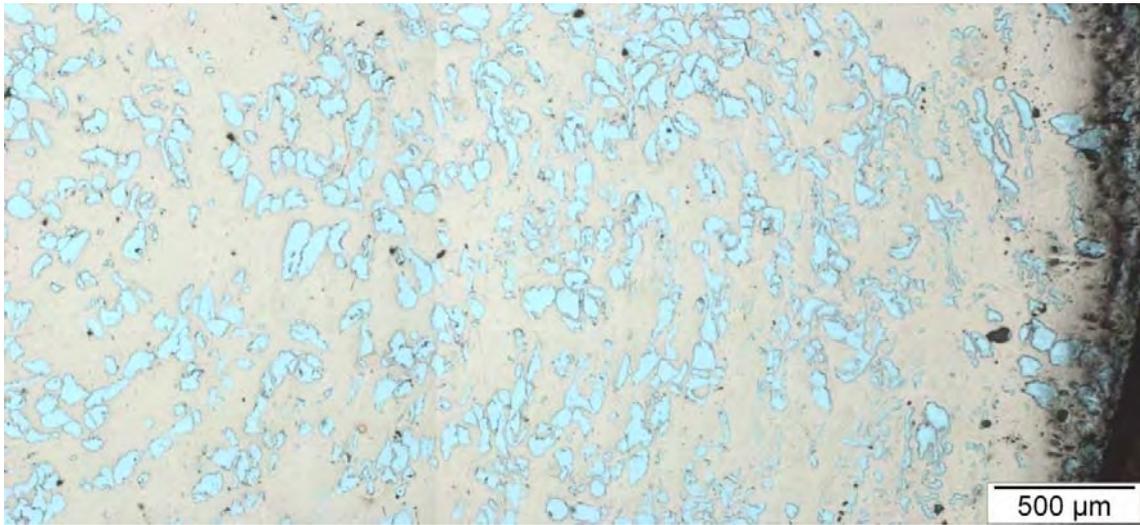


Abb. 116: Cu-Cr 8GPa, 1U; 50x

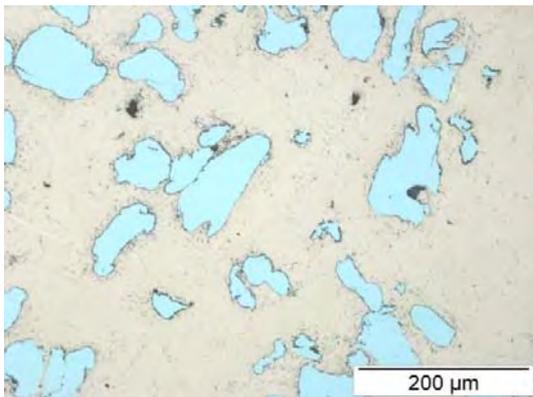


Abb. 117: Cu-Cr 8GPa, 1U; Mitte 200x

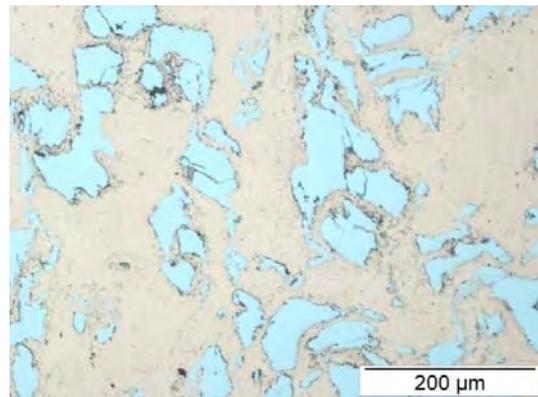


Abb. 118: Cu-Cr 8GPa, 1U; Rand 200x

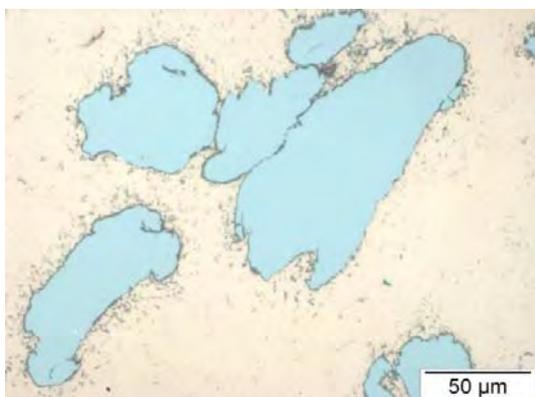


Abb. 119: Cu-Cr 8GPa, 1U; Mitte 500x

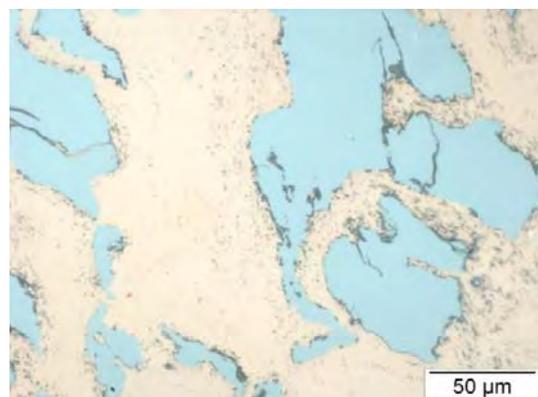


Abb. 120: Cu-Cr 8GPa, 1U; Rand 500x

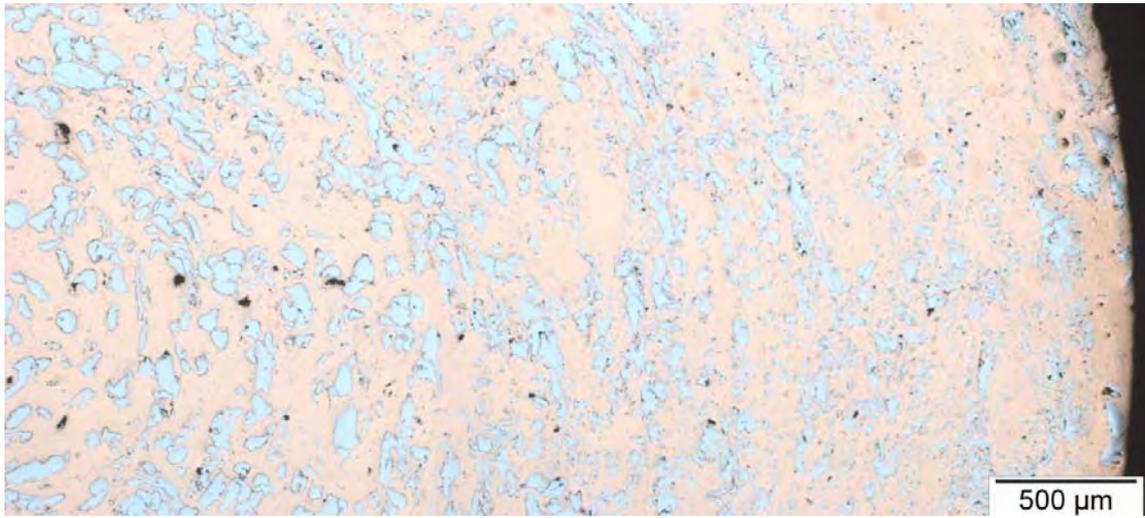


Abb. 121: Cu-Cr 8GPa, 2U; 50x

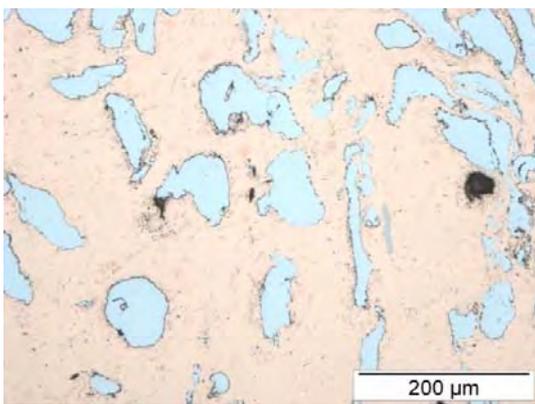


Abb. 122: Cu-Cr 8GPa, 2U; Mitte 200x

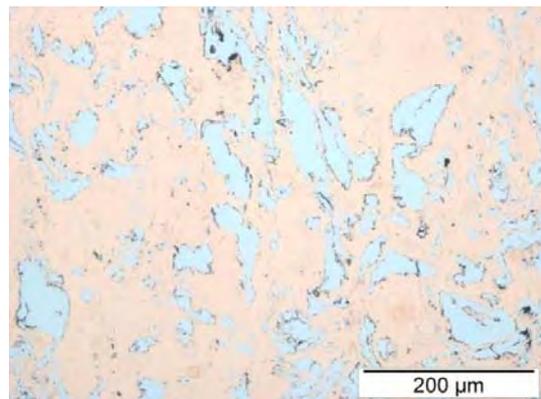


Abb. 123: Cu-Cr 8GPa, 2U; Rand 200x

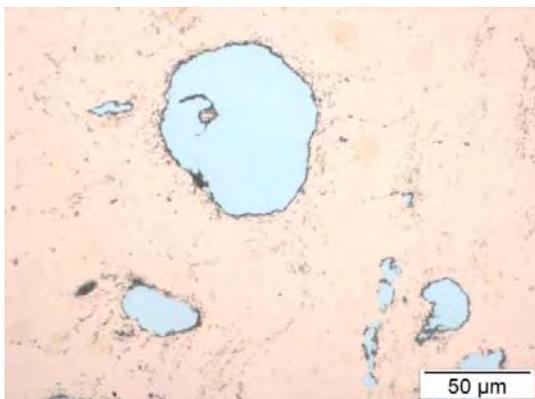


Abb. 124: Cu-Cr 8GPa, 2U; Mitte 500x

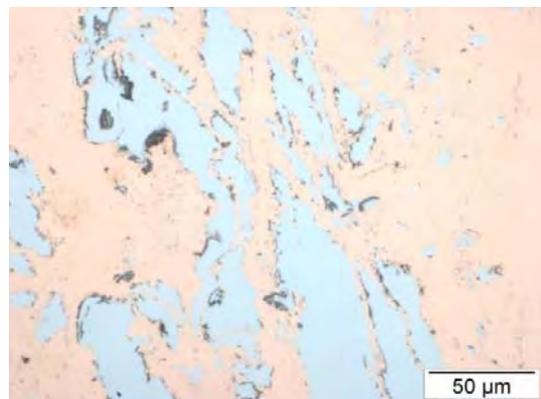


Abb. 125: Cu-Cr 8GPa, 2U; Rand 500x

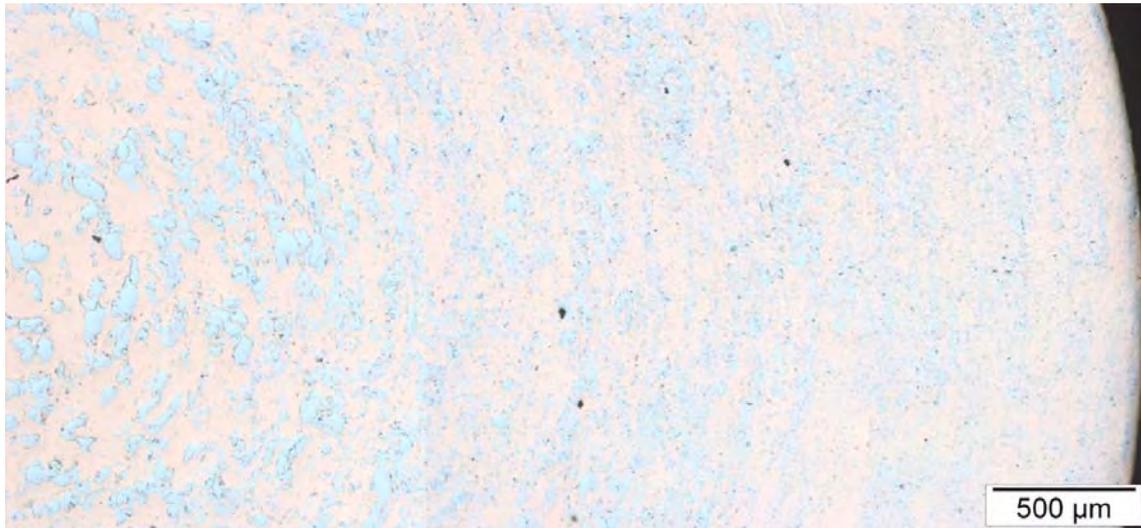


Abb. 126: Cu-Cr 8GPa, 5U; Mitte 50x

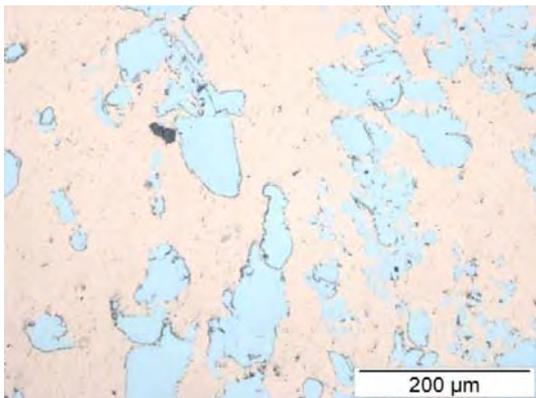


Abb. 127: Cu-Cr 8GPa, 5U; Mitte 200x

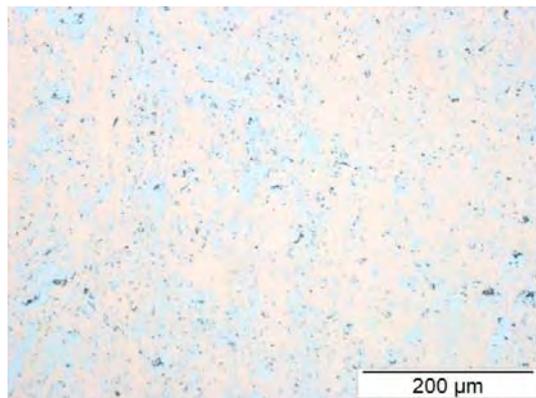


Abb. 128: Cu-Cr 8GPa, 5U; Rand 200x

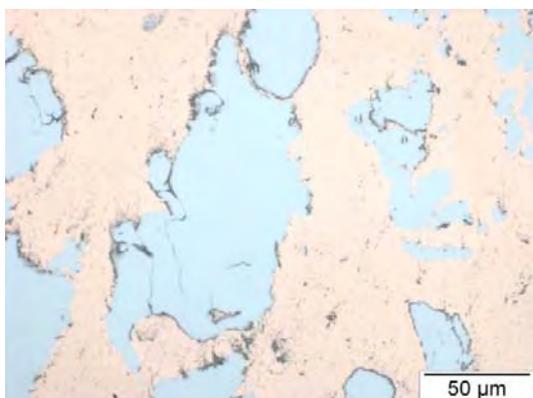


Abb. 129: Cu-Cr 8GPa, 5U; Mitte 500x

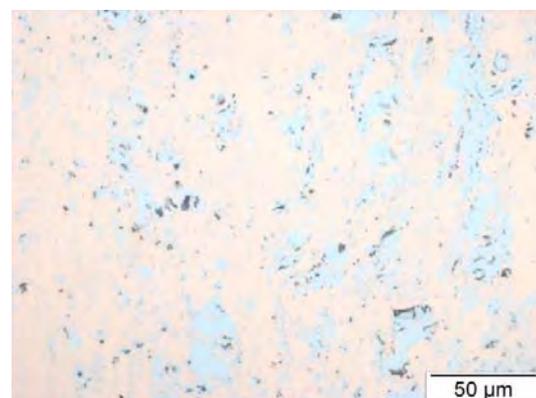


Abb. 130: Cu-Cr 8GPa, 5U; Rand 500x

TEIL B.3 Mikrohärté Kurven

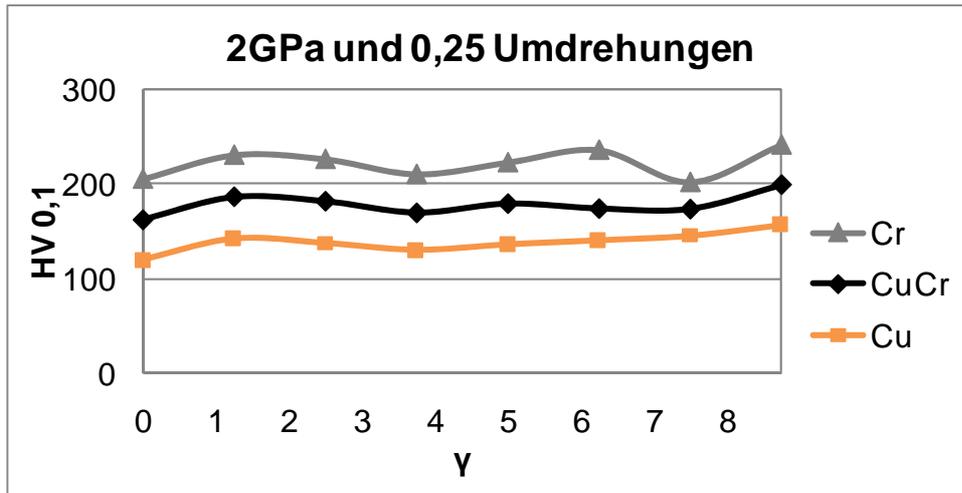


Diagramm 26: Mikrohärté HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 2 GPa und 0,25 Umdrehungen für Cu-Cr

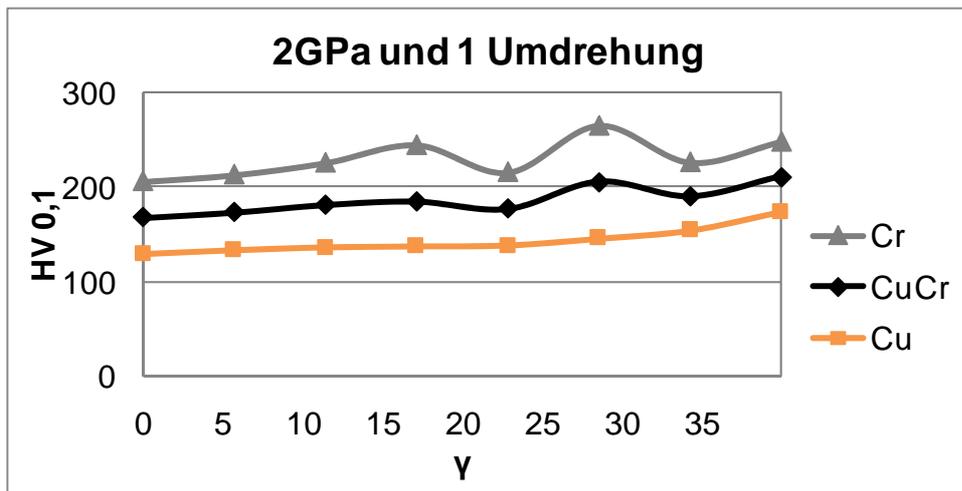


Diagramm 28: Mikrohärté HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 2 GPa und 1 Umdrehung für Cu-Cr

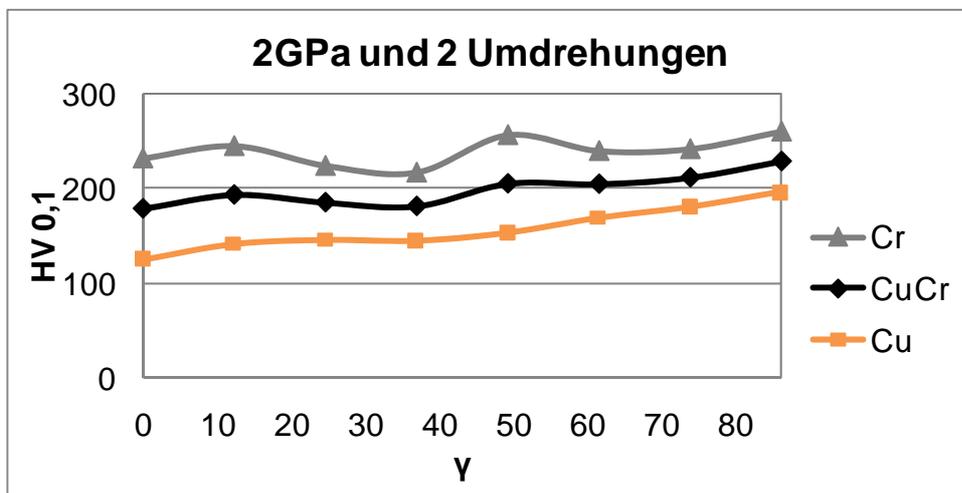


Diagramm 27: Mikrohärté HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 2 GPa und 2 Umdrehungen für Cu-Cr

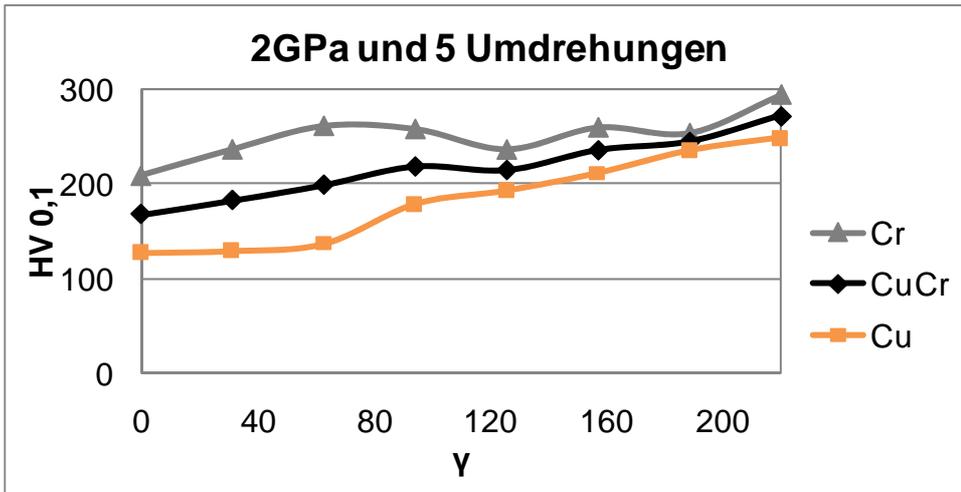


Diagramm 29: Mikrohärtigkeit HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 2 GPa und 5 Umdrehungen für Cu-Cr

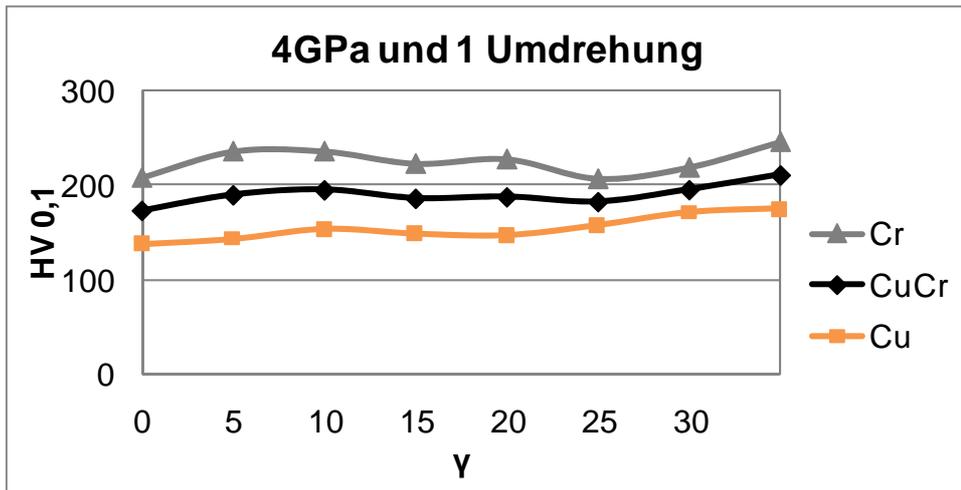


Diagramm 31: Mikrohärtigkeit HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 4 GPa und 1 Umdrehung für Cu-Cr

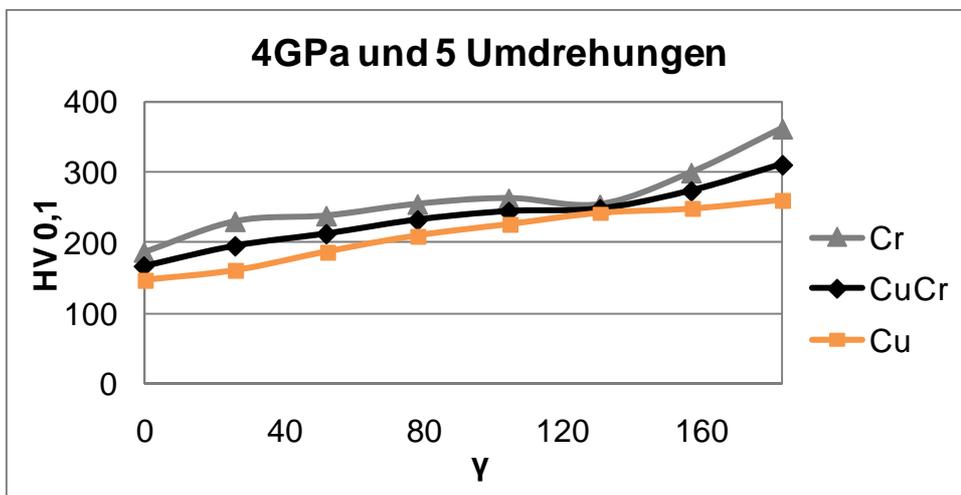


Diagramm 30: Mikrohärtigkeit HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 4 GPa und 5 Umdrehungen für Cu-Cr

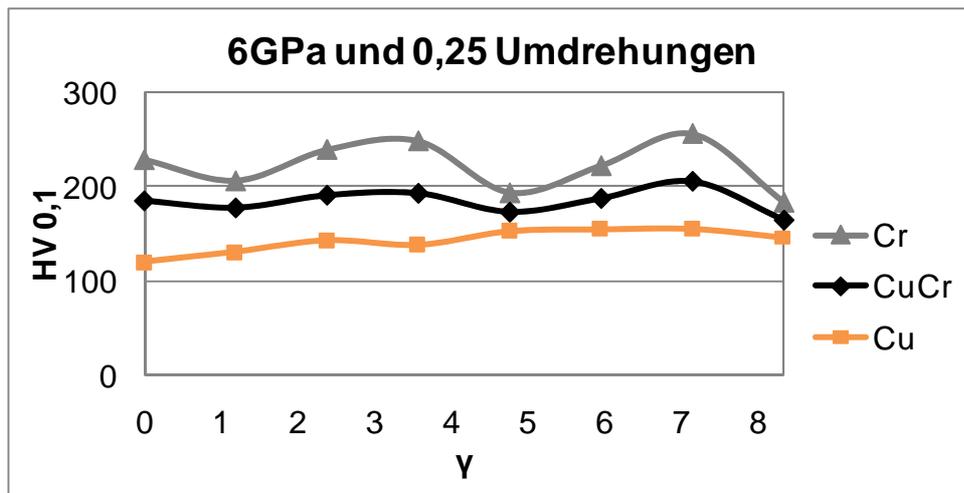


Diagramm 34: Mikrohärtigkeit HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 6 GPa und 0,25 Umdrehung für Cu-Cr

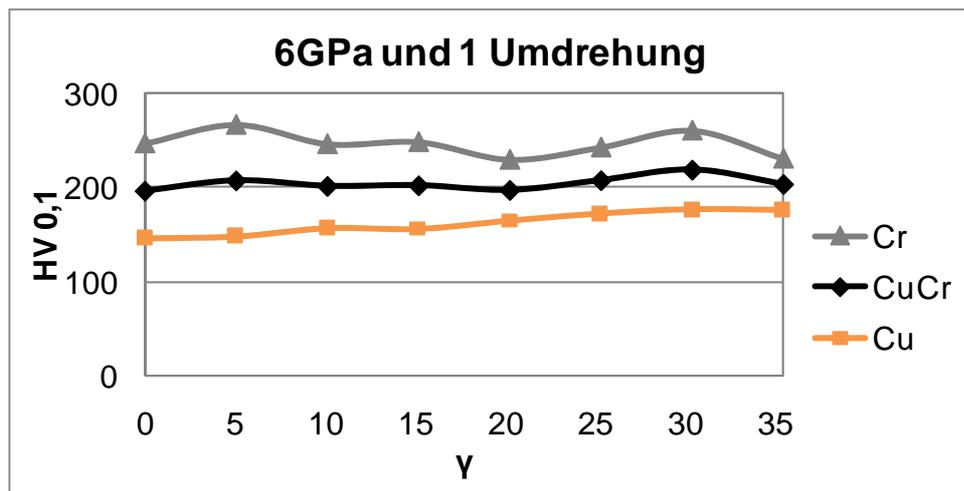


Diagramm 33: Mikrohärtigkeit HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 6 GPa und 1 Umdrehungen für Cu-Cr

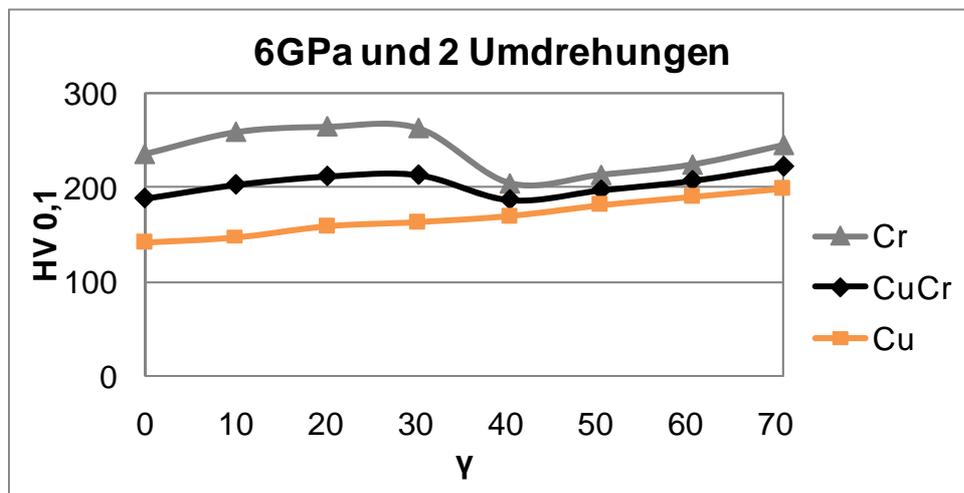


Diagramm 32: Mikrohärtigkeit HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 6 GPa und 2 Umdrehungen für Cu-Cr

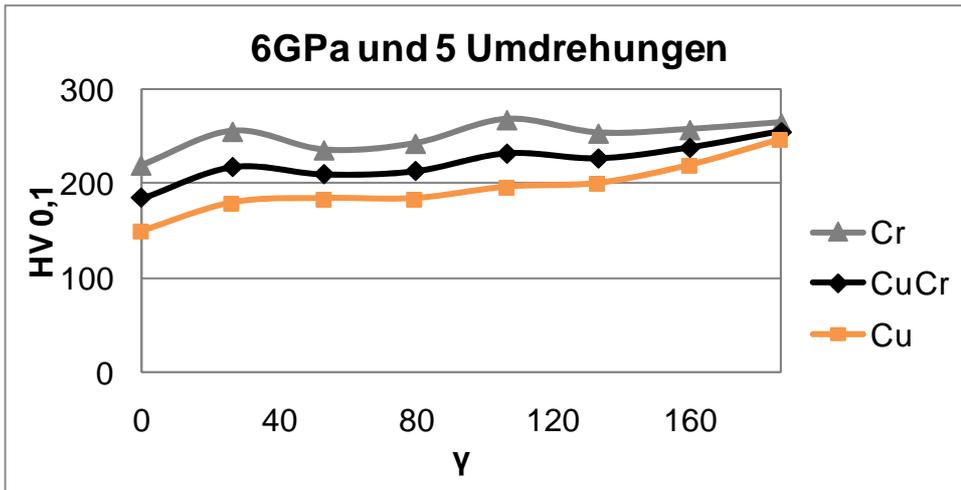


Diagramm 37: Mikrohärte HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 6 GPa und 5 Umdrehungen für Cu-Cr

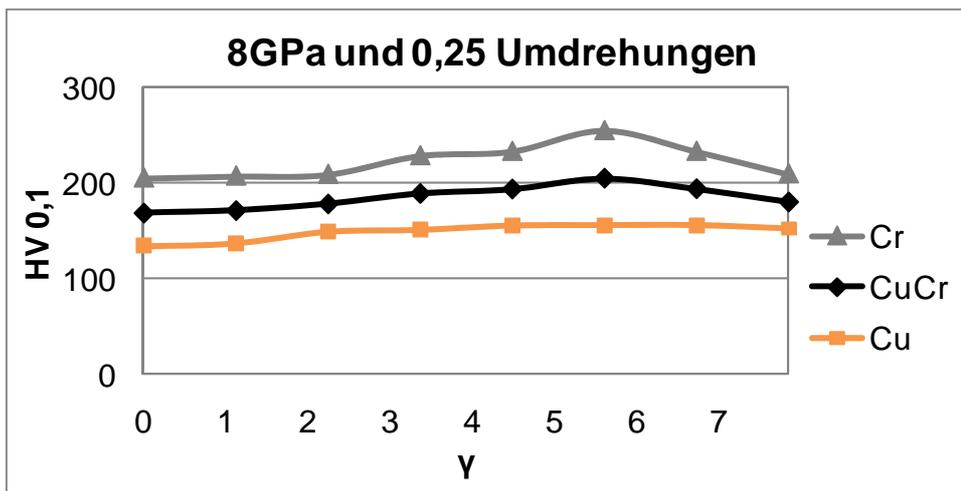


Diagramm 36: Mikrohärte HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 8 GPa und 0,25 Umdrehungen für Cu-Cr

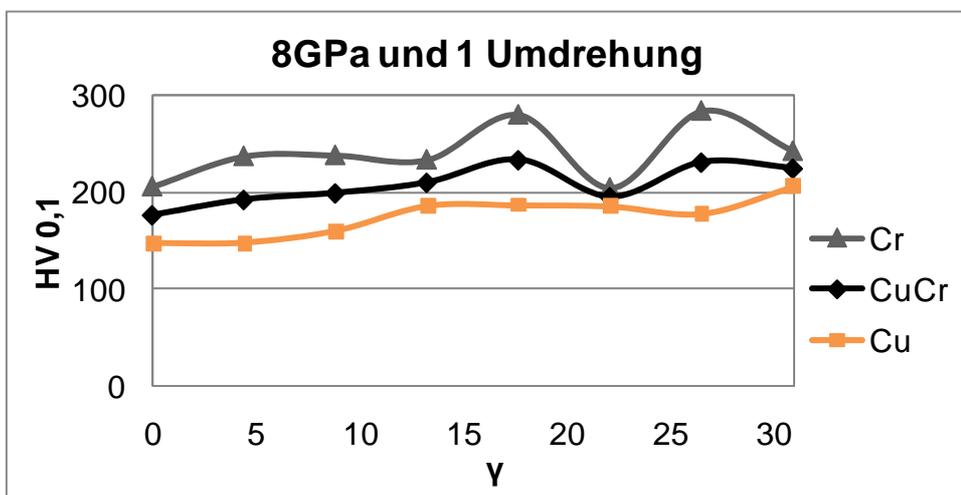


Diagramm 35: Mikrohärte HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 8 GPa und 1 Umdrehung für Cu-Cr

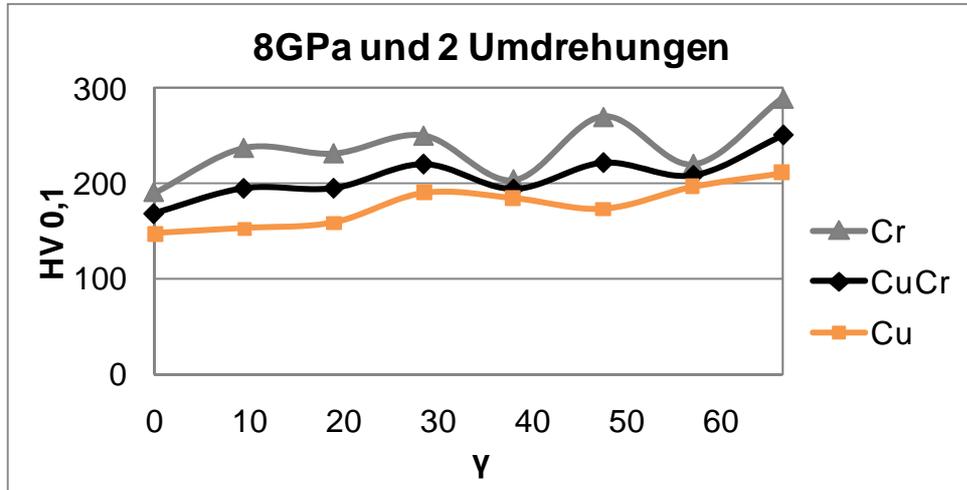


Diagramm 38: Mikrohärte HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 8 GPa und 2 Umdrehungen für Cu-Cr

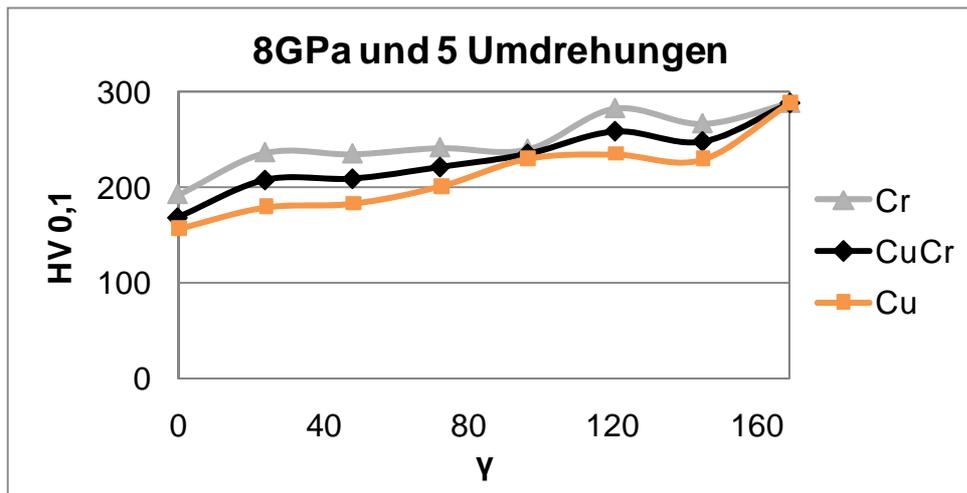


Diagramm 39: Mikrohärte HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 8 GPa und 5 Umdrehungen für Cu-Cr

TEIL B.4 SEM Aufnahmen Cu

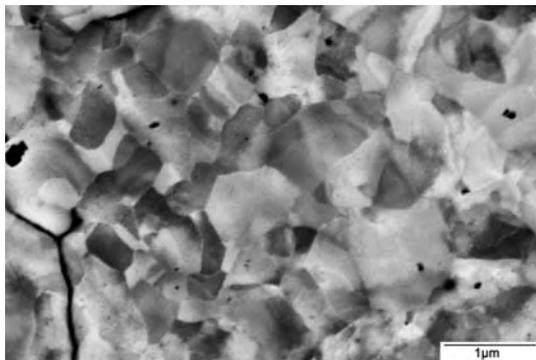


Abb. 131: Cu-Phase 2GPa, 0,25U; Mitte

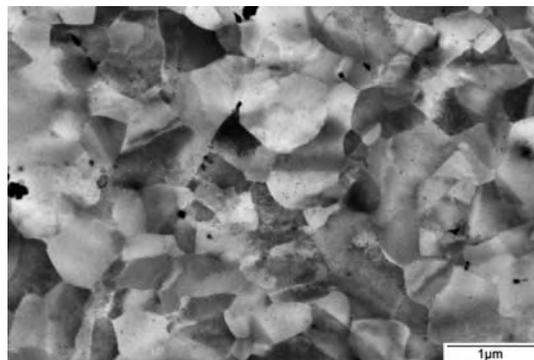


Abb. 132: Cu-Phase 2GPa, 0,25U; Rand

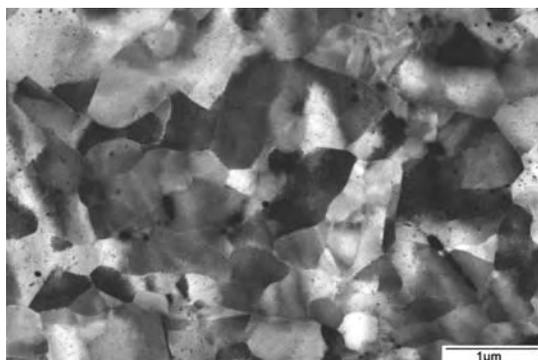


Abb. 133: Cu-Phase 2GPa, 1U; Mitte

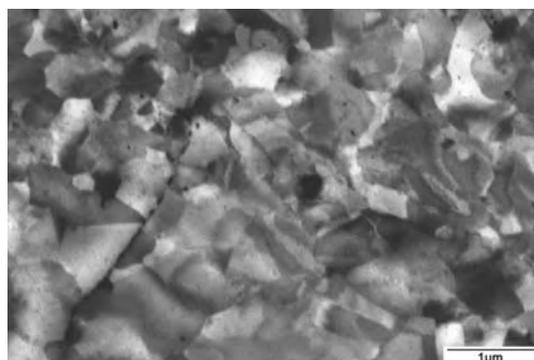


Abb. 134: Cu-Phase 2GPa, 1U; Rand

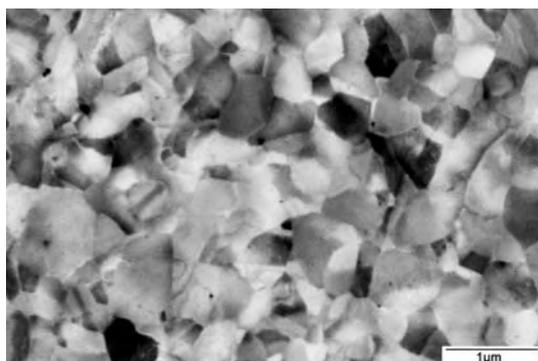


Abb. 135: Cu-Phase 2GPa, 2U; Rand

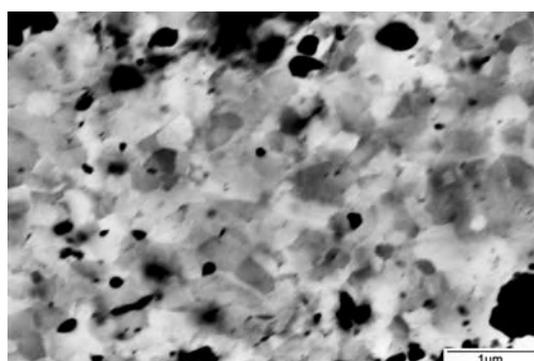


Abb. 136: Cu-Phase 2GPa, 5U; Rand

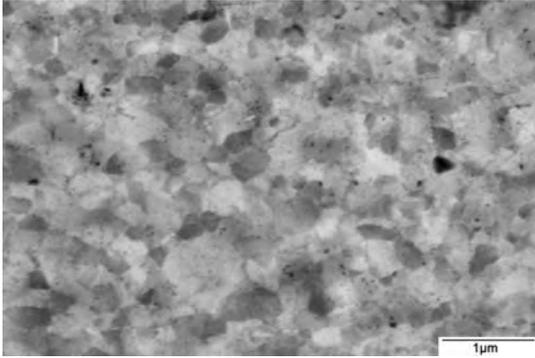


Abb. 137: Cu-Phase 4GPa, 5U; Rand

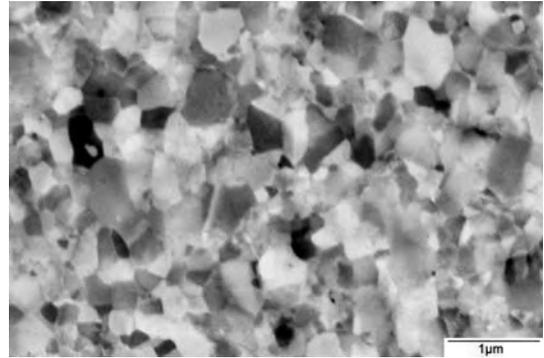


Abb. 138: Cu-Phase 6GPa, 5U; Rand

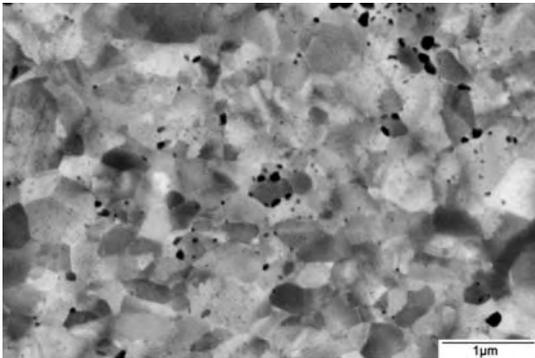


Abb. 139: Cu-Phase 8GPa, 0,25U; Rand

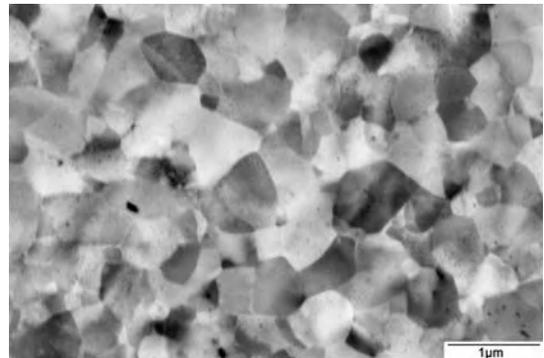


Abb. 140: Cu-Phase 8GPa, 1U; Rand

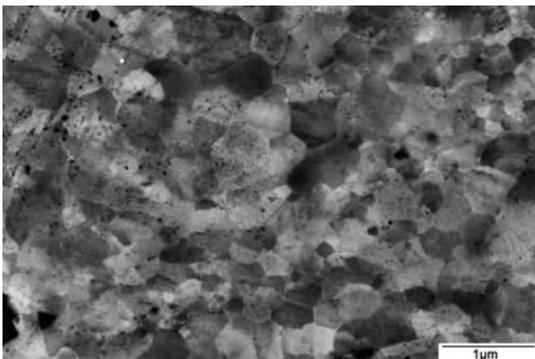


Abb. 141: Cu-Phase 8GPa, 2U; Rand

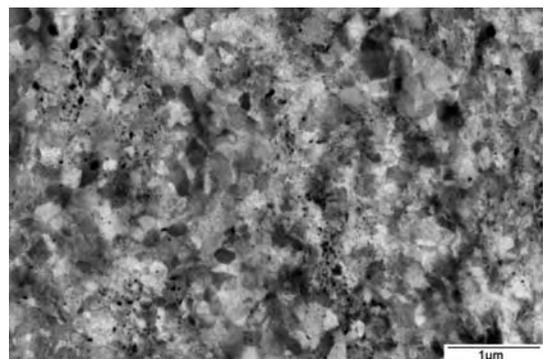


Abb. 142: Cu-Phase 8GPa, 5U; Rand

TEIL B.5 SEM Aufnahmen Cr

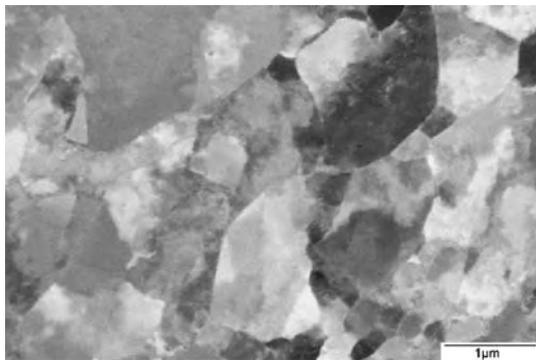


Abb. 143: Cr-Phase 2GPa, 0,25U; Mitte

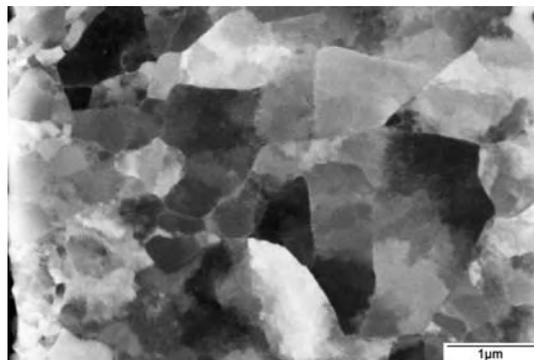


Abb. 144: Cr-Phase 2GPa, 0,25U; Rand

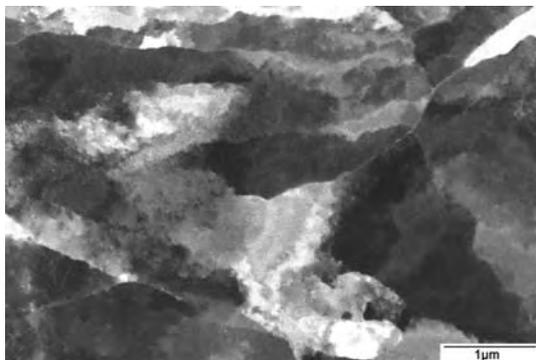


Abb. 145: Cr-Phase 2GPa, 1U; Mitte

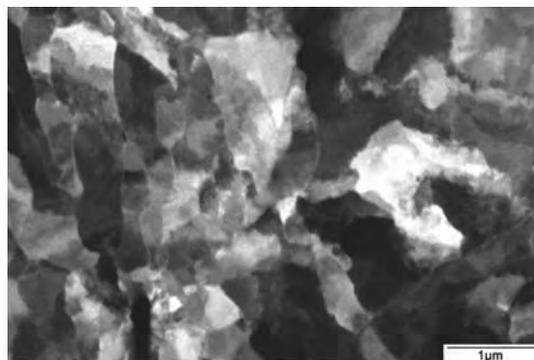


Abb. 146: Cr-Phase 2GPa, 1U; Rand

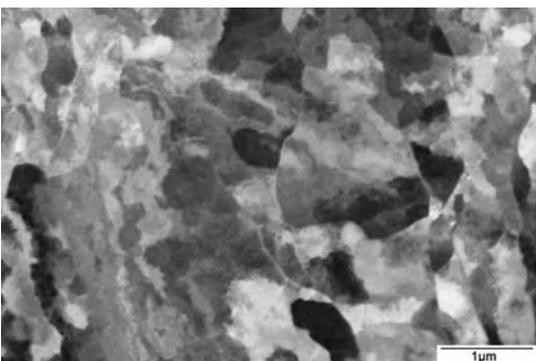


Abb. 147: Cr-Phase 2GPa, 2U; Rand



Abb. 148: Cr-Phase 2GPa, 5U; Rand

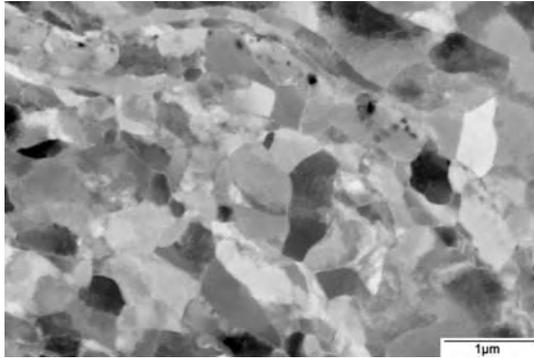


Abb. 149: Cr-Phase 4GPa, 5U; Rand

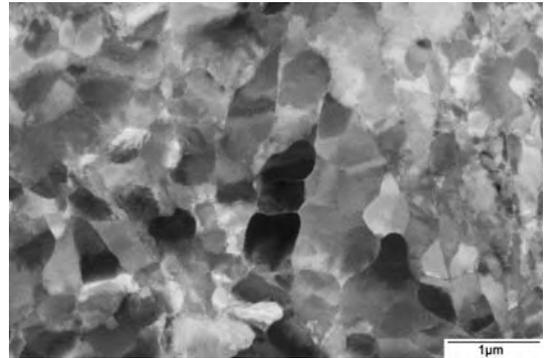


Abb. 150: Cr-Phase 6GPa, 5U; Rand

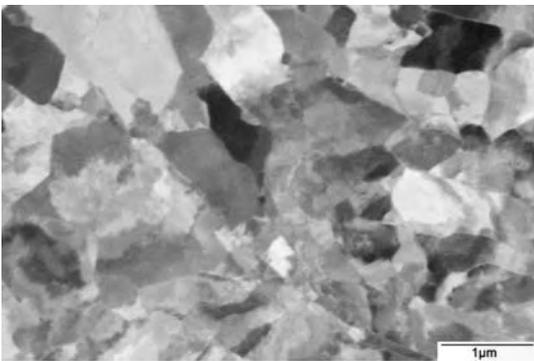


Abb. 151: Cr-Phase 8GPa, 0,25U; Rand

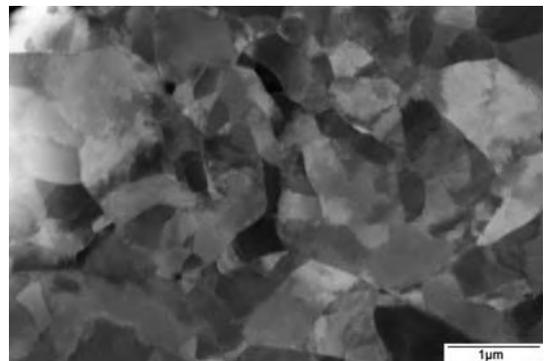


Abb. 152: Cr-Phase 8GPa, 1U; Rand

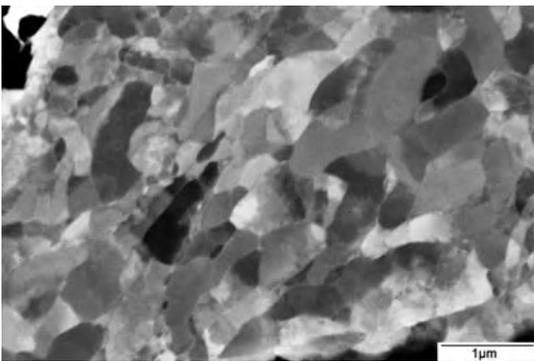


Abb. 153: Cr-Phase 8GPa, 2U; Rand

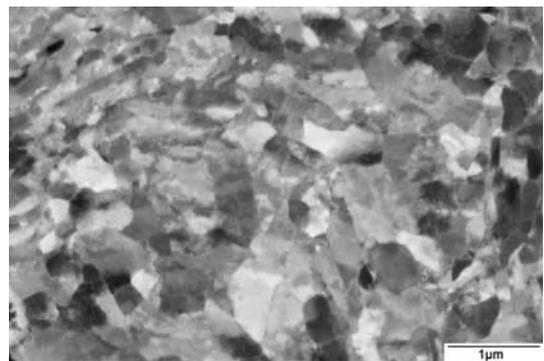


Abb. 154: Cr-Phase 8GPa, 5U; Rand

ANHANG C W-Cu

TEIL C.1 Drehmomentkurven

TEIL C.2 Lichtmikroskopaufnahmen

TEIL C.3 Mikrohärte Kurven

TEIL C.1 Drehmomentkurven

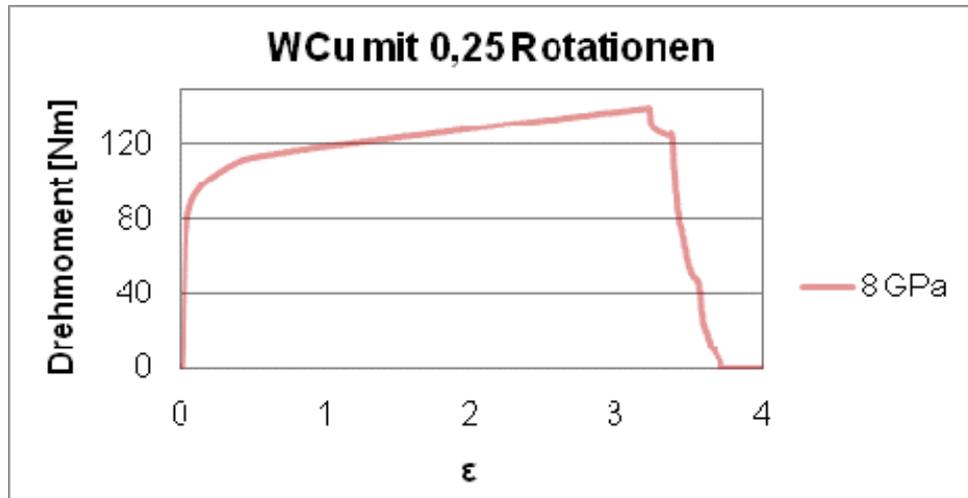


Diagramm 41: Drehmoment während der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 8 GPa und 0,25 Rotationen für W-Cu

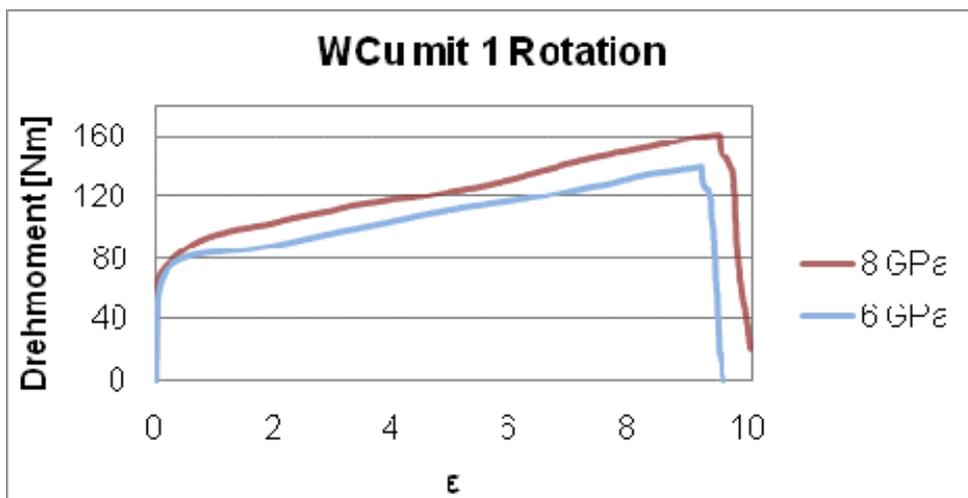


Diagramm 40: Drehmoment während der HPT-Verformung bei diversen hydrostatischen Druck und 1 Rotation für W-Cu

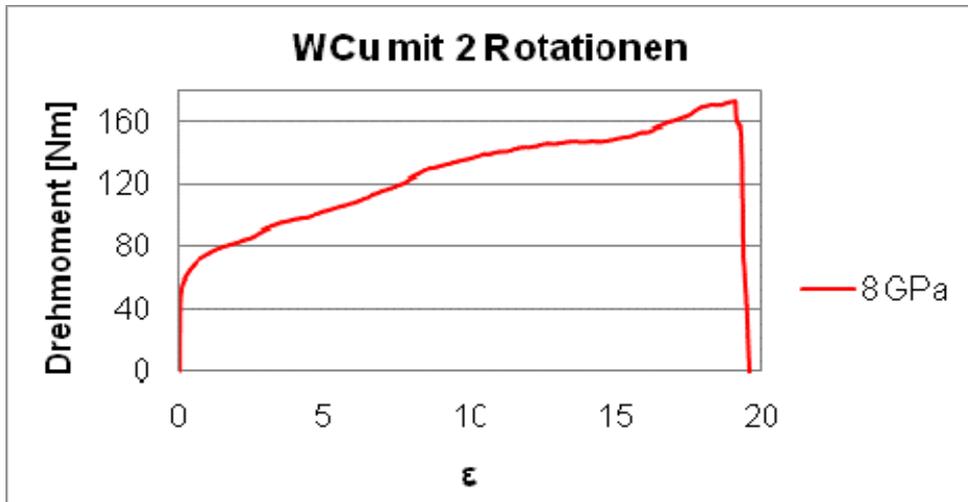


Diagramm 43: Drehmoment während der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 8 GPa und 2 Rotationen für W-Cu

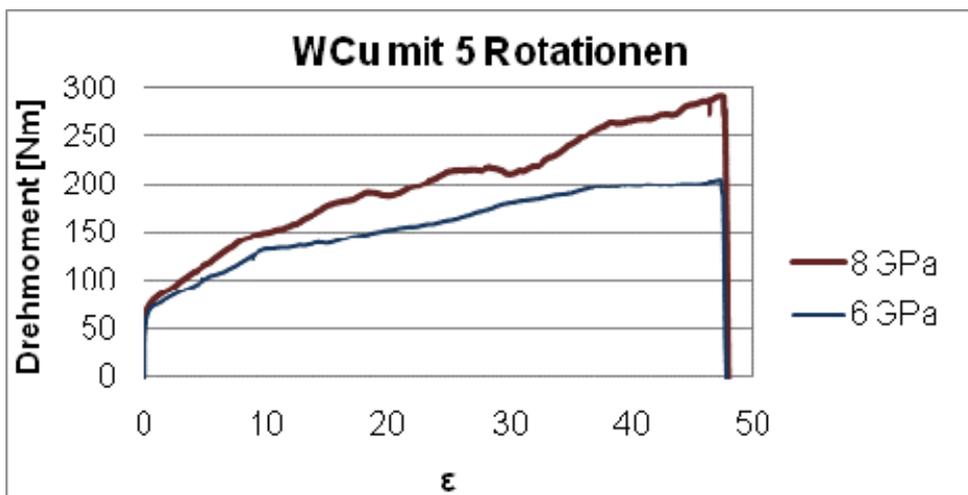


Diagramm 42: Drehmoment während der HPT-Verformung bei diversen hydrostatischen Druck und 2 Rotationen für W-Cu

TEIL C.2 Lichtmikroskopaufnahmen

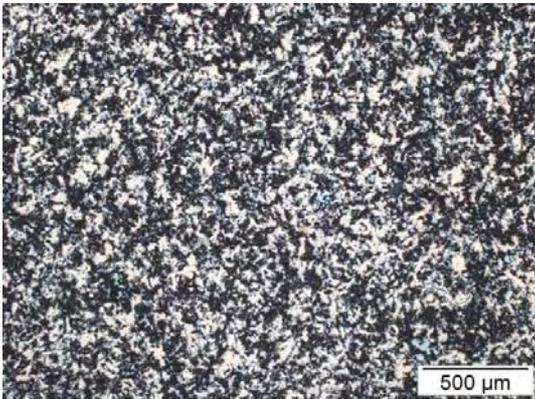


Abb. 155: W-Cu,o.HPT; 50x

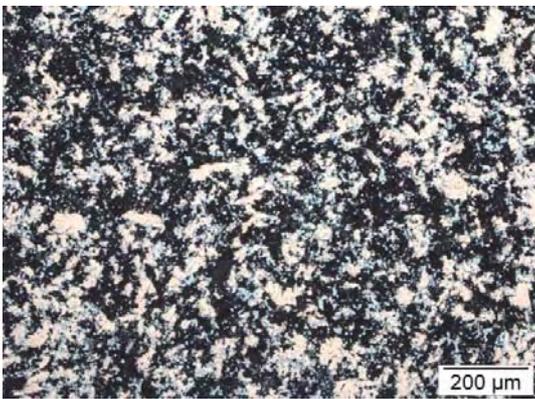


Abb. 156: W-Cu,o.HPT; 100x

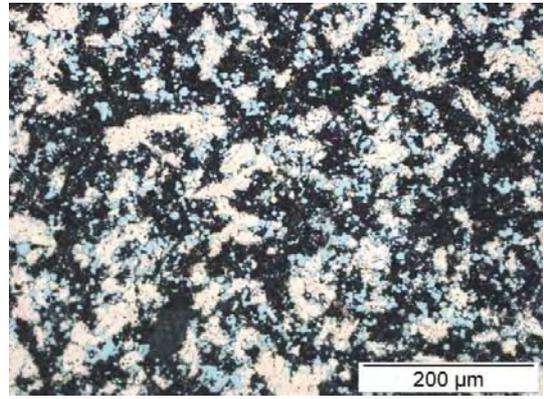


Abb. 157: W-Cu,o.HPT; 200x

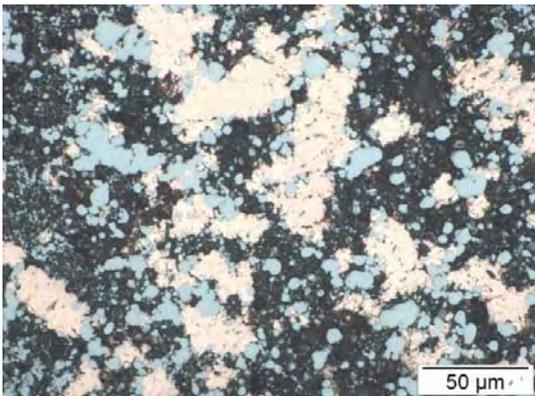


Abb. 158: W-Cu,o.HPT; 500x

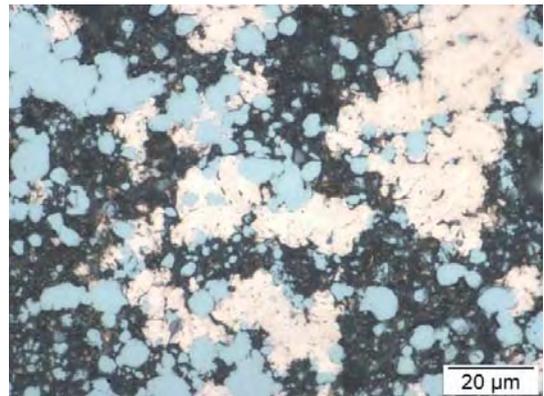


Abb. 159: W-Cu,o.HPT; 1000x

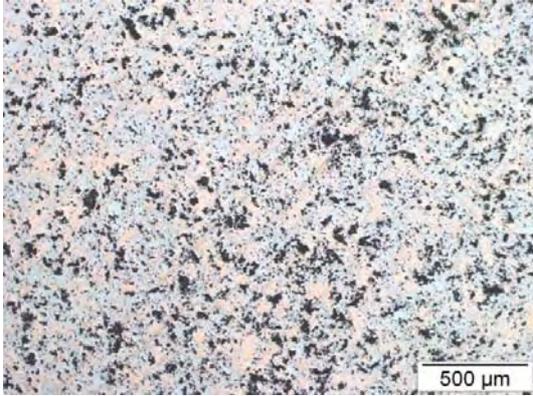


Abb. 160: W-Cu 6GPa, 1U; Mitte 50x

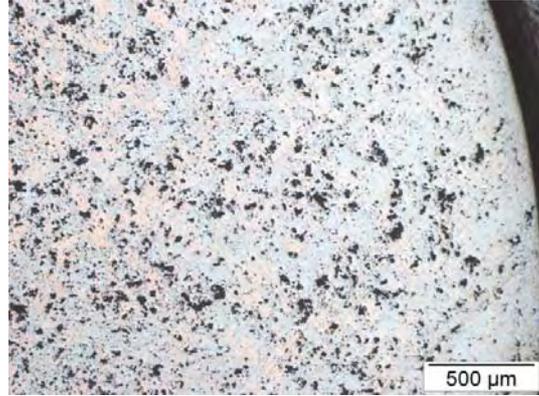


Abb. 161: W-Cu 6GPa, 1U; Rand 50x

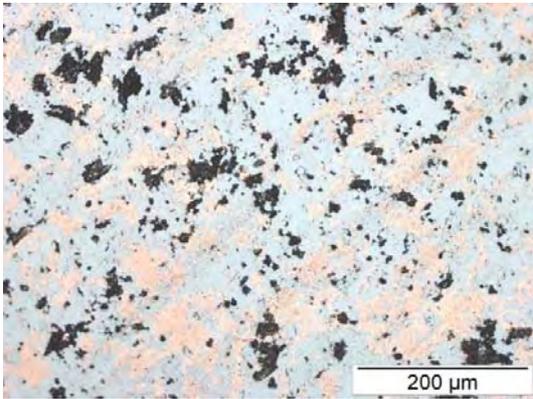


Abb. 162: W-Cu 6GPa, 1U; Mitte 200x

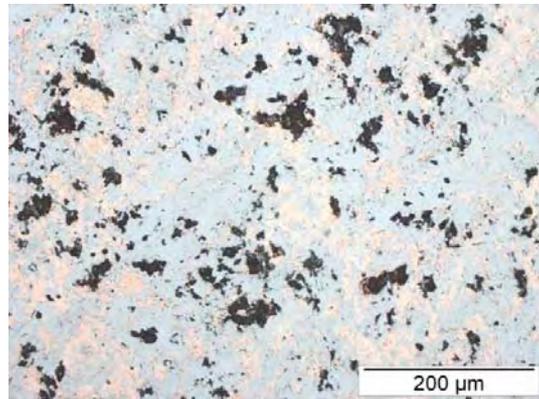


Abb. 163: W-Cu 6GPa, 1U; Rand 200x

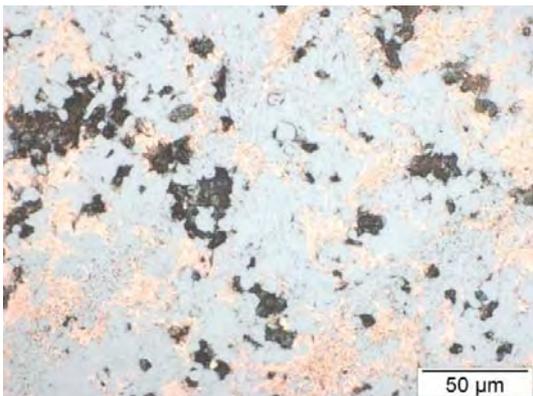


Abb. 164: W-Cu 6GPa, 1U; Mitte 500x

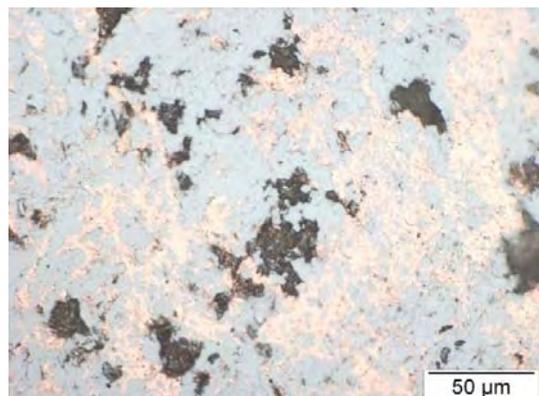


Abb. 165: W-Cu 6GPa, 1U; Rand 500x

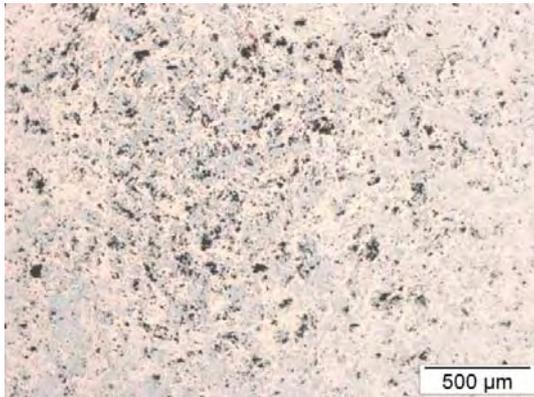


Abb. 166: W-Cu 6GPa, 5U; Mitte 50x

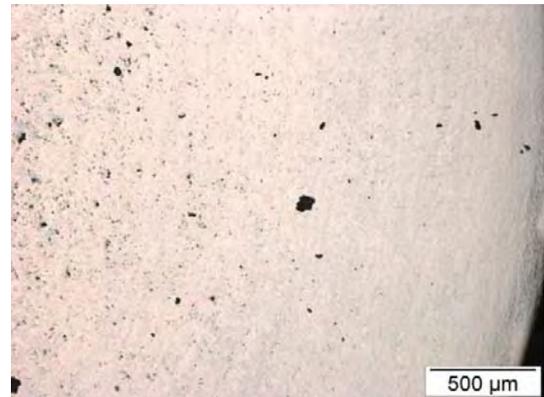


Abb. 167: W-Cu 6GPa, 5U; Rand 50x

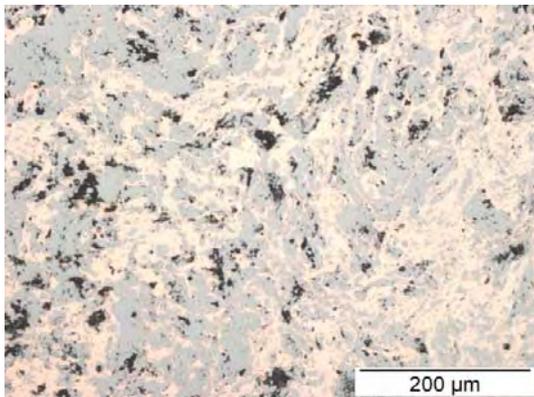


Abb. 168: W-Cu 6GPa, 5U; Mitte 200x

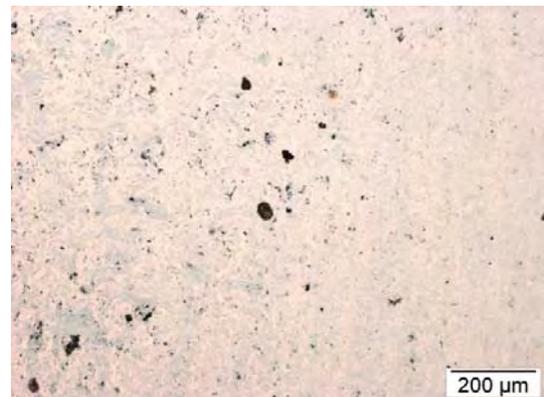


Abb. 169: W-Cu 6GPa, 5U; Rand 200x

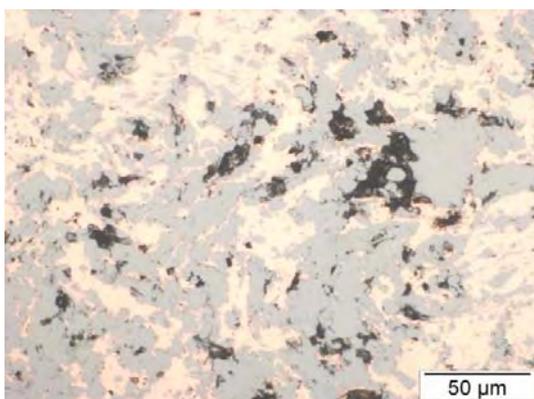


Abb. 170: W-Cu 6GPa, 5U; Mitte 500x

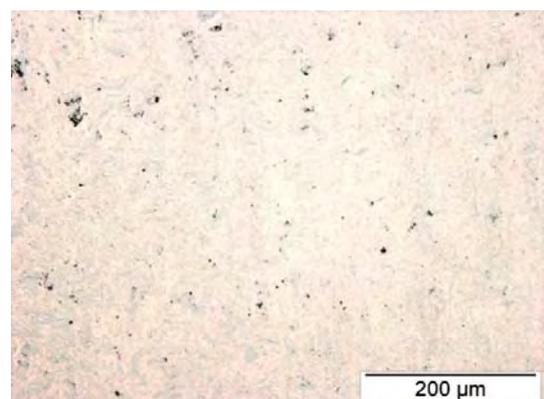


Abb. 171: W-Cu 6GPa, 5U; Rand 500x

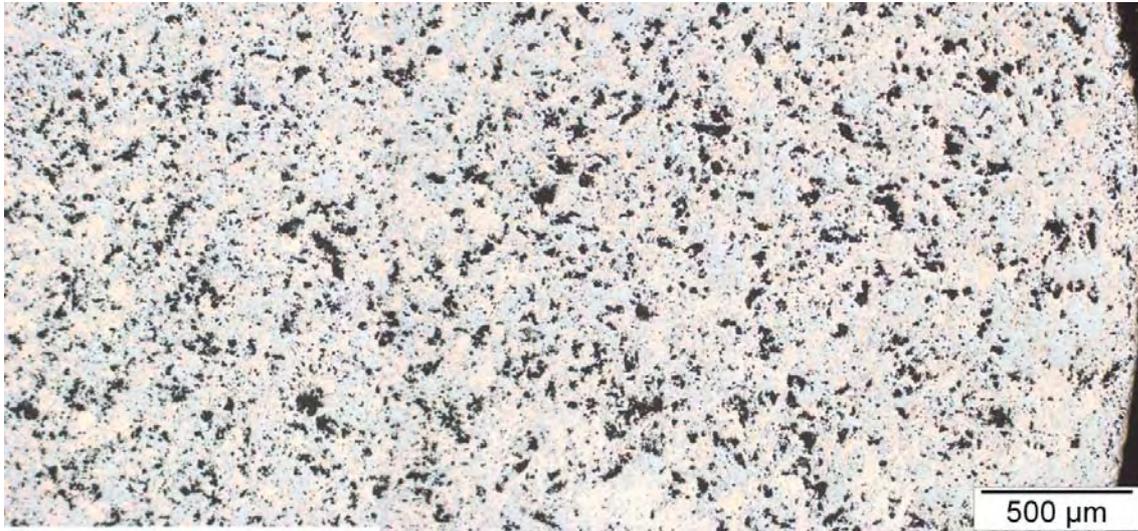


Abb. 172: W-Cu 8GPa, 0,25U; 50x

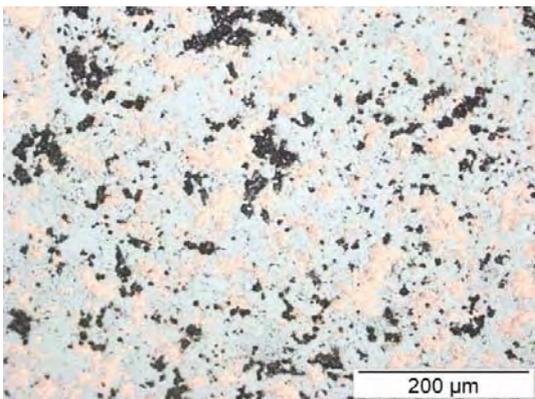


Abb. 173: W-Cu 8GPa, 0,25U; Mitte 200x

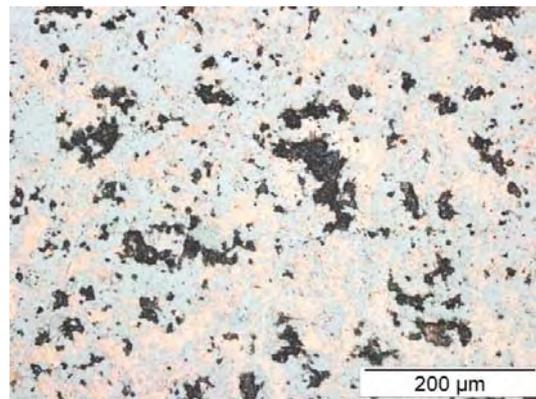


Abb. 174: W-Cu 8GPa, 0,25U; Rand 200x

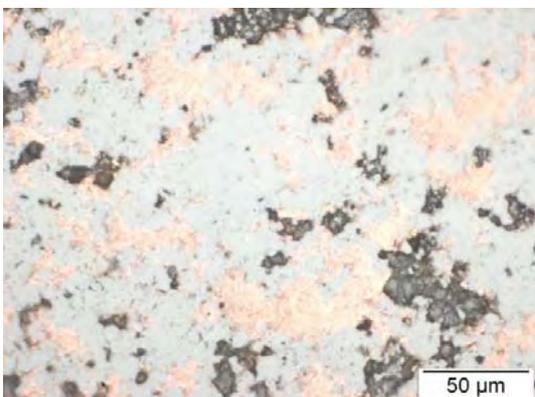


Abb. 175: W-Cu 8GPa, 0,25U; Mitte 500x

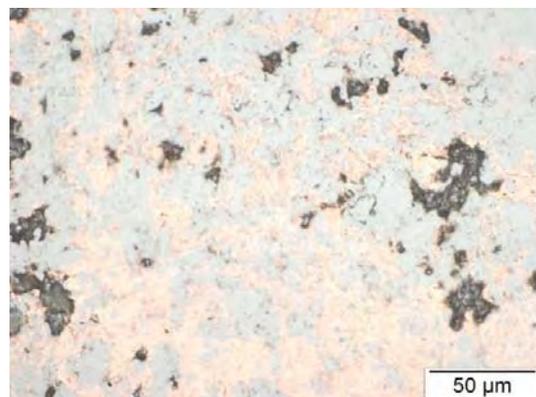


Abb. 176: W-Cu 8GPa, 0,25U; Rand 500x

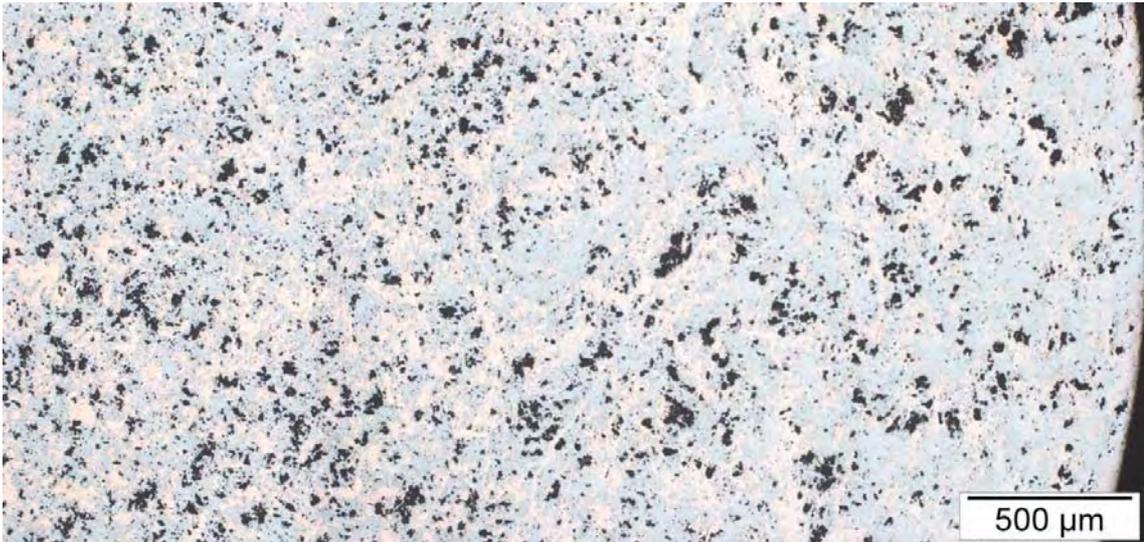


Abb. 177: W-Cu 8GPa, 1U; 50x

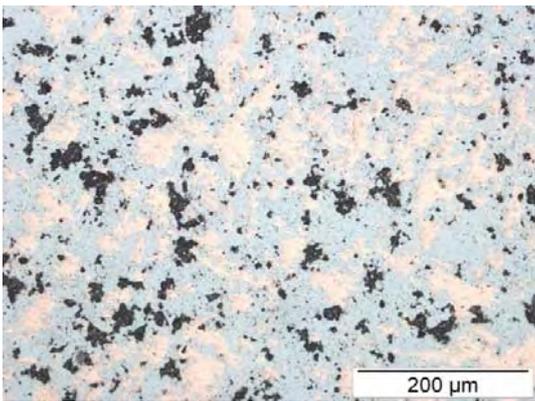


Abb. 178: W-Cu 8GPa, 1U; Mitte 200x

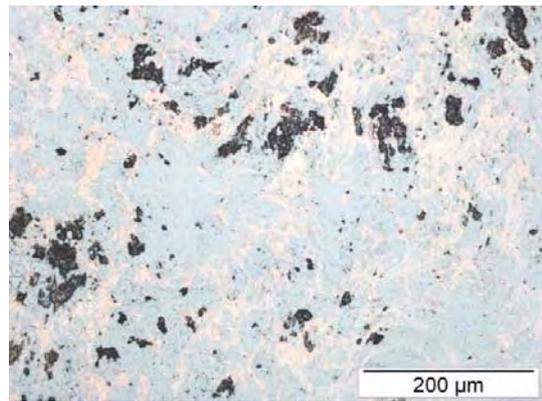


Abb. 179: W-Cu 8GPa, 1U; Rand 200x

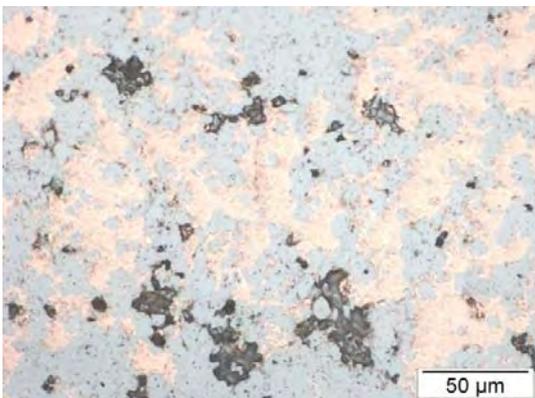


Abb. 180: W-Cu 8GPa, 1U; Mitte 500x

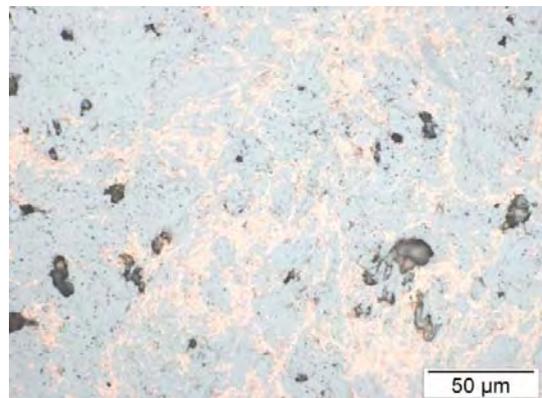


Abb. 181: W-Cu 8GPa, 1U; Rand 500x

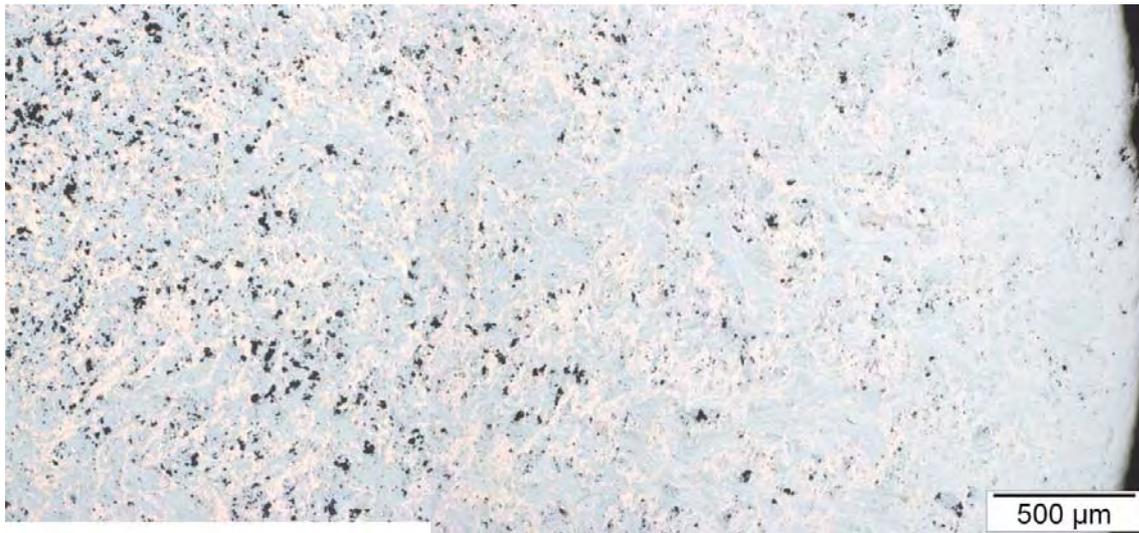


Abb. 182: W-Cu 8GPa, 2U; 50x

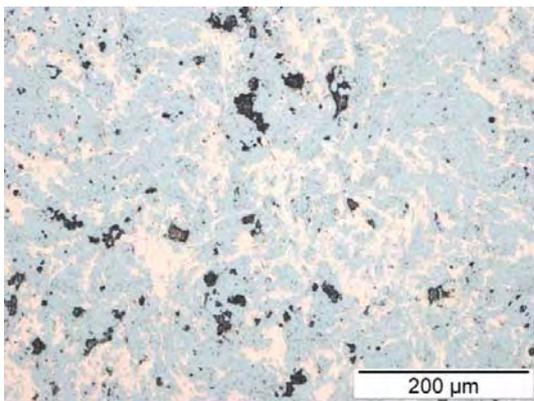


Abb. 183: W-Cu 8GPa, 2U; Mitte 200x

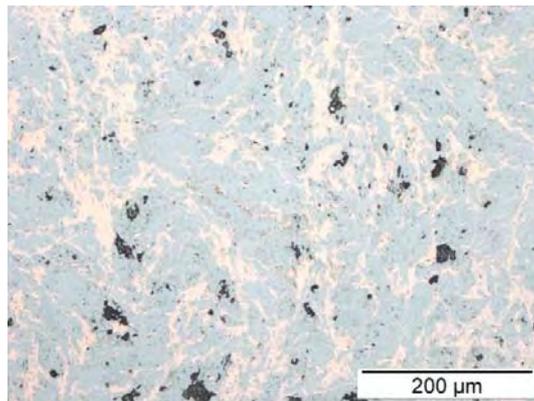


Abb. 184: W-Cu 8GPa, 2U; Rand 200x

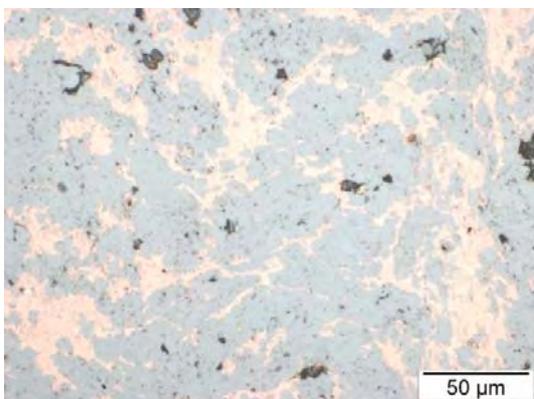


Abb. 185: W-Cu 8GPa, 2U; Mitte 500x

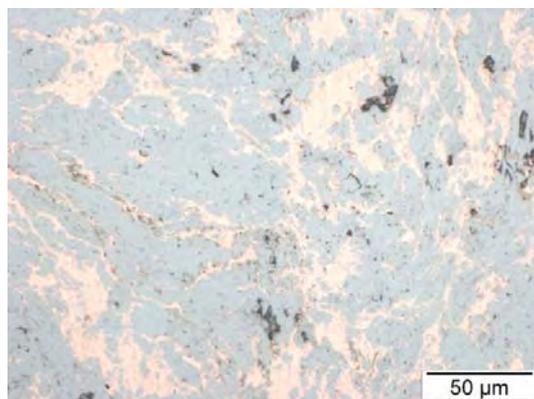


Abb. 186: W-Cu 8GPa, 2U; Rand 500x



Abb. 187: W-Cu 8GPa, 5U; 50x

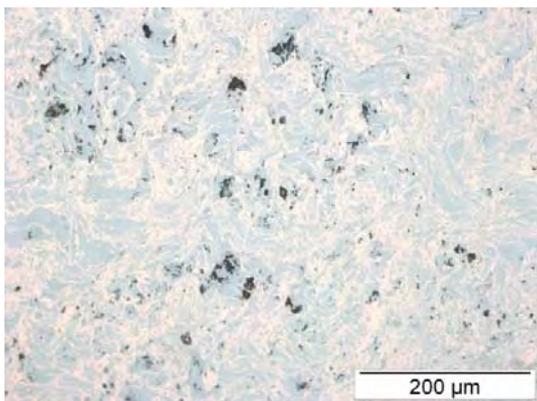


Abb. 188: W-Cu 8GPa, 5U; Mitte 200x

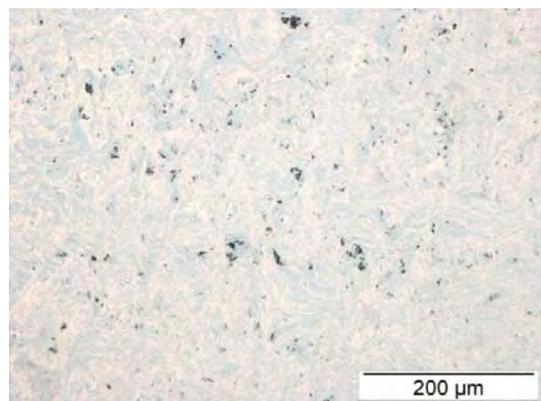


Abb. 189: W-Cu 8GPa, 5U; Rand 200x

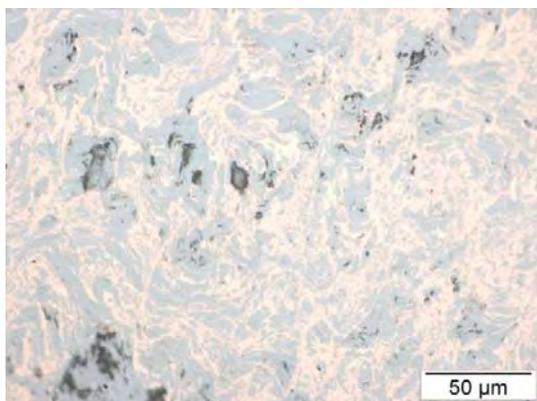


Abb. 190: W-Cu 8GPa, 5U; Mitte 500x

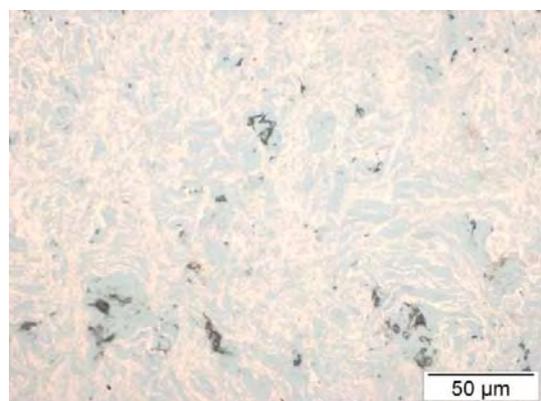


Abb. 191: W-Cu 8GPa, 5U; Rand 500x

TEIL C.3 Mikrohärtete Kurven

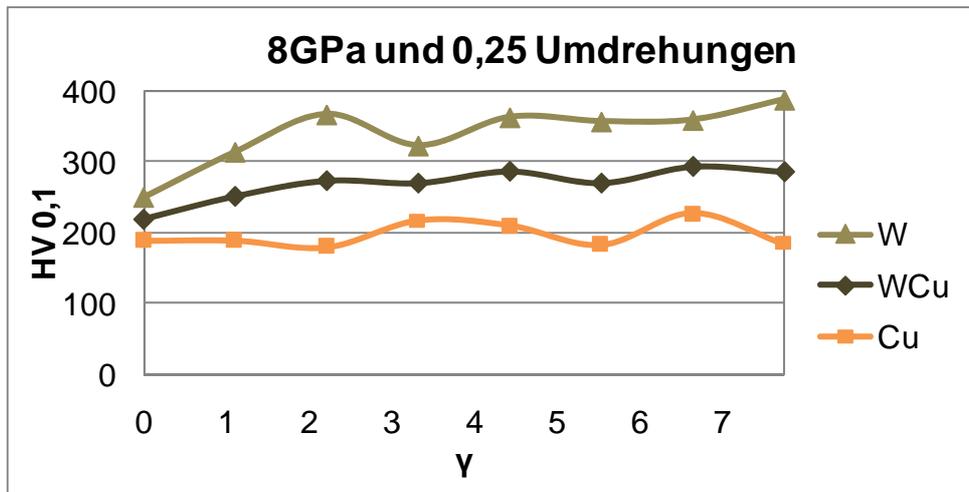


Diagramm 44: Mikrohärtete HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 8 GPa und 0,25 Umdrehungen für W-Cu

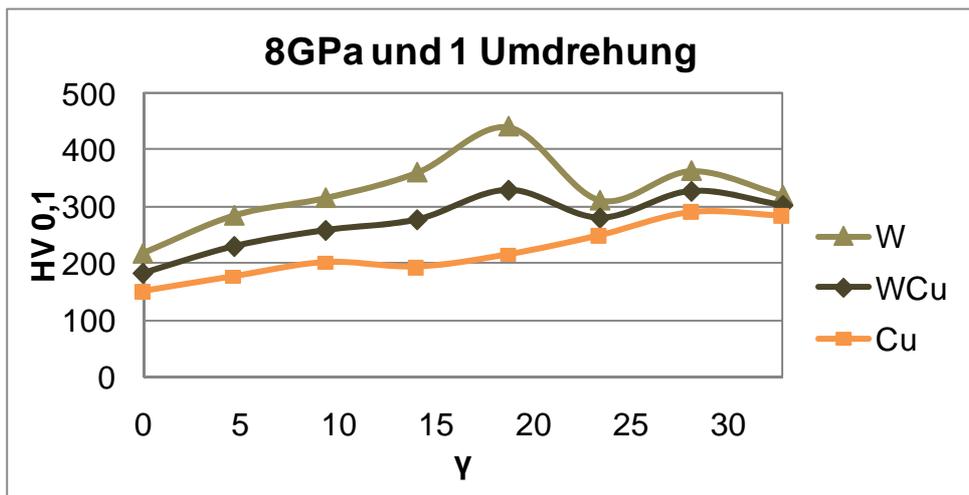


Diagramm 45: Mikrohärtete HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 8 GPa und 1 Umdrehung für W-Cu

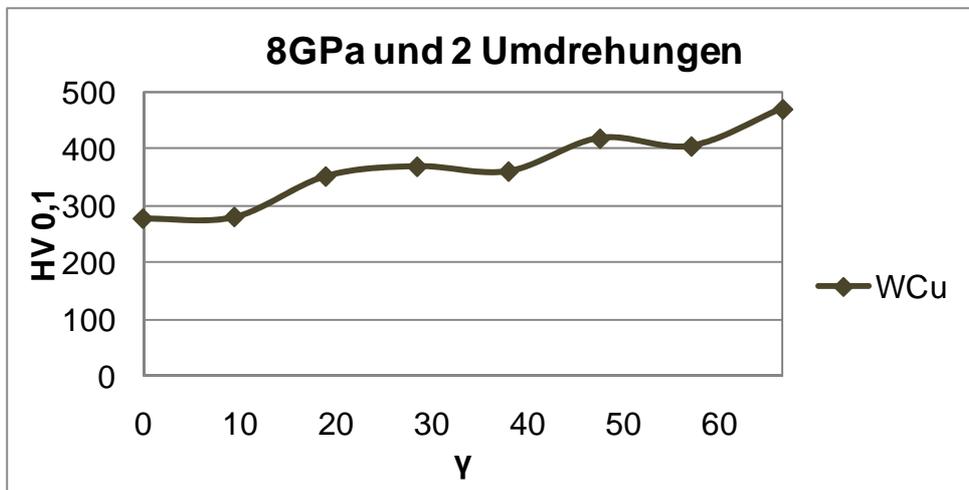


Diagramm 46: Mikrohärtete HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 8 GPa und 2 Umdrehungen für W-Cu

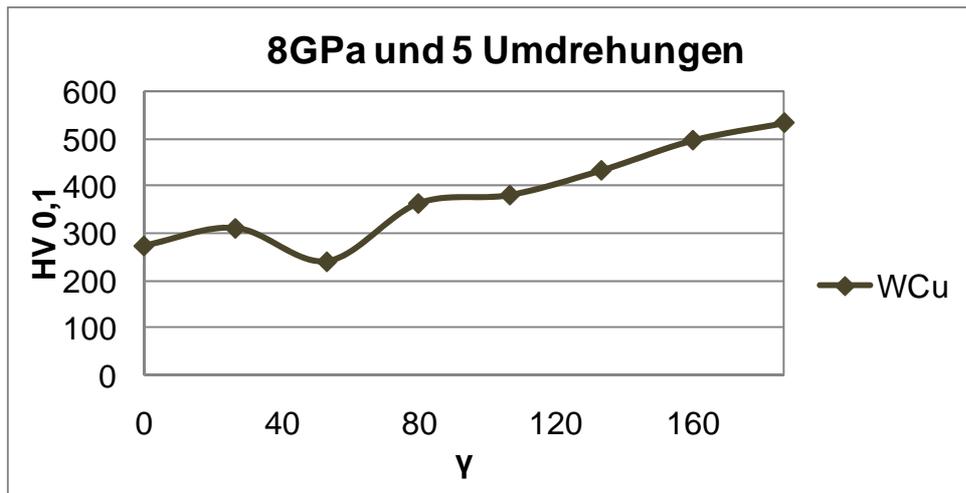


Diagramm 47: Mikrohärte HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 8 GPa und 5 Umdrehungen für W-Cu

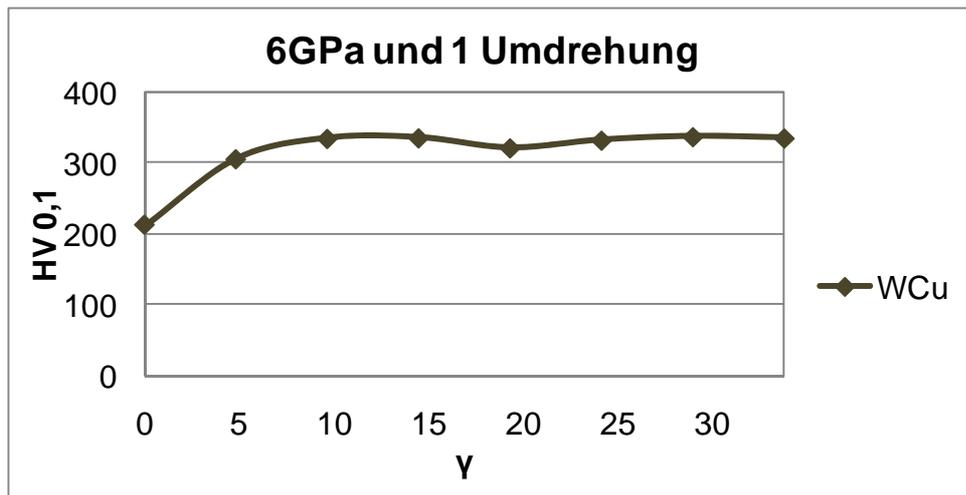


Diagramm 48: Mikrohärte HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 6 GPa und 1 Umdrehung für W-Cu

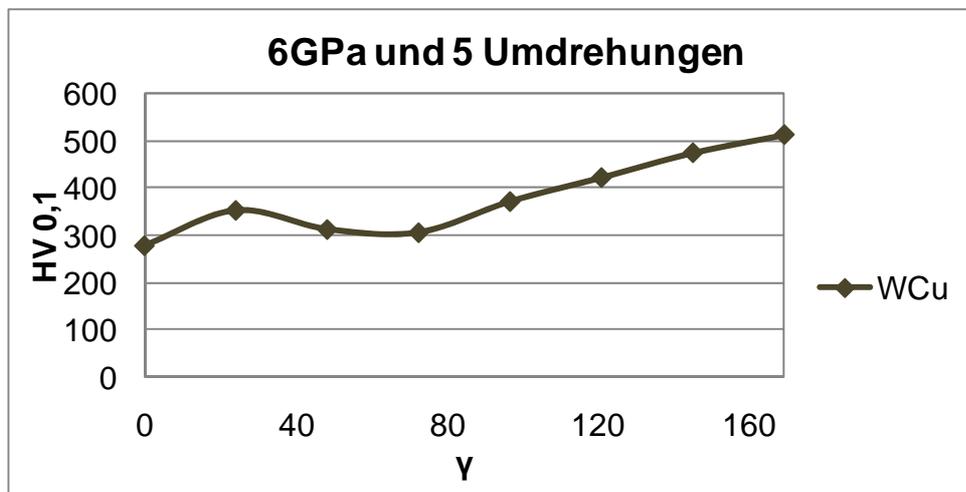


Diagramm 49: Mikrohärte HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 6 GPa und 5 Umdrehungen für W-Cu

ANHANG D W-Ni

TEIL D.1 Lichtmikroskopaufnahmen

TEIL D.2 Mikrohärte Kurven

TEIL D.1 Lichtmikroskopaufnahmen

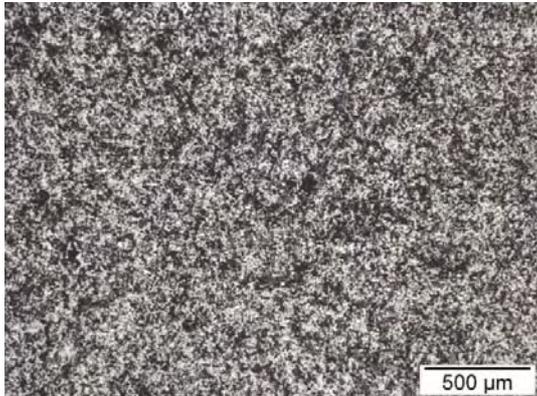


Abb. 192: W-Ni,o.HPT; 50x

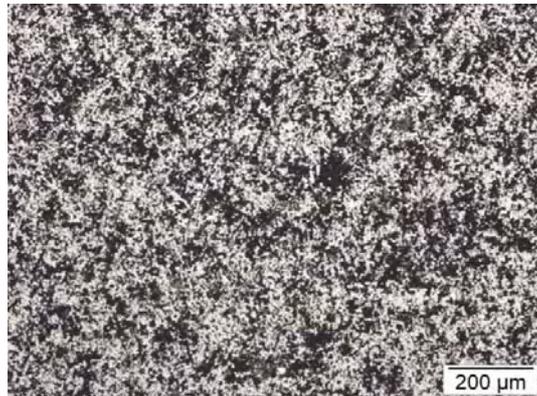


Abb. 193: W-Ni,o.HPT; 100x

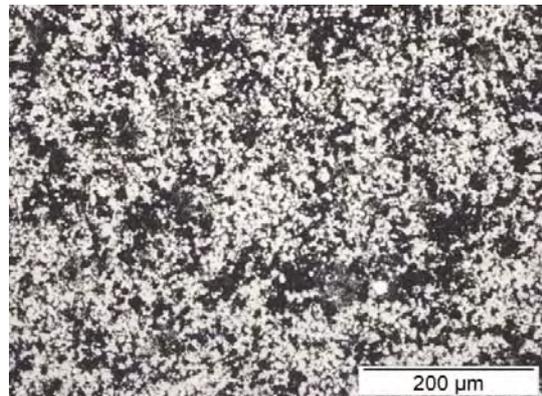


Abb. 194: W-Ni,o.HPT; 200x

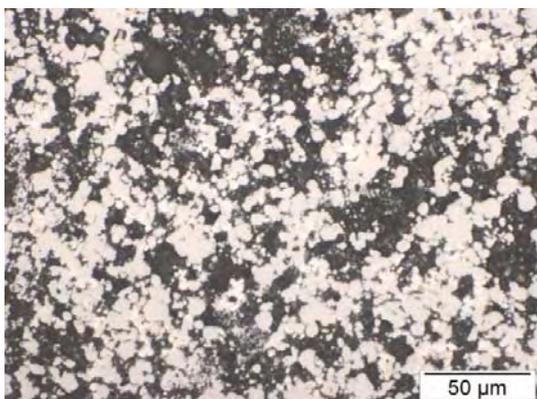


Abb. 195: W-Ni,o.HPT; 500x

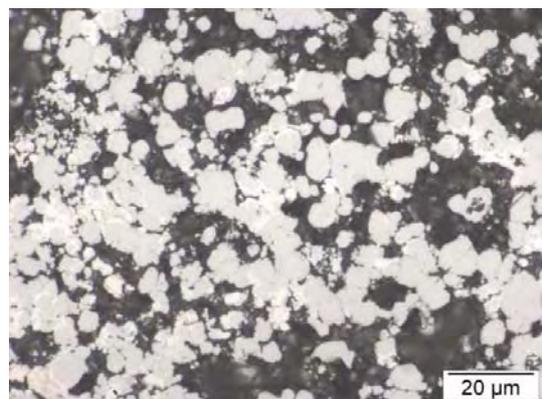


Abb. 196: W-Ni,o.HPT; 1000x

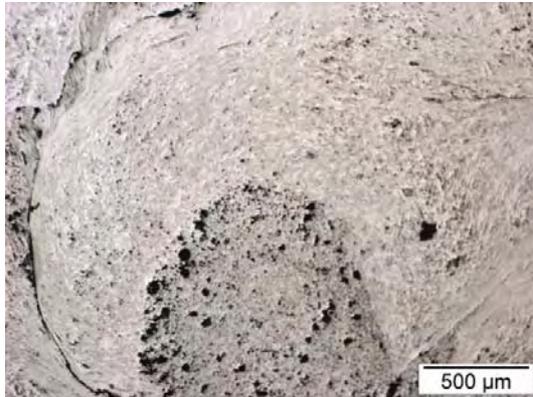


Abb. 197: W-Ni 6GPa, 5U; Mitte 50x

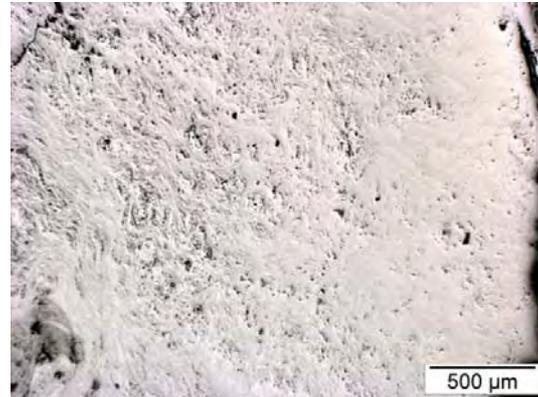


Abb. 198: W-Ni 6GPa, 5U; Rand 50x

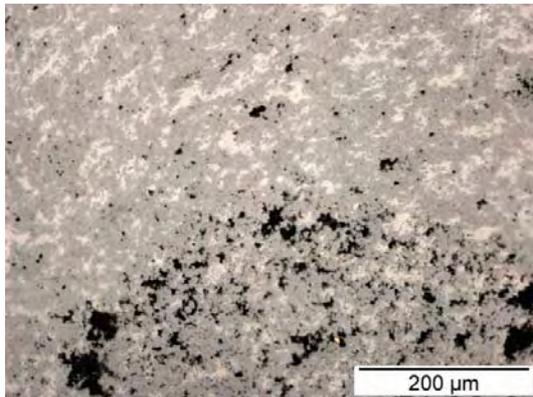


Abb. 199: W-Ni 6GPa, 5U; Mitte 200x

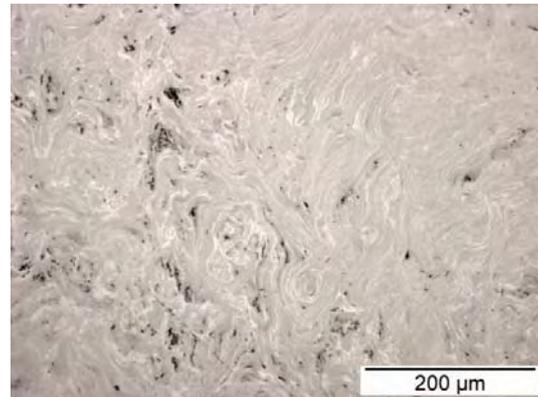


Abb. 200: W-Ni 6GPa, 5U; Rand 200x

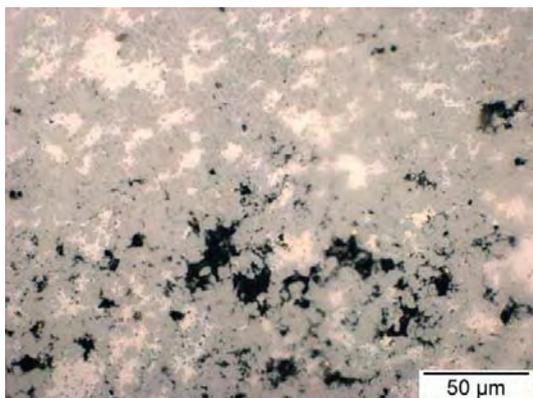


Abb. 201: W-Ni 6GPa, 5U; Mitte 500x

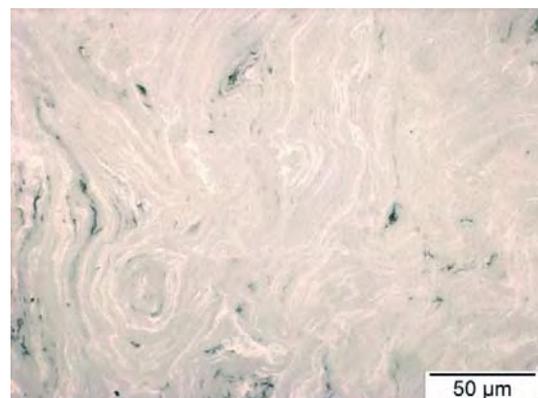


Abb. 202: W-Ni 6GPa, 5U; Rand 500x

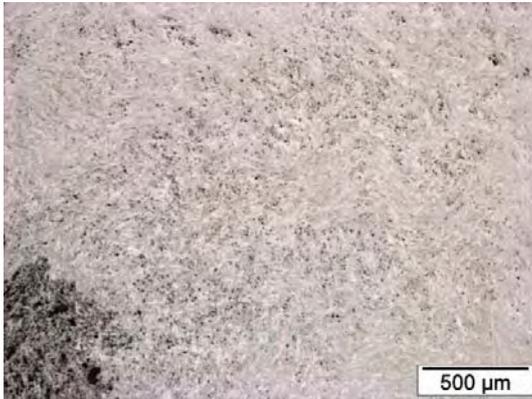


Abb. 203: W-Ni 6GPa, 1U, 500°C; Mitte 50x

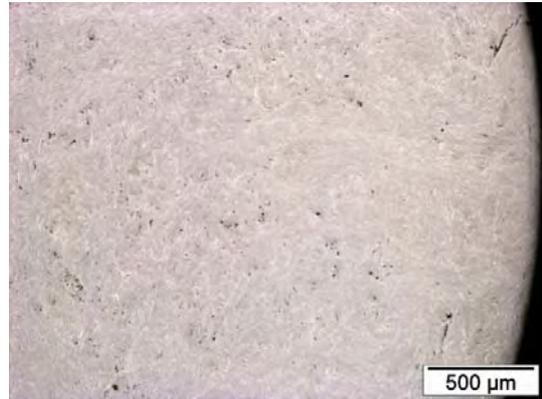


Abb. 204: W-Ni 6GPa, 1U, 500°C; Rand 50x

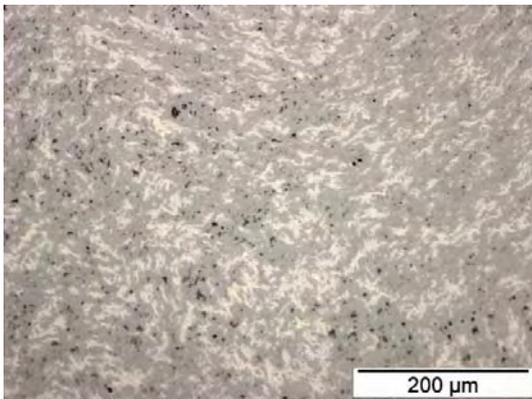


Abb. 205: W-Ni 6GPa, 1U, 500°C; Mitte 200x

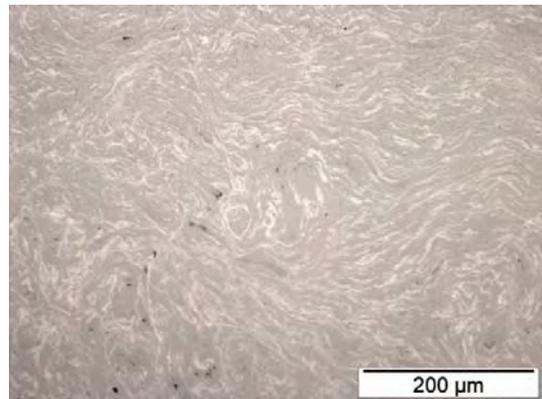


Abb. 206: W-Ni 6GPa, 1U, 500°C; Rand 200x

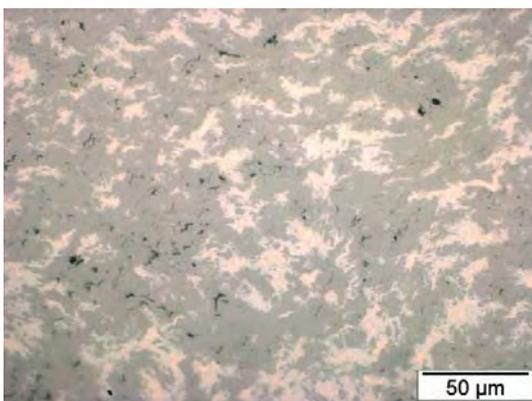


Abb. 207: W-Ni 6GPa, 1U, 500°C; Mitte 500x

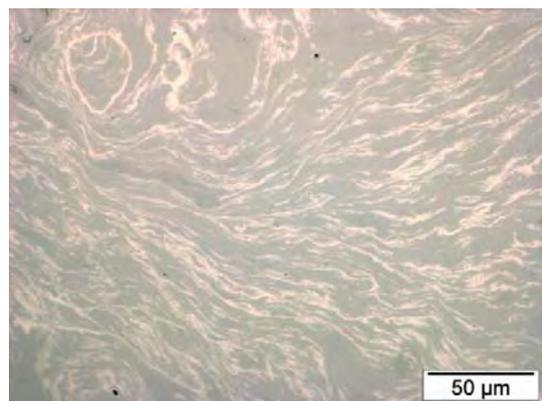


Abb. 208: W-Ni 6GPa, 1U, 500°C; Rand 500x

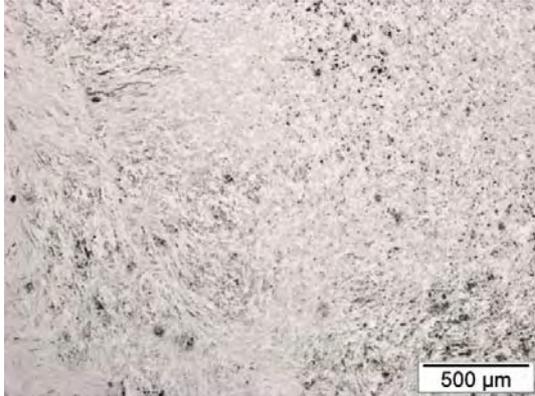


Abb. 209: W-Ni 8GPa, 5U; Mitte 50x

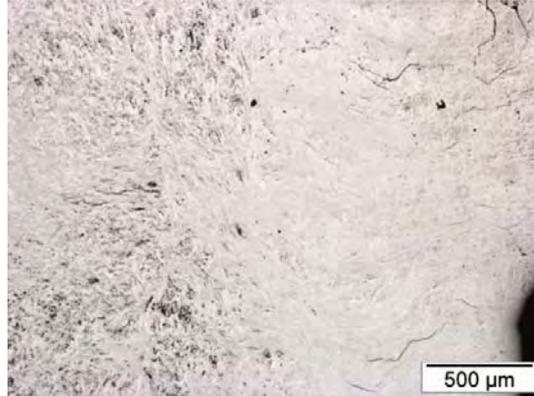


Abb. 210: W-Ni 8GPa, 5U; Rand 50x

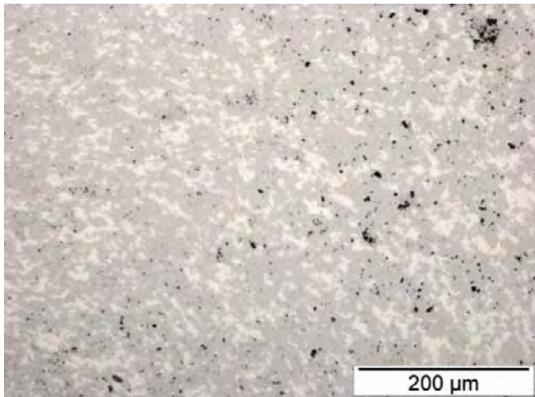


Abb. 211: W-Ni 8GPa, 5U; Mitte 200x

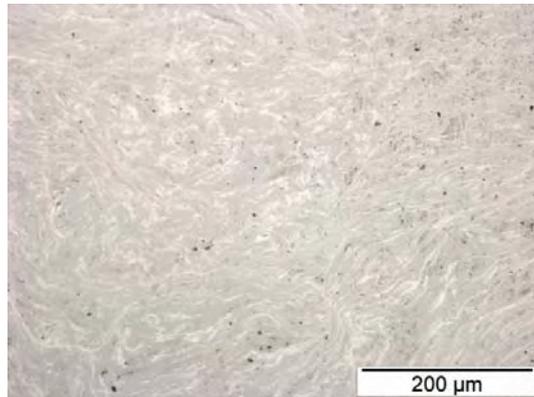


Abb. 212: W-Ni 8GPa, 5U; Rand 200x

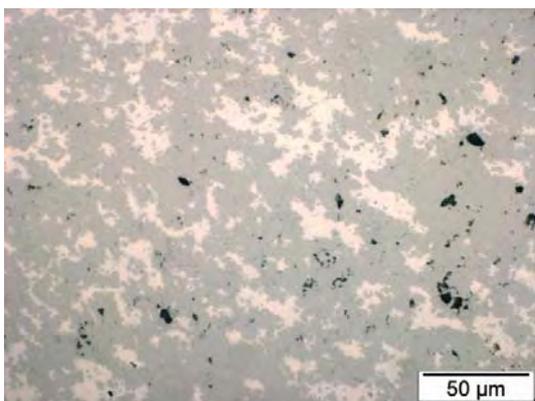


Abb. 213: W-Ni 8GPa, 5U; Mitte 500x

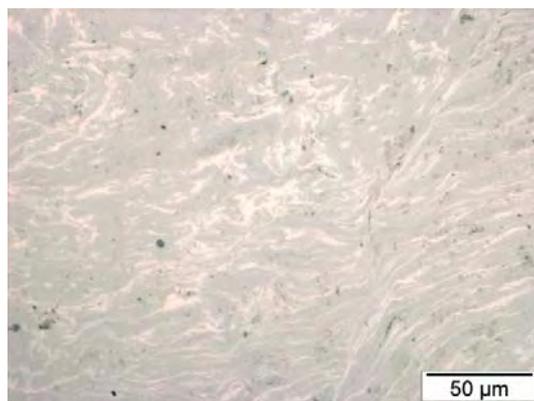


Abb. 214: W-Ni 8GPa, 5U; Rand 500x

TEIL D.2 Mikrohärté Kurven

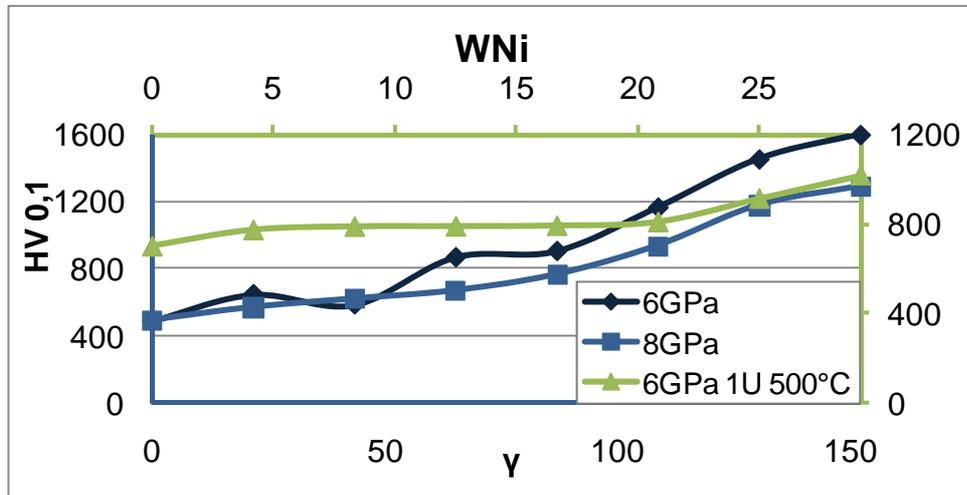


Diagramm 50: Mikrohärté HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei hydrostatischem Druck von 6 und 8 GPa bei 5 Umdrehungen sowie bei 6 GPa, 1 Umdrehung bei 500°C für W-Ni

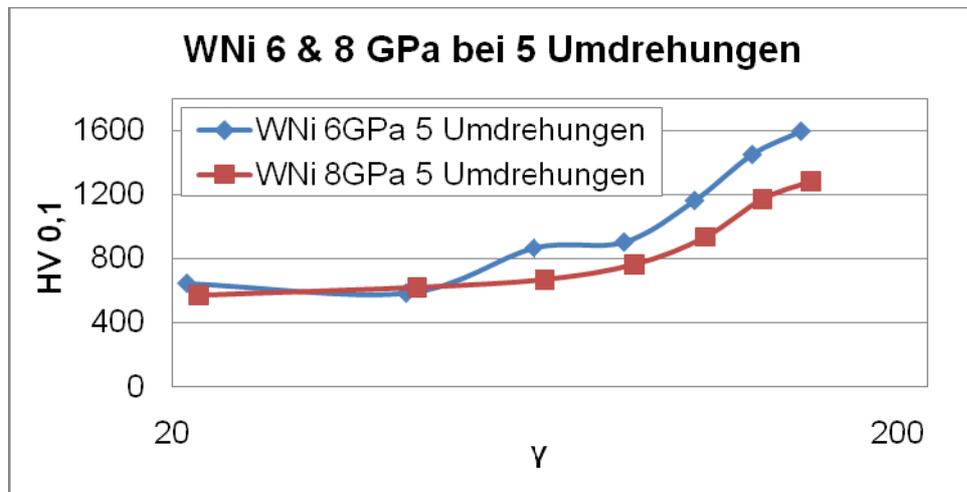


Diagramm 51: Mikrohärté HV 0,1 nach der HPT-Verformung bei einem hydrostatischen Druck von 8 und 6 GPa und 5 Umdrehungen für W-Ni gegen Scherdehnung γ (logarithmische Skala)