



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
WIEN
Vienna | Austria



Diplomarbeit

Untersuchung der Dispersoidbildung und des Einflusses der Haltetemperatur auf die Dispersoidverteilung während der Homogenisierungs-Wärmebehandlung einer AA6082 Al-Legierung

ausgeführt zum Zwecke der Erlangung des akademischen Grades eines Diplom-Ingenieurs
(Dipl.-Ing. oder DI), eingereicht an der TU Wien, Fakultät für Maschinenwesen und
Betriebswissenschaften, von

Eugen SCHÖFBÄNKER

Mat.Nr.: 01225803

unter der Leitung von

Ass.Prof. Dr.sc.ETH Erwin Povoden-Karadeniz

Institut für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnologie

E308

Wien, Juli 2020

Ich nehme zur Kenntnis, dass ich zur Drucklegung dieser Arbeit nur mit Bewilligung der
Prüfungskommission berechtigt bin.

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass die vorliegende Arbeit nach den anerkannten Grundsätzen für wissenschaftliche Abhandlungen von mir selbstständig erstellt wurde. Alle verwendeten Hilfsmittel, insbesondere die zugrunde gelegte Literatur, sind in dieser Arbeit genannt und aufgelistet. Die aus den Quellen wörtlich entnommenen Stellen, sind als solche kenntlich gemacht.

Das Thema dieser Arbeit wurde von mir bisher weder im In- noch Ausland einer Beurteilerin/einem Beurteiler zur Begutachtung in irgendeiner Form als Prüfungsarbeit vorgelegt. Diese Arbeit stimmt mit der von den Begutachterinnen/Begutachtern beurteilten Arbeit überein.

Stadt und Datum

Unterschrift

Kurzfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Dispersoidbildung einer Al-Mg-Si-Fe-Mn-Cr-Legierung (6082) bei der Homogenisierung untersucht. Im Zuge zweier Versuchsreihen wurden Proben im Dilatometer wärmebehandelt. Zum einen konnte so eine Homogenisierung bei 530°C sowie 570°C realisiert werden, um festzustellen, ob die Homogenisierungshaltetemperatur einen signifikanten Einfluss auf die Dispersoidverteilung hat. Zum anderen wurden fünf Proben auf Temperaturen zwischen 300°C und 450°C erhitzt und unmittelbar abgeschreckt, um das Gefüge während der Aufheizphase betrachten und das Anfangsstadium der Dispersoidbildung beleuchten zu können. Auf diese Weise sollte untersucht werden, bei welcher Temperatur erstmals Dispersoide im Gefüge auftreten. Während für die qualitative Analyse TEM-Aufnahmen (transmission electron microscopy) angefertigt wurden, wurden zur quantitativen Bewertung der Dispersoidgrößenverteilung bei unterschiedlichen Bedingungen sowohl SEM- (scanning electron microscopy), als auch TEM-Aufnahmen verwendet. Zum Zweck der Auswertung dieser Bilder wurde eine softwarebasierte quantitative Auswertemethodik entwickelt.

Anhand von TEM-Aufnahmen konnte die Keimbildung der α -Al(CrFeMn)Si-Dispersoide an MgSi-Ausscheidungen nachvollzogen werden. Ab dem Auftreten der Dispersoide bei 400°C war es darüber hinaus möglich, die Vorgänge von Keimbildung, -wachstum und Vergrößerung, die während der Aufheizphase der Homogenisierung ablaufen, zu quantifizieren.

Durch die Auswertung der SEM-Aufnahmen von Proben nach erfolgter Homogenisierung bei zwei unterschiedlichen Homogenisierungshaltetemperaturen (530°C und 570°C) konnte der Einfluss einer niedrigeren Homogenisierungstemperatur auf die Ausbildung einer schmäleren Dispersoidgrößenverteilung mit kleineren mittleren Dispersoiddurchmessern und einer größeren Dispersoidteilchendichte nachgewiesen werden.

Abstract

In the present work the dispersoid nucleation process of an Al-Mg-Si-Fe-Mn-Cr alloy (6082) occurring during homogenisation was investigated. For two series of tests samples were heat treated with a dilatometer. On the one hand like this a homogenisation process at 530°C and 570°C respectively could be implemented in order to ascertain whether the homogenisation temperature has a significant effect on the dispersoid distribution. On the other hand to examine the microstructure as developed during heating and the early stages of dispersoid nucleation five specimens were heated up to temperatures between 300°C and 450°C and quenched immediately. Thus it should be discovered at which temperature dispersoids appear for the first time. While for qualitative analysis TEM (transmission electron microscopy) images have been taken, both SEM (scanning electron microscopy) and TEM images were used to quantify the dispersoid distribution under different conditions. To process the images a software based quantitative methodology has been developed.

By means of the TEM images it was possible to understand the nucleation mechanism of α -Al(CrFeMn)Si dispersoids on MgSi precipitates. Additionally, after the first appearance of dispersoids at 400°C during heating the sequence of dispersoid nucleation, growth and coarsening could be studied quantitatively.

By evaluation of SEM images of the samples, which were homogenised at 530°C and 570°C respectively, the impact of a lower homogenisation temperature on the development of a narrow dispersoid distribution with a lower mean particle size and higher number density could be proved.

Danksagung

Ich möchte mich herzlich bei allen Menschen bedanken, die mich mit ihrem Wissen und ihrer Erfahrung bei meiner Arbeit unterstützt haben.

Zunächst richtet sich mein Dank an Prof. Erwin Povoden-Karadeniz, von dessen Blickwinkel auf wissenschaftliche Problemstellungen ich profitiert habe und der mich mit konstruktivem Feedback durch den Arbeitsprozess begleitet hat.

Mein besonderer Dank gilt Bernhard Miesenberger, der erheblich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen hat, indem er mir stets für wertvolle Diskussionen über die unternommenen Untersuchungen zur Verfügung gestanden ist und mir geholfen hat, die erhaltenen Ergebnisse richtig einzuschätzen.

Weiterhin möchte ich mich bedanken bei

- Edith Asiemo und Christian Zaruba für die Weitergabe ihres umfangreichen Knowhows im Bereich der Metallographie und Probenpräparation
- Kurt Caloun und Heinz Kaminski für ihre bereitwillige Unterstützung im Umgang mit dem Dilatometer
- Tomasz Wojcik für die Anfertigung der TEM-Bilder und Hilfe bei der Identifikation der beobachteten Phasen

Schließlich gebührt mein Dank dem Institut für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnologie an der TU Wien, das mir das Erstellen dieser Arbeit im Zuge des Christian Doppler Labors für Grenzflächen-Ausscheidungs-Engineering ermöglicht hat. Ferner bedanke ich mich beim Projektpartner der Neuman Aluminium Strangpresswerk GmbH, die die verwendeten Werkstoffe zur Verfügung gestellt hat, und insbesondere beim Leiter der Forschungs- und Entwicklungsabteilung, Andreas Pasching.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Zielsetzung	2
3	Stand der Technik	3
3.1	Al-Mg-Si – Spezifikation der Legierungsbestandteile.....	3
3.1.1	EN-AW6082 – chemische Zusammensetzung.....	4
3.1.2	Gusszustand	5
3.2	Homogenisierungsglügen.....	5
3.2.1	Aufgaben des Homogenisierens.....	6
3.2.2	Vor- und nachgeschaltete Produktionsschritte.....	6
3.2.3	Temperaturprofil – Änderungen im Gefüge.....	6
3.3	α -Al(CrFeMn)Si-Dispersoide.....	10
3.3.1	Auswirkungen der Dispersoide auf das Gefüge	10
3.3.2	Nukleationsmechanismus und Dispersoidverteilung.....	11
4	Material und Methoden.....	14
4.1	Untersuchter Werkstoff.....	14
4.2	Probenübersicht	14
4.3	Wärmebehandlung im Dilatometer	15
4.3.1	Wärmebehandlungsparameter.....	15
4.4	Metallographie	16
4.5	Mikroskopie	18
4.6	Auswertemethoden	18
4.6.1	ImageJ und Plugin Trainable WEKA Segmentation	19
4.6.2	Erstellung der Verteilungsdiagramme in Microsoft Excel	19
5	Ergebnisse und Diskussion.....	21
5.1	Nukleationsmechanismus.....	21
5.2	Dispersoidgrößenverteilung.....	27

5.2.1	Entwicklung und Validierung einer quantitativen Auswertemethodik.....	27
5.2.2	Vergleich verschiedener Homogenisierungstemperaturen	33
5.2.3	Dispersoidverteilungsdichte im Nukleationsstadium.....	36
6	Zusammenfassung und Conclusio.....	40
7	Ausblick.....	41
8	Literaturverzeichnis	42
	Abbildungsverzeichnis	47
	Tabellenverzeichnis	50
	Anhang A	51
	Vorgehensweise bei der quantitativen Bildauswertung.....	51
	A.1 metallographische Probenpräparation	51
	A.2 Bilderstellung mittels SEM-Mikroskopie.....	53
	A.3 Bildverarbeitung mit ImageJ und Trainable WEKA Segmentation.....	54
	A.3.1 Vorbereitungsschritte.....	54
	A.3.2 Training des Classifiers.....	57
	A.3.3 Auswertung der Bilder	61
	A.4 Erstellung des Verteilungsdiagramms in Microsoft Excel	62
	Anhang B	65
	Für die quantitative Bildauswertung verwendete Bilder	65
	B.1 Proben Hom. Ref_i und Hom. Ref_a – Kapitel 5.2.1	65
	B.2 Proben SEM 570°C_a, SEM 530°C_a und SEM 530°C_i – Kapitel 5.2.2	68
	B.3 Proben TEM 400°C, TEM 425°C und TEM 450°C – Kapitel 5.2.3	72

1 Einleitung

Wegen der guten Korrosionsbeständigkeit als Leichtmetall bereits Ende des 19. Jahrhunderts im Schiffbau eingesetzt, gibt es heute vielfältige Anwendungen für Aluminium und Al-Legierungen im Transportwesen. Besonders in der Automobilindustrie werden die damit erzielbaren Eigenschaften geschätzt. So lässt sich mit Al-Mg-Si-Legierungen, wie der in dieser Arbeit behandelten Legierung 6082, ein geringes Gewicht mit einer guten Kombination aus Festigkeit und Zähigkeit vereinbaren, um den hohen technologischen Anforderungen von Crashsystemen gerecht zu werden. Auf diese Weise können Stoßstangen konstruiert werden, die einem Aufprall zwar genügend Widerstand entgegen setzen, sich dabei aber dennoch ohne Bruch verformen lassen und die Energie des Zusammenstoßes aufnehmen.

Doch wie kann die Ausbildung der gewünschten Eigenschaften erreicht werden? Zwischen Guss und formgebendem Umformungsprozess erfolgt als erster Verarbeitungsschritt die Homogenisierung. Dabei können Gefügeveränderungen vorgenommen werden, die die weitere Verarbeitbarkeit erleichtern und die mechanischen Charakteristika des Endprodukts beeinflussen. Besonderes Augenmerk soll hier auf die Entstehung kleinster Ausscheidungen, der sogenannten Dispersoide, gelegt werden, die sich bei der Homogenisierung bilden und danach dauerhaft im Gefüge verbleiben.

Aber weshalb entstehen die Dispersoide? Wie funktioniert der Keimbildungsmechanismus? Gibt es Wechselwirkungen mit anderen Gefügebestandteilen? Welche Verteilung der Dispersoide im Gefüge wird erwünscht? Ist es möglich, darauf Einfluss zu nehmen, beispielsweise durch Konfiguration der Prozessparameter während des Homogenisierungsschritts? Lassen sich die Auswirkungen quantifizieren?

Die vorliegende Arbeit greift diese Fragen auf und versucht Antworten darauf zu finden, sowohl über Recherche und Konsultation bereits bestehender Forschungsergebnisse, als auch durch die Gewinnung von Erkenntnissen aus der Durchführung und Auswertung eigener Versuche.

2 Zielsetzung

Das Homogenisieren ist der für die Bildung der Dispersoide im Gefüge relevante Prozessschritt. Daher kommt den wählbaren Prozessparametern für die Einstellung der Dispersoidverteilung besondere Bedeutung zu.

Es sollen im Zuge dieser Arbeit die Auswirkungen unterschiedlicher Homogenisierungstemperaturen auf die Dispersoidgrößenverteilung im Gefüge untersucht werden. Dazu wird eine quantitative Auswertemethodik auf Basis der Analyse raster- und transmissionselektronenmikroskopischer Aufnahmen mit bildverarbeitender Software konzipiert.

Neben der Evaluierung der Prozessparameter soll auch der Einfluss von Faktoren des Auswerteverfahrens sowie von möglichen Messungenauigkeiten geprüft werden.

Außerdem wird eine qualitative Untersuchung des Nukleationsprozesses der Dispersoide angestrebt. Ergänzt um die quantitative Auswertung der mikroskopischen Bilder, sollen nähere Erkenntnisse zur Entstehung und insbesondere zum Wachstum der Dispersoide im frühen Ausscheidungsstadium gewonnen werden.

3 Stand der Technik

3.1 Al-Mg-Si – Spezifikation der Legierungsbestandteile

Das System Al-Mg-Si kann als quasi-binäres Legierungssystem Al-Mg₂Si mit eutektischem Verhalten aufgefasst werden, wie in Abbildung 1 dargestellt. Den Hauptbestandteil bildet die α -Aluminiummatrix mit kubisch-flächenzentriertem Kristallgitter ohne Allotropie. Die intermetallische Verbindung Mg₂Si wird als β -Phase bezeichnet und bildet plattenförmige, inkohärente Ausscheidungen mit kubisch-flächenzentrierter Kristallmodifikation.

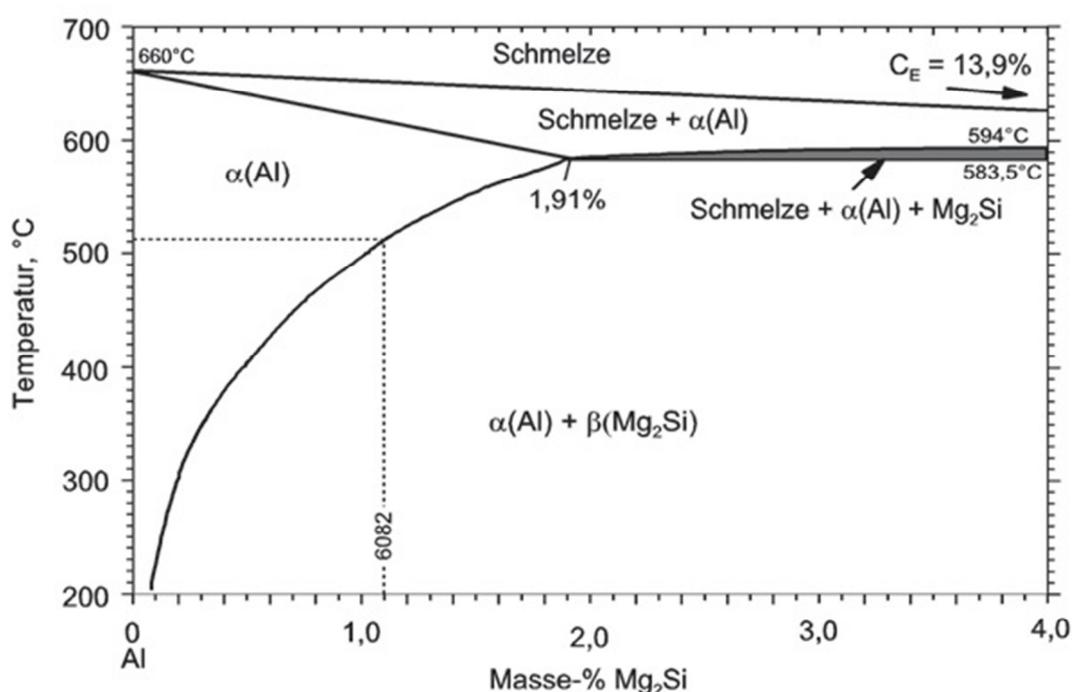


Abbildung 1: Quasi-binäres Gleichgewichts-Phasendiagramm des Legierungssystems Al-Mg-Si [1-3]

Die β -Gleichgewichtsphase geht aus einer Ausscheidungssequenz hervor, an deren Beginn der übersättigte Mischkristall steht. Laut Fallah et. al entstehen zunächst Si-Cluster, die wachsen, sich mit Mg anreichern und folglich Mg-Si Co-Cluster bilden [4]. Daraus formieren sich kohärente GP-Zonen, deren Zusammensetzung allgemein mit $\text{Mg}_x\text{Al}_{5-x}\text{Si}_6$ angegeben werden kann [5]. Anschließend werden die metastabilen Vorphasen β'' und in der Folge β' ausgeschieden. β'' verfügt über eine monokline Elementarzelle und bildet kohärente, nadelförmige Ausscheidungen. Andersen et. al. geben die Zusammensetzung mit Mg_5Si_6 an [6]. Die Elementarzelle von β' ist hexagonal, die stäbchenförmigen Ausscheidungen liegen teilkohärent in der Matrix. Die Zusammensetzung liegt mit $\text{Mg}_{1,8}\text{Si}$ bereits nahe an der β -Phase

Mg₂Si [7]. Neben der β'-Phase kann sich auch die lattenförmige B'-Phase mit einer hexagonalen Elementarzelle bilden [8]. Darüber hinaus haben Lodgaard und Ryum mit der sogenannten „u-phase“ eine weitere teilkohärente Phase identifiziert [9]. Dabei handelt es sich um stäbchenförmige Ausscheidungen mit hexagonaler Elementarzelle, die außer aus Mg und Si auch aus Mn, Fe und Al bestehen. Damit bilden sie eine Übergangsphase zu den weiter unten und in Kapitel 3.3 näher behandelten α-Dispersoiden, bei deren Keimbildung sie unter Umständen eine Rolle spielen.

Neben den Mg₂Si-Verbindungen existieren außerdem β-AlFeSi-Phasen. Die intermetallischen, plattenförmigen Ausscheidungen können nach Belov et al. als Al₈Fe₂Si bzw. Al₅FeSi vorkommen und treten bevorzugt an Korngrenzen auf [10]. Al₅FeSi verfügt über eine monokline Elementarzelle [11].

Weiters gibt es die sekundären α-Al(CrFeMn)Si-Phasen. Sie entstehen einerseits durch globulare Eiformung der β-AlFeSi-Ausscheidungen an den Korngrenzen, andererseits bilden sich fein verteilte sphärische bis nadelförmige Dispersoide. Die Zusammensetzung dieser Phasen wird beispielsweise mit Al₁₅(FeMnCr)₃Si₂ angegeben [11]. Nach Yoo et. al. ist deren Kristallstruktur abhängig vom Mn/Fe-Verhältnis [12], sodass die Umwandlungsphasen an den Korngrenzen mit deutlich geringerem Mn/Fe-Verhältnis [11] kubisch-raumzentriert sind, während die Dispersoide mit höherem Mn/Fe-Verhältnis eine einfach kubische Elementarzelle aufweisen [11,12]. Das stimmt mit der Beobachtung von Bayat et al. überein, wonach sich die Kristallstruktur der β-AlFeSi-Ausscheidungen an den Korngrenzen bei der Umwandlung zur α-Phase während der Homogenisierung von monoklin zu kubisch-raumzentriert wandelt [13]. Lodgaard und Ryum wiederum geben an, dass Dispersoide zu Beginn ihrer Ausscheidung sowohl einfach kubische, als auch kubisch-raumzentrierte Elementarzellen aufweisen können, dass ab einer Temperatur von 460°C aber ausschließlich die einfach kubische Kristallmodifikation vorliegt [9]. Eine weitere α-Phase wird mit Al₁₂Mn₃Si genannt [14]. Auf die Rolle der α-Dispersoide wird in Kapitel 3.3 genauer eingegangen.

Neben den intermetallischen Ausscheidungsphasen kommen zudem elementare Si-Ausscheidungen im Gefüge vor [13].

3.1.1 EN-AW6082 – chemische Zusammensetzung

Aluminiumlegierungen werden gemäß DIN EN 573 nach der chemischen Zusammensetzung eingeteilt und nummeriert [15]. Die Abkürzung AW bezeichnet Aluminiumknetlegierungen. Die erste Ziffer lässt stets auf die Basislegierungskomponenten schließen. Im Fall von 6xxx-

Legierungen handelt es sich um eine Al-Basis mit zulegiertem Mg und Si. Die weiteren Ziffern beschreiben die genaue elementare Zusammensetzung, die für EN-AW6082 in Tabelle 1 aufgeführt wird.

Tabelle 1: Chemische Zusammensetzung EN-AW6082 in wt.% [15]

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	andere
min.	0,70	-	-	0,40	0,6	-	-	-	-
max.	1,30	0,50	0,10	1,00	1,20	0,25	0,20	0,10	0,15

Ein für die Gefügestruktur von 6082 besonders relevanter Legierungsbestandteil ist Mn. Mn ist bei der Ausscheidungsbildung der α -Al(CrFeMn)Si-Phasen während der Homogenisierung von Bedeutung, was in den Abschnitten 3.2.3 bzw. 3.3 im Detail behandelt wird. Falls die Legierungszusammensetzung auch Cr umfasst, wird es neben Mn zum Teil in die Ausscheidungen eingebunden [9,11,16,17].

3.1.2 Gusszustand

Im Gusszustand sind neben der α -Aluminiummatrix β -Mg₂Si-Primärausscheidungen im Gefüge vorhanden [11]. An den Korngrenzen finden sich zusätzlich große β -AlFeSi-Ausscheidungen, die sich bei der Erstarrung vor allem aufgrund der geringen Löslichkeit von Fe in Al zwischen den Dendriten der Al-Matrix ansammeln. Gleichzeitig liegen auch im Gusszustand bereits α -Al(CrFeMn)Si-Phasen vor [11]. Nach Hu et. al. sind die Legierungselemente Mg, Si, Mn und Fe stark heterogen verteilt und vor allem in der Nähe der Korngrenzen zu finden [18]. Bei hoher Mn-Konzentration in der näheren Umgebung kann bereits in der β -AlFeSi-Phase Mn enthalten sein [13]. Lodgaard und Ryum beobachten jedoch in einer Legierung, die EN-AW6082 entspricht, eine nahezu gleichmäßige Verteilung von Mn und Cr, nur Mg und Si sind zu den Korngrenzen hin segregiert, die Fe-Verteilung ist aufgrund von Messunzulänglichkeiten ungewiss [9]. Dagegen verweisen Cai et al. auf ein peritektisches System zwischen Al und Mn, weshalb Mn sich besonders in den zuerst erstarrten Zentren der Körner anreichern soll [19].

3.2 Homogenisierungsglügen

Das Homogenisierungs- oder Diffusionsglügen ist ein Wärmebehandlungsschritt bei der Herstellung und Verarbeitung von metallischen Werkstoffen. Dadurch werden die Verarbeitbarkeit bei nachfolgenden Produktionsschritten erhöht und die mechanischen Eigenschaften des Endprodukts verbessert.

3.2.1 Aufgaben des Homogenisierens

Das Homogenisieren erfolgt bei hohen Temperaturen von etwa 550°C bis 580 °C [20]. Dabei laufen verschiedene Umwandlungsvorgänge im Gefüge ab. So werden nach dem Guss entstandene Kristallseigerungen aufgelöst und eine gleichmäßigere chemische Zusammensetzung erreicht. Phasen, die an den Korngrenzen ein interkristallines Spröbruchverhalten fördern, werden, wie die β -Phasen und Si-Ausscheidungen, aufgelöst oder, wie die nadelförmigen β -AlFeSi-Ausscheidungen, kugelig eingeformt. Diese formen unter Einbindung von Mn zu kugeligen α -Al(CrFeMn)Si-Ausscheidungen um. Darüber hinaus bilden sich α -Al(CrFeMn)Si-Dispersoide, die einen positiven, aber vorwiegend indirekten Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften ausüben, worauf in Abschnitt 3.3.1 ausführlicher eingegangen wird.

3.2.2 Vor- und nachgeschaltete Produktionsschritte

Bei Knetlegierungen erfolgt die Homogenisierung als erster Verarbeitungsschritt nach dem Guss. Die Barren werden anschließend ausgelagert und durch Warmumformung, beispielsweise durch Strangpressen, in die gewünschte Form gebracht. Abbildung 2 zeigt eine schematische Darstellung der Produktionskette.

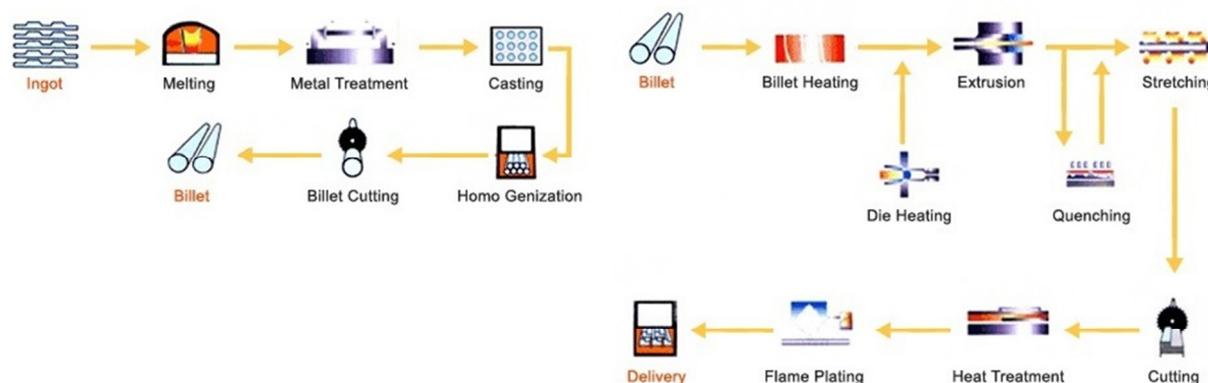


Abbildung 2: Schema der Produktionsschritte bei der Aluminiumverarbeitung [21]

3.2.3 Temperaturprofil – Änderungen im Gefüge

Abbildung 3 zeigt den Temperaturverlauf eines einstufigen Homogenisierungsprozesses. Das Temperaturprofil besteht aus einer Aufheiz-, Halte- und Abkühlphase. Während jeder der drei Phasen finden Umwandlungsvorgänge verschiedener Phasen statt.

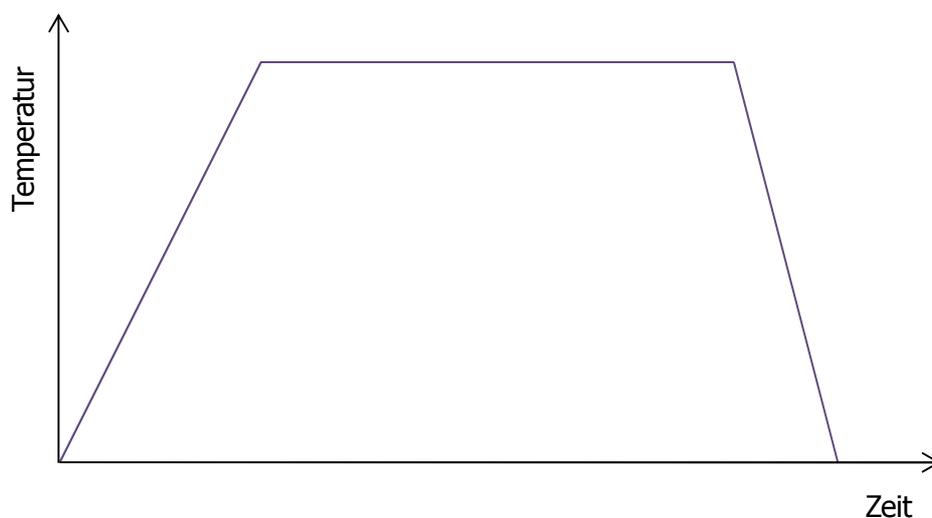


Abbildung 3: schematisches Temperatur-Zeit-Diagramm

Während der Aufheizphase werden β - Mg_2Si -Phasen ausgeschieden. Diese lösen sich bei höheren Temperaturen bzw. während der Haltephase wieder auf. Nach Österreicher et. al. entstehen in der Legierung 6082 bei etwa $250^\circ C$ β' -Ausscheidungen und in weiterer Folge bei $430^\circ C$ β -Ausscheidungen, die sich bei ca. $550^\circ C$ auflösen [22]. Li et al. geben hingegen einen Bereich zwischen $264^\circ C$ und $300^\circ C$ für die Ausscheidung der β -Phase und für deren Auflösungsreaktion eine Peak-Temperatur von $583^\circ C$ an [11]. Bei Bayat et al. entsteht die β -Phase bereits bei $250^\circ C$, wobei auf mögliche Temperaturabweichungen aufgrund der geringen Probendicke hingewiesen wird [13]. Gemäß Abbildung 1 müsste bei der Legierungszusammensetzung 6082 im quasi-binären Al- Mg_2Si -System von einer vollständigen Löslichkeit für Mg_2Si in der α -Al-Matrix ab ungefähr $510^\circ C$ ausgegangen werden [1–3]. Mit zunehmendem Gehalt an Mg und Si in der Legierung steigen damit auch die Stabilität von Mg_2Si und die für eine vollständige Auflösung erforderliche Homogenisierungstemperatur. Bei ansteigender Temperatur bzw. fortgeschrittener Homogenisierungsdauer kann die Vergrößerung der nicht aufgelösten β -Phase bei gleichzeitiger Abnahme der Ausscheidungspartikeldichte beobachtet werden [13,20,22].

Als Ausscheidungsorte der β -Phasen wurden neben der α -Al-Matrix β -AlFeSi-Ausscheidungen an den Korngrenzen beobachtet, wo die lokale Übersättigung durch Segregation nach dem Guss besonders stark ausgeprägt ist [13,18]. Insbesondere die Heizrate hat einen dahingehenden Einfluss. Bei niedrigerer Heizrate ist die Ausscheidungsbildung in der Matrix fern von primären Ausscheidungen an den Korngrenzen eher möglich als bei höherer Heizrate [18]. Die im Zuge der β -Ausscheidung beobachtete Bildung der „u-phase“ wird in Kapitel

3.3.2 gemeinsam mit der Bildung der α -Al(CrFeMn)Si-Dispersoide beleuchtet, die ebenfalls während des Aufheizvorgangs entstehen [9].

Die erhöhten Temperaturen bei der Homogenisierung erleichtern die Diffusion der Elemente in der Matrix. Dadurch löst sich die Segregation der Legierungselemente auf und es kommt zu einer homogenen Verteilung im Gefüge. Die Ausscheidungshärtung mit metastabilen Mg-Si-Ausscheidungen bildet die wesentliche Grundlage der Festigkeitseigenschaften von Al-Mg-Si-Legierungen. Dazu ist es wichtig, dass die ausscheidungsbildenden Legierungselemente Mg und Si nach der Homogenisierung gleichmäßig in der Al-Matrix verteilt vorliegen, um bei der folgenden Auslagerung homogen und fein verteilt ausgeschieden werden zu können.

Ab einer Temperatur von 300°C beginnt die Phasenumwandlung der großen, nadelförmigen β -AlFeSi-Ausscheidungen an den Korngrenzen zu kleineren, eingeformten α -Al(CrFeMn)Si-Ausscheidungen [13]. Mit der Phasenumwandlung geht eine Änderung der Kristallmodifikation einher, da die β -AlFeSi-Phase monoklin, die α -Al(CrFeMn)Si-Phase dagegen kubisch ist [11,13]. Bayat et al. beschreiben zwei mögliche Mechanismen dieses Umwandlungsvorgangs, die schematisch in Abbildung 4 dargestellt sind [13]. Zum einen können zwei α -Partikel beiderseits an einer β -AlFeSi-Nadel keimen und diese über Grenzflächendiffusion auflösen, bis sie in der Mitte aufeinander treffen. Andererseits, wie auf der rechten Seite in Abbildung 4 veranschaulicht, ist ebenso möglich, dass ein α -Partikel an einer β -Nadel zu einer „Einschnürung“ führt und die Auflösung der β -Phase dann gemäß dem Gibbs-Thomson-Effekt besonders an der neu entstandenen runden Oberfläche erfolgt, während die Grenzfläche zur α -Phase flach und energiearm verläuft [13,23]. Das Ergebnis ist in beiden Fällen eine Reihe globularer Ausscheidungen in perlkettenartiger Anordnung an der Stelle der früheren β -Nadel. Diese Einformung der nadelförmigen Ausscheidungen an den Korngrenzen ist ein wichtiges Ziel der Homogenisierung, da die mechanischen Eigenschaften sowie die Verarbeitbarkeit dadurch verbessert werden.

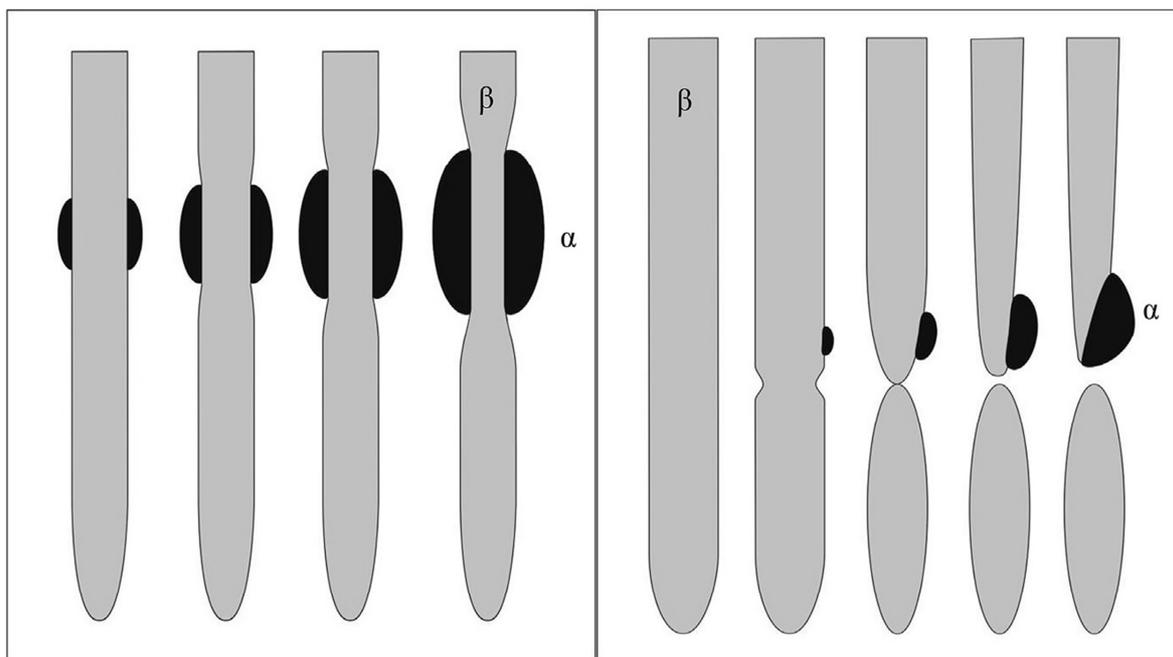


Abbildung 4: Zwei Mechanismen der β - α -Umwandlung [13]

Während der Abkühlphase finden erneut Ausscheidungsreaktionen der Mg-Si-Ausscheidungen statt. Zunächst entstehen bei höheren Temperaturen β -Ausscheidungen, dann bei niedrigeren Temperaturen β' -Ausscheidungen [24]. Anstelle der β' -Phase können sich aber auch B' -Ausscheidungen bilden [11,25]. Gemäß Milkereit und Starink nimmt dabei die Kühlrate großen Einfluss auf die Ausscheidungsbildung, wie in Abbildung 5 für niedrig- und hochlegiertes 6082 gezeigt wird [25]. Der Peak bei erhöhten Temperaturen steht für die Ausscheidung der β -Phase, der Peak bei niedrigeren Temperaturen für die Bildung der B' -Phase. So verschiebt sich die Ausscheidung der β -Phase mit steigender Abkühlgeschwindigkeit zu tieferen Temperaturen, während gleichzeitig die Bildung der B' -Phase gegenüber der β -Phase zunimmt, bevor schließlich mit Erreichen einer kritischen Abkühlrate die Ausscheidungsbildung zum Erliegen kommt. Österreicher et. al. bemerken zudem bei höheren Kühlraten eine größere Zahl kleinerer Ausscheidungen [22].

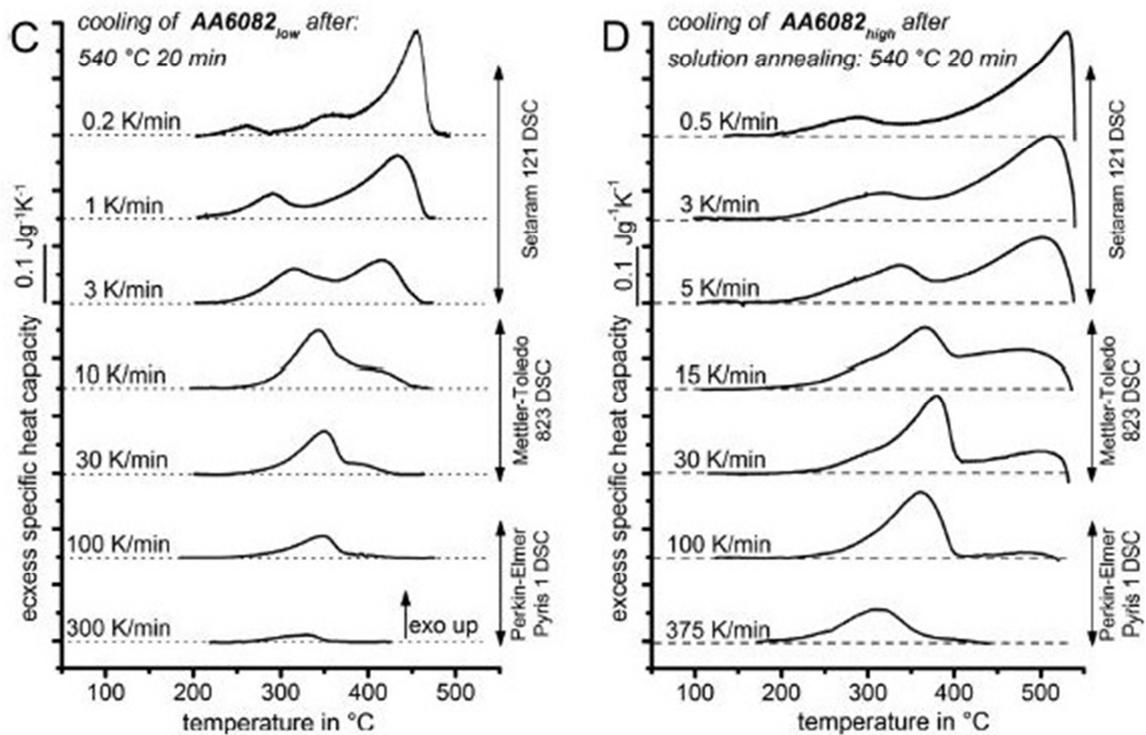


Abbildung 5: DSC-Abkühlkurven für niedrig- und hochlegiertes 6082 [25]

Die β -Phasen keimen dabei sowohl in der Matrix, als auch an den groben α -Al(CrFeMn)Si-Phasen an den Korngrenzen [11] sowie an den α -Dispersoiden, die beim Aufheizen im Gefüge entstanden sind [22]. Laut Milkereit und Starink nukleieren besonders B' -Ausscheidungen an den Dispersoiden, Mg_2Si dagegen eher an den α -Al(CrFeMn)Si-Partikeln an den Korngrenzen [25].

3.3 α -Al(CrFeMn)Si-Dispersoide

In diesem Kapitel wird auf die α -Al(CrFeMn)Si-Dispersoide eingegangen, die sich während der Aufheizphase der Homogenisierung im Gefüge bilden und im Fokus dieser Arbeit stehen.

3.3.1 Auswirkungen der Dispersoide auf das Gefüge

Das Hauptanliegen bei der Modifikation der Al-Matrix mit Dispersoiden ist die Vermeidung der Rekristallisation bei nachgeschalteten Umformungsprozessen. Das wird dadurch erreicht, dass die Dispersoide, die von Versetzungen nicht geschnitten werden können, diese zum Quergleiten anregen. Das resultierende homogenere Gleitverhalten führt dazu, dass sich weniger Versetzungen an den Korngrenzen aufstauen und dort als Keime für Rekristallisationskörner dienen [26]. Außerdem werden die Bewegungen von Subkorngrenzen

blockiert und damit die Kornvergrößerung behindert. Wie Hu et. al. ausführen, ist es deshalb wichtig, dass die Dispersoidteilchen fein verteilt im Gefüge vorliegen [18]. Größere Partikel bewirken hingegen, dass sich die Versetzungen an den Dispersoiden selbst sammeln und die Rekristallisationskeimbildung beschleunigen, wie aus Abbildung 6 hervorgeht [18]. Ein zunehmender Abstand zwischen den Dispersoiden erleichtert zudem das Kornwachstum.

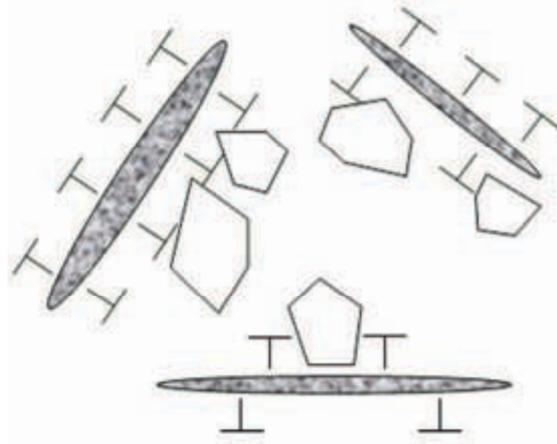


Abbildung 6: ungünstiges Rekristallisationsverhalten an großen Dispersoiden [18]

Eine weitere Auswirkung der homogener verteilten Versetzungen äußert sich im Bruchverhalten. Dispersoide führen zu einer erhöhten Bruchzähigkeit, wie Blind und Martin dokumentieren [14]. An den Korngrenzen gestaute Versetzungen hingegen begünstigen als Fehlstellen einen interkristallinen Bruchvorgang, der energiearm und damit ungünstig verläuft. Einen ähnlichen Effekt haben die bei zu geringer Abkühlgeschwindigkeit nach der Homogenisierung an den Dispersoiden ausgeschiedenen Mg_2Si - und Si-Teilchen. So lagern sie sich nicht an den Korngrenzen an, wo sie in Verbindung mit der Ausbildung ausscheidungsfreier Zonen ebenfalls einen interkristallinen Bruch fördern würden. Allerdings stehen beim Abkühlen ausgeschiedene Legierungselemente beim Auslagern nicht mehr zur Bildung von Härtingsphasen zur Verfügung, was die Festigkeit beeinträchtigen kann.

3.3.2 Nukleationsmechanismus und Dispersoidverteilung

Dispersoide entstehen während der Aufheizphase der Homogenisierung ab etwa $350^\circ C$ [27,28]. Lodgaard und Ryum benennen die Ausscheidungsstarttemperatur mit $400^\circ C - 460^\circ C$ [9]. Bayat et. al. vermuten für die Dispersoidausscheidung ein Temperaturfenster von $350^\circ C$ bis $450^\circ C$ [13]. Da es sich bei den $\alpha-Al(CrFeMn)Si$ -Dispersoiden um mit der Al-Matrix inkohärente Phasen handelt, werden Keimstellen für die heterogene Ausscheidung benötigt. Dafür kommen Mg-Si-Ausscheidungen in Betracht, die sich bereits bei niedrigeren

Temperaturen bilden, wie schon in Kapitel 3.2.3 besprochen wurde, wobei vor allem die β' -Phase als Keimplatz favorisiert wird [16,18]. Farh et. al. vermuten, dass dabei auch Si aus der β' -Phase in die Dispersoide übergeht [16].

Im Gegensatz dazu haben Lodgaard und Ryum einen komplexeren Keimbildungsmechanismus unter Einbindung der sogenannten „u-phase“ entdeckt [9]. Demzufolge entsteht zwischen 100°C und 350°C aufgrund der Übersättigung der Al-Matrix mit Mg und Si die β' -Phase. Ab 350°C nukleiert wegen der Übersättigung der Matrix mit dem Dispersoidbildner Mn darauf die „u-phase“, die sowohl aus Mg und Si, als auch aus Al, Fe, Mn und Cr besteht. Im Folgenden löst sich die β' -Phase auf und die α -Al(CrFeMn)Si-Dispersoide keimen auf der „u-phase“, die sich schließlich selbst auflöst und in die Dispersoide diffundiert. Die Abfolge dieser Umwandlungsschritte ist in Abbildung 7 dargestellt. Lodgaard und Ryum weisen explizit darauf hin, dass ausschließlich die „u-phase“ als Keimplatz für Dispersoide beobachtet wurde, nicht die β' -Phase selbst [9].

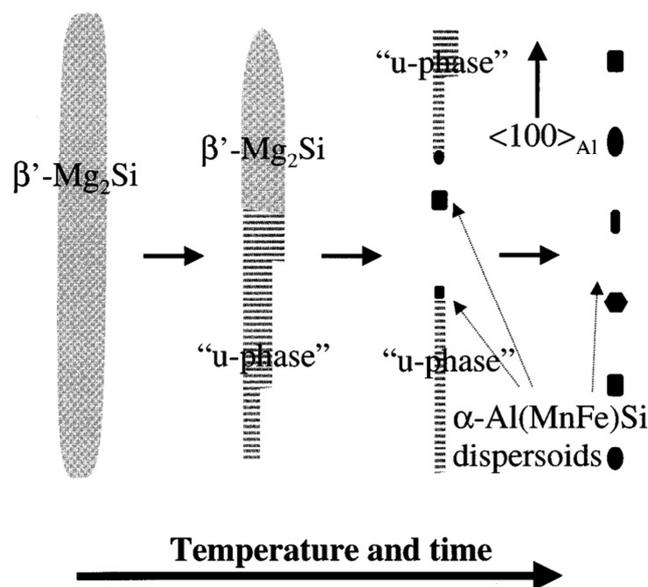


Abbildung 7: Dispersoidkeimbildungsmechanismus mittels "u-phase" [9]

Mit steigender Homogenisierungstemperatur erfolgt nach der Keimbildung der Dispersoide Wachstum und Vergrößerung der Ausscheidungen, gleichzeitig nimmt die Anzahl und Verteilungsdichte der Dispersoide ab [22,27–29]. Die Dispersoide lösen sich jedoch im Allgemeinen im Laufe des Homogenisierungsschritts nicht mehr auf und bleiben thermisch stabil [20,25]. Tatsächlich haben jedoch Liu et. al. festgestellt, dass sich die Dispersoide bei sehr langen Zykluszeiten von einer Woche und einer sehr hohen Temperatur von 580°C wieder auflösen können [29].

Auch die Heizrate nimmt Einfluss auf die Größe und Verteilung der Dispersoide. So führt eine geringe Heizrate aufgrund der erleichterten Diffusion von Mg und Si und der daraus resultierenden gleichmäßigeren Verteilung der Dispersoidkeimstellen zu kleineren, sphärischen Dispersoiden mit homogener Verteilung in der Al-Matrix [9,18,20]. Hohe Heizraten hingegen ergeben größere, eher nadelförmige Dispersoide, die in geringerer Anzahl und mit größeren Teilchenabständen vorliegen [9,18,20].

In der Nähe der Korngrenzen können ausscheidungsfreie Zonen entstehen [18,19,29]. Schnelleres Aufheizen begünstigt deren Bildung Hu et al. zufolge, die auch im Zentrum der Körner dispersoidfreie Zonen bemerkt haben [18]. Gemäß Cai et al. bilden sich die dispersoidfreien Zonen an den Korngrenzen aufgrund der Segregation von Mn im Inneren der Körner nach dem Guss [19]. Weiterhin führen eine höhere Homogenisierungstemperatur und -dauer zu einer Verbreiterung der dispersoidfreien Zonen, da die Löslichkeit von Mn in der Al-Matrix und damit auch die kritische Mn-Konzentration, ab der sich Dispersoide ausscheiden, mit steigenden Temperaturen zunehmen und sich der Bereich, in dem sich Dispersoide bilden können, weiter ins Zentrum der Körner verschiebt [19]. Diese These steht freilich im Widerspruch zu Beobachtungen, wonach Mn nach dem Guss vor allem an den Korngrenzen vorkommt [18] und zu den Ausführungen von Liu et al., die die Bildung dispersoidfreier Zonen auf die Diffusion von Mn zu den Korngrenzenausscheidungen zurückführen [29].

4 Material und Methoden

4.1 Untersucher Werkstoff

Bei dem im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Material handelt es sich um EN-AW6082. Die chemische Zusammensetzung der Aluminiumlegierung ist in Kapitel 3.1.1 in Tabelle 1 angegeben. Als Ausgangsmaterial werden im Stranggussverfahren hergestellte Barren mit einem Durchmesser von 20 cm verwendet, von denen Scheiben mit einer Breite von 4 cm abgeschnitten werden. Neben den im Gusszustand entnommenen Proben, die anschließend einer Wärmebehandlung im Dilatometer unterzogen werden, wird auch eine aus einem industriell homogenisierten Barren geschnittene Scheibe zur Probenahme herangezogen. Das für die Versuche verwendete Ausgangsmaterial wird von der Neuman Aluminium Strangpresswerk GmbH zur Verfügung gestellt.

4.2 Probenübersicht

Die vorgenommenen Versuche können in drei Gruppen eingeteilt werden. Tabelle 2 gibt die jeweilige Probenbezeichnung in Kombination mit den weiteren Versuchsspezifikationen an. Hom. Ref_i und Hom. Ref_a bezeichnen industriell homogenisierte Proben, die als Referenz für die quantitative Auswertung eingesetzt werden. Eine Probe wird dabei im Zentrum des Barrens entnommen, die andere aus der äußeren Schicht, um etwaige lokale Gefügeunterschiede in radialer Richtung zu berücksichtigen, wie sie zum Beispiel aufgrund unterschiedlicher Aufheiz- und Abkühlgeschwindigkeiten an der Oberfläche sowie im Zentrum zustande kommen können.

Tabelle 2: Übersicht der untersuchten Proben

Bezeichnung	Material	Entnahmeort	Probengeometrie	Wärmebehandlung	Mikroskopie	Auswertung
Hom. Ref_i	6082 Hom.	innen	ca. 10 x 10 x 10 mm	nein	SEM	quantitativ (ImageJ)
Hom. Ref_a	6082 Hom.	außen	ca. 10 x 10 x 10 mm	nein	SEM	quantitativ (ImageJ)
SEM 530°C_i	6082	innen (Stelle B)	2 x 5 x 10 mm	Dilatometer	SEM	quantitativ (ImageJ)
SEM 530°C_a	6082	außen (Stelle A)	2 x 5 x 10 mm	Dilatometer	SEM	quantitativ (ImageJ)
SEM 570°C_a	6082	außen (Stelle A)	2 x 5 x 10 mm	Dilatometer	SEM	quantitativ (ImageJ)
TEM Guss	6082	innen (Stelle B)	1,5 x 5 x 10 mm	nein	TEM	qualitativ
TEM 300°C	6082	innen (Stelle B)	1,5 x 5 x 10 mm	Dilatometer	TEM	qualitativ
TEM 350°C	6082	innen (Stelle B)	1,5 x 5 x 10 mm	Dilatometer	TEM	qualitativ
TEM 400°C	6082	innen (Stelle B)	1,5 x 5 x 10 mm	Dilatometer	TEM	qualitativ, quantitativ (ImageJ)
TEM 425°C	6082	innen (Stelle B)	1,5 x 5 x 10 mm	Dilatometer	TEM	qualitativ, quantitativ (ImageJ)
TEM 450°C	6082	innen (Stelle B)	1,5 x 5 x 10 mm	Dilatometer	TEM	qualitativ, quantitativ (ImageJ)

Die übrigen Proben stammen aus derselben Scheibe eines Barrens im Gusszustand. Entnahmestelle A befindet sich im äußeren Teil des Barrens, Stelle B im Zentrum. Die Probengeometrie richtet sich nach den Erfordernissen des eingesetzten Dilatometers bzw. des Transmissionselektronenmikroskops. Auf den Verlauf und die Parameter der Wärmebehandlungsschritte sowie die metallographische Probenpräparation vor der bildgebenden Analyse und die darauf folgende Auswertung der Bilder wird in den nachfolgenden Kapiteln eingegangen.

Für das grobe Zuschneiden der Proben kommt eine Jean Wirtz Cuto 20 zum Einsatz, als Präzisionstrennmaschine wird eine Struers Accutom 100 verwendet.

4.3 Wärmebehandlung im Dilatometer

Für die Wärmebehandlung der Proben wird das Abschreckdilatometer Bähr DIL 805 eingesetzt. In einer geschlossenen Kammer finden Aufheiz- und Haltevorgang unter Vakuumatmosphäre statt. Der Energieeintrag beim Aufheizen erfolgt über eine Induktionsspule, wobei die Probentemperatur über ein Thermoelement gemessen wird. Zum Abschrecken wird Argon auf die Probe geblasen.

4.3.1 Wärmebehandlungsparameter

Das Dilatometer wird zur Wärmebehandlung im Zuge zweier Versuchsreihen verwendet. Die zur quantitativen Auswertung bestimmten SEM-Proben (SEM 530°C_i, SEM 530°C_a, SEM 570°C_a) werden einem einstufigen Prozess unterzogen, der einem industriellen Homogenisierungsverfahren nachempfunden ist. Aufheiz-, Halte- und Abkühlphase verlaufen linear. Die Proben unterscheiden sich durch die unterschiedliche Homogenisierungstemperatur. Die Parameter des Temperaturprofils werden in Abbildung 8 grafisch veranschaulicht.

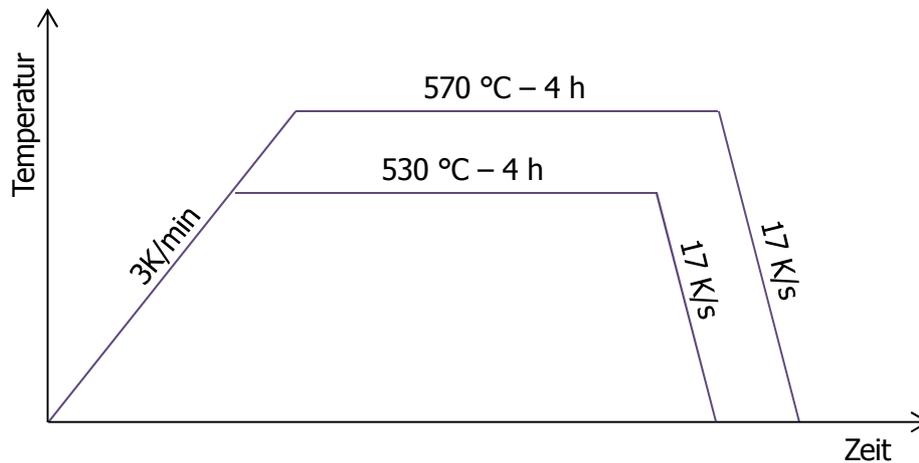


Abbildung 8: Prozessparameter der Proben SEM 530°C_i, SEM 530°C_a und SEM 570°C_a

Weiters sollen mit den TEM-Untersuchungen (TEM 300°C, TEM 350°C, TEM 400°C, TEM 425°C, TEM 450°C) die Nukleationstemperatur der Dispersoide sowie die Art ihrer Nukleation bestimmt werden. Dazu folgt auf den linearen Aufheizvorgang lediglich ein kurzer Halteschritt von zehn Sekunden, um die Höchsttemperatur zu stabilisieren, bevor der Quenchvorgang beginnt und das Gefüge „eingefroren“ wird. Die Versuchsparemeter sind in Abbildung 9 schematisch zusammengefasst.

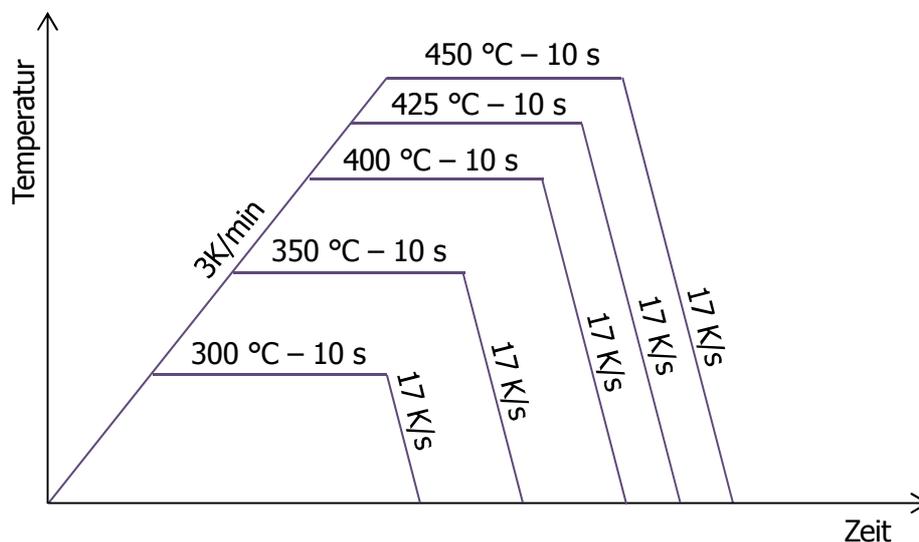


Abbildung 9: Parameter der Proben TEM 300°C, TEM 350°C, TEM 400°C, TEM 425°C und TEM 450°C

4.4 Metallographie

Vor der Untersuchung mittels SEM-Mikroskopie werden die industriell homogenisierten Referenzproben sowie die im Dilatometer behandelten SEM-Proben in dem elektrisch

leitfähigen Zwei-Komponenten-Einbettmittel Cloeren Technology CEM 3070, bestehend aus Pulver und Flüssigkeit, eingebettet. Der Schleif- und Poliervorgang wird mit dem Gerät Struers TegraPol 31 bei Einzelprobenpräparation durchgeführt. Die genaue Abfolge der Schleif- und Polierschritte kann Tabelle 3 entnommen werden. Eine detaillierte Anleitung zur Probenpräparation findet sich auch im Anhang A.1. Abschließend wird zweimal für je zehn Minuten die Endpolierscheibe MD-Chem mit Körnung $<1 \mu\text{m}$ mit einer Oxidsuspension auf Basis von SiO_2 -Kristallen als Poliermittel verwendet, wobei geringe Zusätze von Ammoniak und Wasserstoffperoxid erfolgen. Ein halber Liter des Poliermittels setzt sich demnach aus 28 ml Struers OP-S, 470 ml H_2O , 1 ml NH_3 und 1 ml H_2O_2 zusammen.

Nach dem letzten Polierschritt weicht die verwendete Methodik von der Al-Standard-Präparation dahingehend ab, dass die Proben jeweils für zwei Minuten in ein Ultraschallbad mit Ethanol eingelegt werden. Das geschieht, um mögliche Poliermittelrückstände von der Schlifffläche zu entfernen, die andernfalls die softwaregestützte Bildauswertung erheblich beeinträchtigen können, da sie auf SEM-Aufnahmen den Dispersoiden in Form, Größe und Farbe ähneln. Abschließend werden die Proben mit dem Fön getrocknet und mit einer Schutzkapsel vor Umwelteinflüssen wie Zerkratzen und der Ablagerung von Staub geschützt.

Tabelle 3: Schleif- und Polierparameter bei Einzelprobenpräparation mit TegraPol 31

Körnung	Schleif-/Polierscheibe	Dauer	Kraft	U/min	Schmiermittel	Poliersuspension
# 320	SiC-Folie	10 s	25 N	300 U/min	Wasser	-
# 500	SiC-Folie	10 s	20 N	150 U/min	Wasser	-
# 1000	SiC-Folie	1 min	15 N	150 U/min	Wasser	-
9 μm	MD-Largo	6 min	20 N	300 U/min	DP-Blau	DP-Susp. P, 9 μm
6 μm	MD-Dur	6 min	20 N	150 U/min	DP-Blau	DP-Susp. P, 6 μm
3 μm	MD-Mol	6 min	10 N	150 U/min	DP-Blau	DP-Susp. P, 3 μm
1 μm	MD-Nap	8 min	10 N	150 U/min	DP-Blau	DP-Susp. P, 1 μm
$< 1 \mu\text{m}$	MD-Chem	2x 10 min	10 N	150 U/min	-	OP-Susp., 0,25 μm + Chem.

Die Proben für die TEM-Mikroskopie werden nach der Wärmebehandlung mechanisch gedünnt. Dabei kommt ein Dimple-Grinder zum Einsatz. Abschließend erfolgt das Ionendünnen mittels Precision Ion Polishing System (PIPS).

4.5 Mikroskopie

Zur Beurteilung und quantitativen Analyse der Gefügebestandteile kommen sowohl Aufnahmen mit dem Rasterelektronenmikroskop (SEM = scanning electron microscope), als auch dem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) zum Einsatz.

Bei dem verwendeten Rasterelektronenmikroskop handelt es sich um ein FEI Quanta 250 FEG. Es wird ein Circular Backscattered Detector (CBS-Detektor) verwendet. Die Hochspannung wird auf 4,0 kV eingestellt. Die Bilder werden mit 10.000-facher Vergrößerung sowie in Farbe erstellt. Es wird eine Auflösung von 3072 x 2207 Pixel verwendet. Die Bilder müssen schließlich in einem Dateiformat gespeichert werden, das nicht zu „lossy compression“ führt [30]. Würden die erstellten Bilder beispielsweise als JPEG-Datei abgespeichert, gingen Bildinformationen bei der Kompression irreversibel verloren. Um die Bilder ohne Informationsverlust prozessieren zu können, müssen sie in einem Bilddateiformat wie TIFF oder PNG gespeichert werden. Im Anhang A.2 wird näher auf die Bilderstellung mittels SEM eingegangen. Das verwendete Transmissionselektronenmikroskop ist ein FEI TECNAI F20.

Im Zuge der Versuchsdurchführung hat sich herausgestellt, dass die Auflösung lichtmikroskopischer Aufnahmen für die quantitative Auswertung zu gering ist, weshalb die Ermittlung der Dispersoidgrößenverteilung anhand von SEM-Bildern implementiert wurde. Für die qualitative Analyse der Dispersoide im Keimstadium wurde die Transmissionselektronenmikroskopie herangezogen, da hierfür wiederum die Auflösung des Rasterelektronenmikroskops nicht ausreichend war. Für die ebenfalls erfolgte quantitative Auswertung im Nukleationsstadium wurden TEM-Dunkelfeldaufnahmen verwendet.

4.6 Auswertemethoden

Bei der Auswertung der mikroskopischen Aufnahmen wird zwischen der qualitativen Beurteilung der TEM-Bilder und der softwarebasierten quantitativen Analyse unterschieden. Werden Dispersoide gefunden, so kann auch eine quantitative Auswertung der TEM-Bilder nach demselben Schema erfolgen, wie es für die SEM-Aufnahmen in den folgenden Kapiteln beziehungsweise detailliert im Anhang A.3 beschrieben wird, um Aussagen über die Dispersoidverteilungsdichte im Anfangsstadium der Ausscheidungsbildung zu erlangen.

4.6.1 ImageJ und Plugin Trainable WEKA Segmentation

Zur quantitativen Analyse der SEM- und TEM-Bilder wird die Bildverarbeitungssoftware ImageJ in Form der Distribution Fiji in Verbindung mit dem Plugin Trainable WEKA Segmentation verwendet [31–34]. Mit diesem Plugin können die mikroskopischen Aufnahmen in verschiedene Klassen eingeteilt und die Dispersoide vom Hintergrund getrennt werden. Es wird schrittweise ein Classifier trainiert, indem signifikante Stellen markiert und manuell auf die entsprechenden Klassen aufgeteilt werden. Der Algorithmus lernt daran, selbständig Kriterien zu erkennen, anhand derer die Bilder klassiert werden sollen. Classifier können an mehreren Bildern trainiert werden, um sichtbare Unterschiede, wie Helligkeit oder Kontrast, sowie mit freiem Auge weniger zugängliche Abweichungen möglichst auszugleichen. Auf diese Weise ist es möglich, verschiedene Aufnahmen, auch über die Trainingsbilder hinaus, damit auszuwerten. Natürlich nimmt der Anwender durch die Auswahl, welche Bildbereiche welcher Klasse zuzuordnen sind, Einfluss auf den Klassierungsalgorithmus. Dadurch tritt eine menschliche Fehlerkomponente auf, die bei der Einschätzung der Ergebnisse nicht außer Acht gelassen werden darf, worauf in Kapitel 5.2.1.1 näher eingegangen wird.

Mit dem Programm ImageJ selbst werden dann die einzelnen Dispersoide gezählt, vermessen und die Daten können als CSV-Datei exportiert werden. Eine umfassende Anleitung zur Auswertung der mikroskopischen Bilder mit der Software wird im Anhang A.3 beschrieben.

4.6.2 Erstellung der Verteilungsdiagramme in Microsoft Excel

Die Anzahl der Dispersoide und die Größe ihrer von der Bildebene geschnittenen Querschnittsfläche werden in Microsoft Excel eingespeist. Hier erfolgt die weitere Verarbeitung der Daten, um eine Dispersoidgrößenverteilung zu erhalten, die als Histogramm dargestellt werden kann. Dazu müssen die Dispersoide der Größe nach in Klassen einheitlicher Breite zusammengefasst werden. Um die Größe der Dispersoide vergleichen zu können, wird als einheitliche Kenngröße der Durchmesser des flächengleichen Kreises festgelegt. Die Verwendung dieser Kennzahl als Dispersoiddurchmesser setzt voraus, dass die Dispersoide als näherungsweise kugelförmig angenommen werden können. Der Dispersoiddurchmesser d in nm wird demnach gemäß der folgenden Formel berechnet:

$$d [nm] = 2 * \sqrt{\frac{Area [\mu m^2]}{\pi}} * 1000$$

Die verwendete Klassenbreite beträgt bei der Auswertung der SEM-Bilder 10 nm, bei der quantitativen Beschreibung des Nukleationsstadiums mittels TEM-Bilder 1 nm. Die Histogramme werden darüber als diskontinuierliche Anzahldichteverteilung abgebildet. Um die Teilchenzahl pro mm^2 zu erhalten, müssen die Dispersoidzahlen durch den Bildausschnitt in mm^2 dividiert werden. Bei der Untersuchung der Daten der SEM-Bilder werden die Klassen bis 50 nm vernachlässigt, da es sich dabei in hohem Ausmaß um fragmentiert dargestellte Dispersoide handelt, die bei der Klassierung mit dem WEKA-Plugin zerrissen wurden, sowie um einzelne Pixel, die eigentlich dem Hintergrund zugeordnet hätten werden müssen. Bei der Analyse der Histogramme der TEM-Bilder mit ihrer höheren Auflösung und Vergrößerung werden aus demselben Grund die detektierten Teilchen unter 1 nm ausgespart. Der untersuchte Bildausschnitt der SEM-Bilder beträgt $41,51 \times 27,68 \mu\text{m}$, die Auflösung 74 Pixel pro μm . Bei den TEM-Aufnahmen weist der Bildausschnitt bei einer Auflösung von 3 Pixel pro nm eine Größe von $1365 \times 1365 \text{ nm}$ auf.

Weiters ist dabei zu beachten, dass die in den SEM-Aufnahmen abgebildete Schliifffläche die Dispersoide nicht stets an der Stelle der größten Ausdehnung schneidet, sondern gleich große Partikel mitunter verschieden groß dargestellt werden. Da es sich bei dem vorliegenden um ein polydisperses System handelt, überlagert sich dieser Effekt für unterschiedlich große Dispersoide dahingehend, dass auch verschieden große Teilchen die gleiche Querschnittsfläche aufweisen können. Dadurch entsteht ein statistischer Fehler, der die Ergebnisse bei absoluter Betrachtung beeinträchtigt, und der grundsätzlich über verschiedene Verfahren korrigiert werden kann [35,36]. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit ist dies allerdings nicht erforderlich, da die betrachteten Ergebnisse nur relativ zu einander beurteilt und verglichen werden und sich der Fehler somit im Mittel aufhebt.

5 Ergebnisse und Diskussion

5.1 Nukleationsmechanismus

Die TEM-Untersuchungen der im Dilatometer aufgeheizten Proben ermöglichen eine qualitative Beurteilung der Gefügebestandteile bei unterschiedlichen Temperaturen. Die Parameter der Prozessführung können Abbildung 9 entnommen werden. Den Ausgangspunkt für die Versuche bildet der Gusszustand (TEM Guss). Hier besteht das Gefüge hauptsächlich aus Al-Matrix, die stark von Versetzungen durchzogen ist, wie in Abbildung 10 zu sehen. Außerdem sind große, runde Ausscheidungen zu bemerken, bei denen es sich vermutlich um α -Al(CrFeMn)Si-Phasen an den Korngrenzen handelt, wo sich besonders viele Versetzungen stauen. Solche α -Phasen wurden im Gusszustand auch von Li et al. an den Korngrenzen beobachtet [11]. Dagegen sind nur vereinzelt β' -Nadeln zu finden, wie zum Beispiel mit Pfeil B in Abbildung 10 markiert, was für eine gute Übersättigung der Matrix mit Legierungselementen nach der Abkühlung aus dem Guss spricht.

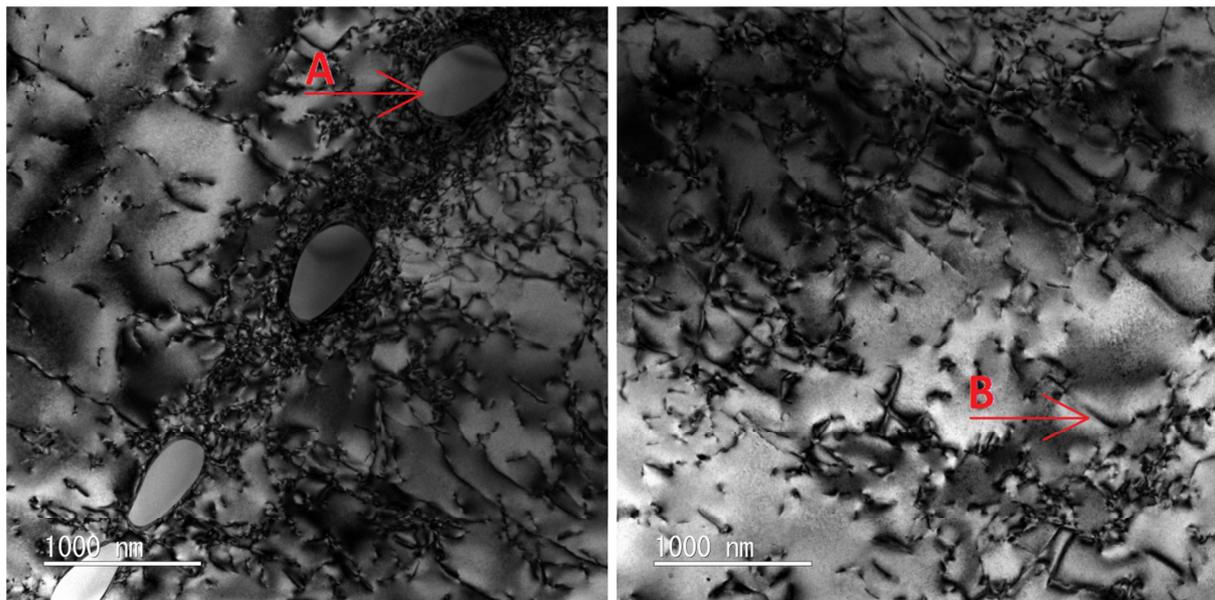


Abbildung 10: TEM-Aufnahmen im Gusszustand der Probe TEM Guss; Pfeil A: Korngrenzenausscheidung (vermutlich α -Al(CrFeMn)Si), Pfeil B: Mg-Si-Ausscheidung (vermutlich β')

Die Mikrostruktur der Proben TEM 300°C bzw. TEM 350°C ist in Abbildung 11 dargestellt. Erfolgt ein Aufheizen auf diese Temperaturen, treten vermehrt nadelige Ausscheidungen auf, zwischen denen Versetzungen bemerkt werden können. Obwohl die Kristallstruktur der Ausscheidungsphase nicht bestimmt werden konnte, kann vermutet werden, dass es sich

dabei um β' -Nadeln handelt. Diese Annahme stimmt mit Österreicher et al. überein, die die Temperatur der β' -Ausscheidungsbildung mit etwa 250°C benennen [22]. Lodgaard und Ryum geben den Bereich der Bildung der β' -Phase mit 100°C bis 350°C an [9]. Neben der Zuschreibung als β' -Phase ist auch denkbar, dass es sich dabei um eine in der Zusammensetzung modifizierte Mg-Si-Verbindung handelt. Beispielsweise entsteht Lodgaard und Ryum zufolge ab 350°C auf den β' -Nadeln die „u-phase“, die neben Mg und Si auch Al, Fe, Mn und Cr beinhaltet [9]. Im Folgenden werden die betreffenden nadeligen Ausscheidungen der besseren Übersicht halber als β' -Phase bezeichnet.

Da im Gusszustand kaum β' -Ausscheidungen bemerkt werden, müssen die betrachteten Ausscheidungen während des Aufheizvorgangs entstanden sein. Die β' -Nadeln sind zueinander rechtwinklig und entlang der $\langle 100 \rangle$ -Richtung der Al-Matrix ausgerichtet, worauf in der Literatur vielfach hingewiesen wird [7,9,11,16,18,24,37]. Zur Dispersoidbildung hingegen kommt es bei 300°C respektive 350°C noch nicht.

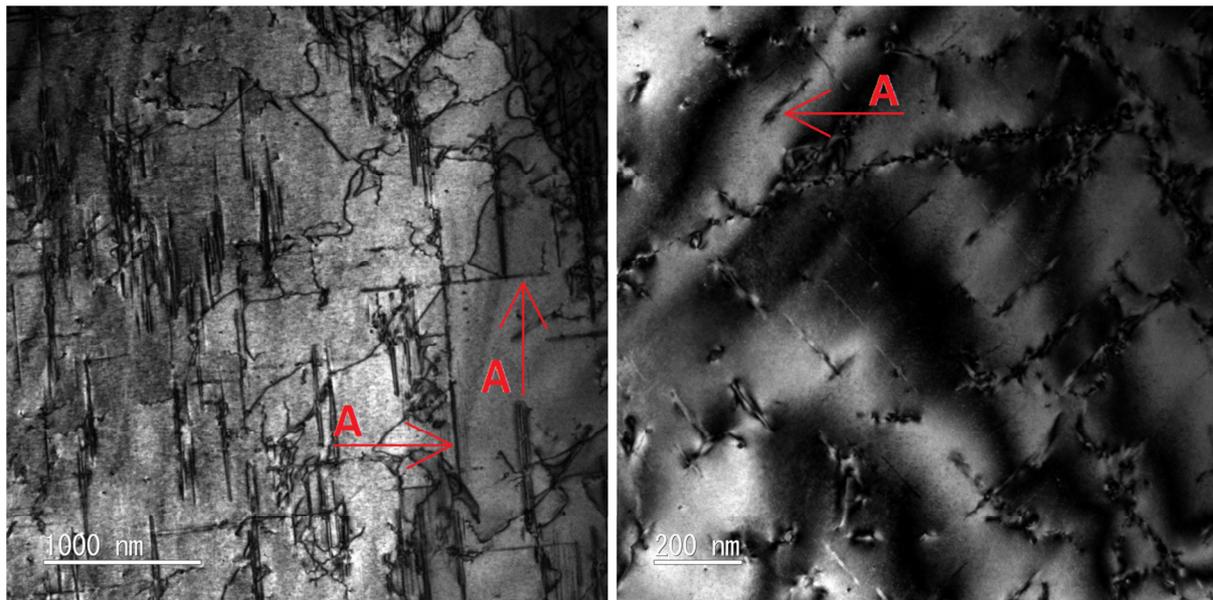


Abbildung 11: TEM-Aufnahmen der Proben TEM 300°C (links) und TEM 350°C (rechts); Pfeile A: Mg-Si-Ausscheidungen (vermutlich β')

Erst ab der nächsten Temperaturstufe bei 400°C (TEM 400°C) können neben den β' -Ausscheidungen Dispersoide identifiziert werden. Die Temperatur, oberhalb der sich Dispersoide ausscheiden, liegt damit in einem Temperaturfenster, das mit den Ergebnissen anderer Untersuchungen, wonach die Dispersoidbildung ab ca. 350°C beginnt, in guter Übereinstimmung steht [13,27,28]. Lodgaard und Ryum geben mit 400°C bis 460°C eine leicht höhere Temperatur für den Beginn der Dispersoidbildung an [9]. Wie die linke Seite von

Abbildung 12 veranschaulicht, liegen die Dispersoide in einem scheinbar rechtwinkligen Raster vor, ganz ähnlich wie die β' -Ausscheidungen, was vermutlich auf den Keimbildungsmechanismus zurückgeführt werden kann. Die rechte Seite von Abbildung 12 gibt darüber Aufschluss. Es ist eine β' -Nadel zu sehen, entlang der sich runde α -Al(CrFeMn)Si-Dispersoide gebildet haben. Daneben können weitere Dispersoide erkannt werden, die kettenartig angeordnet sind. Daher ist es wahrscheinlich, dass auch diese Ausscheidungen ursprünglich an β' -Nadeln angelagert waren, die sich inzwischen aufgelöst haben, sodass die thermisch stabilen Dispersoide zurückbleiben. Diese Beobachtung stimmt gut mit den Ergebnissen anderer Untersuchungen überein, die β' -Ausscheidungen als bevorzugte Keimstellen der Dispersoide nennen [16,18].

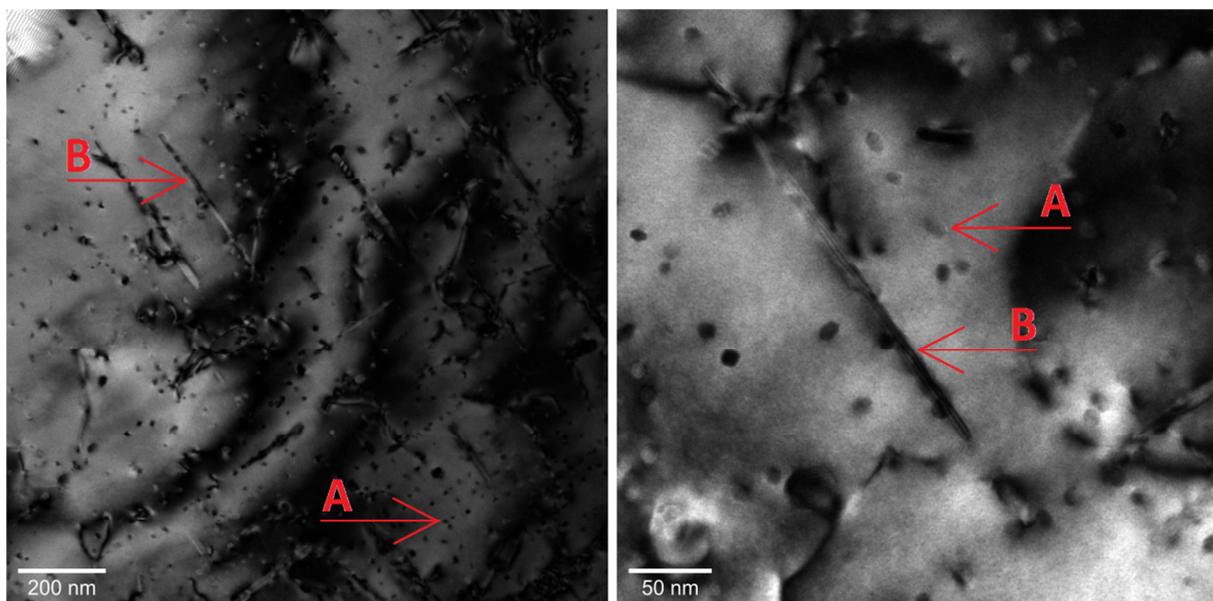


Abbildung 12: TEM-Aufnahmen der Probe TEM 400°C; Pfeile A: α -Al(CrFeMn)Si-Dispersoide in rechtwinkligem Raster kettenartig aufgereiht, Pfeile B: Mg-Si-Ausscheidungen (vermutlich β')

Bei weiterer Temperatursteigerung auf 425°C (TEM 425°C) fällt auf, dass die Zahl der β' -Ausscheidungen abnimmt, während die Dispersoide augenscheinlich vergrößern, wie Abbildung 13 zeigt. Diese Entwicklung lässt sich mit den Mitteln der Bildauswertung quantifizieren, wie in Kapitel 5.2.3 genauer dargestellt wird.

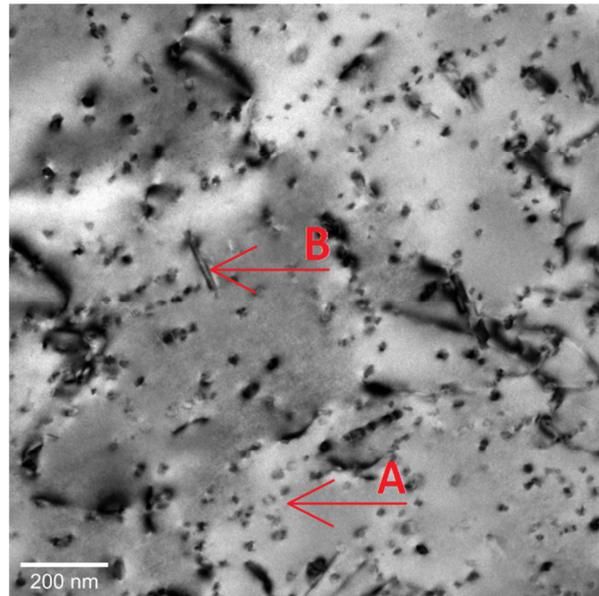


Abbildung 13: TEM-Aufnahme der Probe TEM 425°C; Pfeil A: α -Al(CrFeMn)Si-Dispersoide in rechtwinkligem Raster kettenartig aufgereiht, Pfeil B: Mg-Si-Ausscheidung (vermutlich β')

In Abbildung 14 bei einer Maximaltemperatur von 450°C (TEM 450°C) können schließlich keine β' -Nadeln mehr ausgemacht werden. In der Folge bedeutet das auch, dass es während der Abkühlung zu keiner Ausscheidung von Mg-Si-Phasen mehr kommt. Die Abkühlgeschwindigkeit wurde demnach ausreichend hoch gewählt [25], um Mg-Si-Ausscheidungsbildung während des Abkühlens zu unterbinden.

Die Dispersoide vergrößern zunehmend, wie im vergrößerten Bildausschnitt rechts in Abbildung 14 zu erkennen ist.

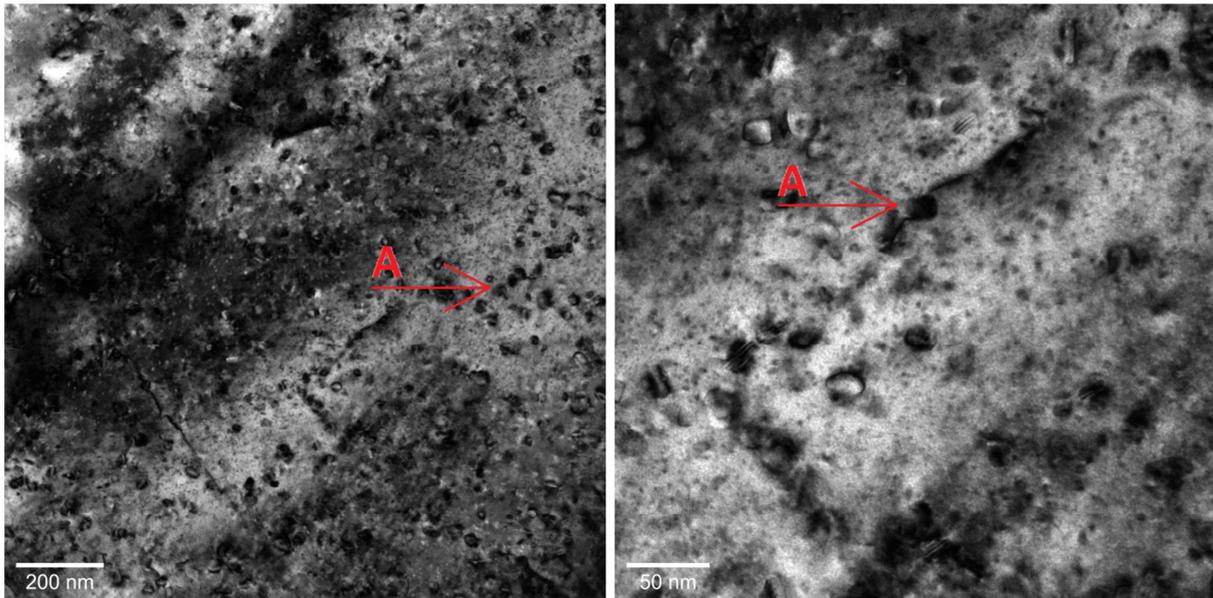


Abbildung 14: TEM-Aufnahmen der Probe TEM 450°C; rechts vergrößerter Bildausschnitt; Pfeile A: α -Al(CrFeMn)Si-Dispersoide

Vor der Durchführung der TEM-Untersuchungen wurden für die Analyse der Gefügebestandteile auch lichtmikroskopische Aufnahmen bzw. SEM-Bilder in Erwägung gezogen. In Abbildung 15 ist eine mit dem Lichtmikroskop erstellte Aufnahme eines industriell homogenisierten Gefüges nach Ätzung mit Flusssäure zu sehen. Zwischen den großen Ausscheidungen an den Korngrenzen und den angrenzenden dispersoidfreien Zonen können zahlreiche Dispersoide wahrgenommen werden, die durch Vergrößerung während der Homogenisierung, verstärkt durch die Ätzung bei der metallographischen Probenpräparation, optisch miteinander verschwimmen. Eine detaillierte qualitative Betrachtung ist daher nicht möglich, vor allem auch, da die Dispersoide im Keimstadium vor Beginn der Vergrößerung ihrer geringen Größe wegen gar nicht erkennbar wären.

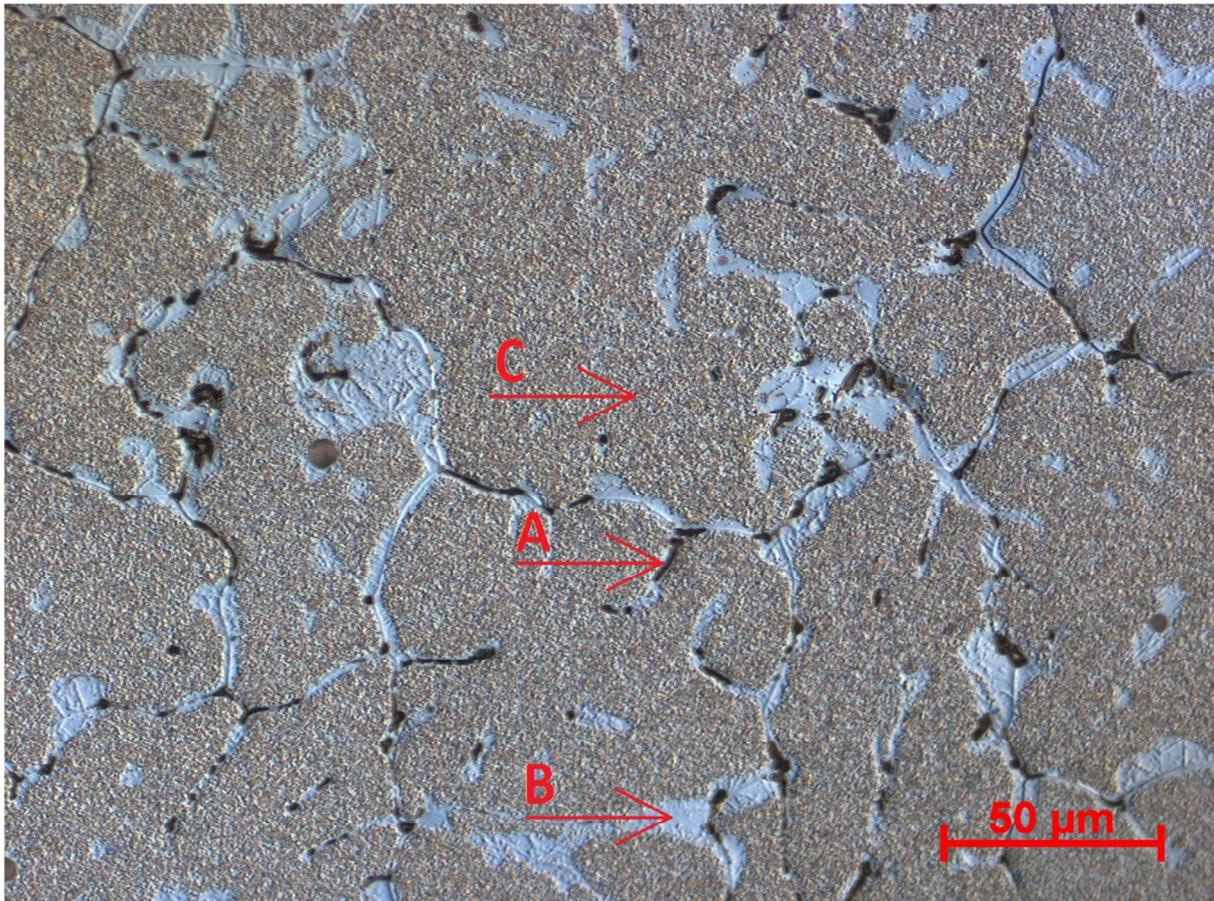


Abbildung 15: lichtmikroskopische Aufnahme einer industriell homogenisierten Probe, vergleichbar zu Hom. Ref_a, nach Ätzung mit 0,5%-HF; Pfeil A: Korngrenzenausscheidung, Pfeil B: dispersoidfreie Zone an Korngrenze, Pfeil C: α -Al(CrFeMn)Si-Dispersoide

Abbildung 16 zeigt im Vergleich dazu die SEM-Aufnahme einer Probe, die derselben Wärmebehandlung unterzogen wurde wie TEM 450°C. Es sind nadelige Mg-Si-Ausscheidungen zu sehen. Bei dem weißen Niederschlag vor allem im oberen Bildbereich handelt es sich vermutlich um Poliermittelrückstände. Wie aus den TEM-Bildern in den Abbildungen 12, 13 und 14 geschlossen werden kann, liegen bei dieser Temperatur bereits Dispersoide vor. Aber auch hier ist die Auflösung gegenüber dem Transmissionselektronenmikroskop zu gering, um die bei diesen Versuchsbedingungen kaum vergrößernden Ausscheidungen sichtbar zu machen.

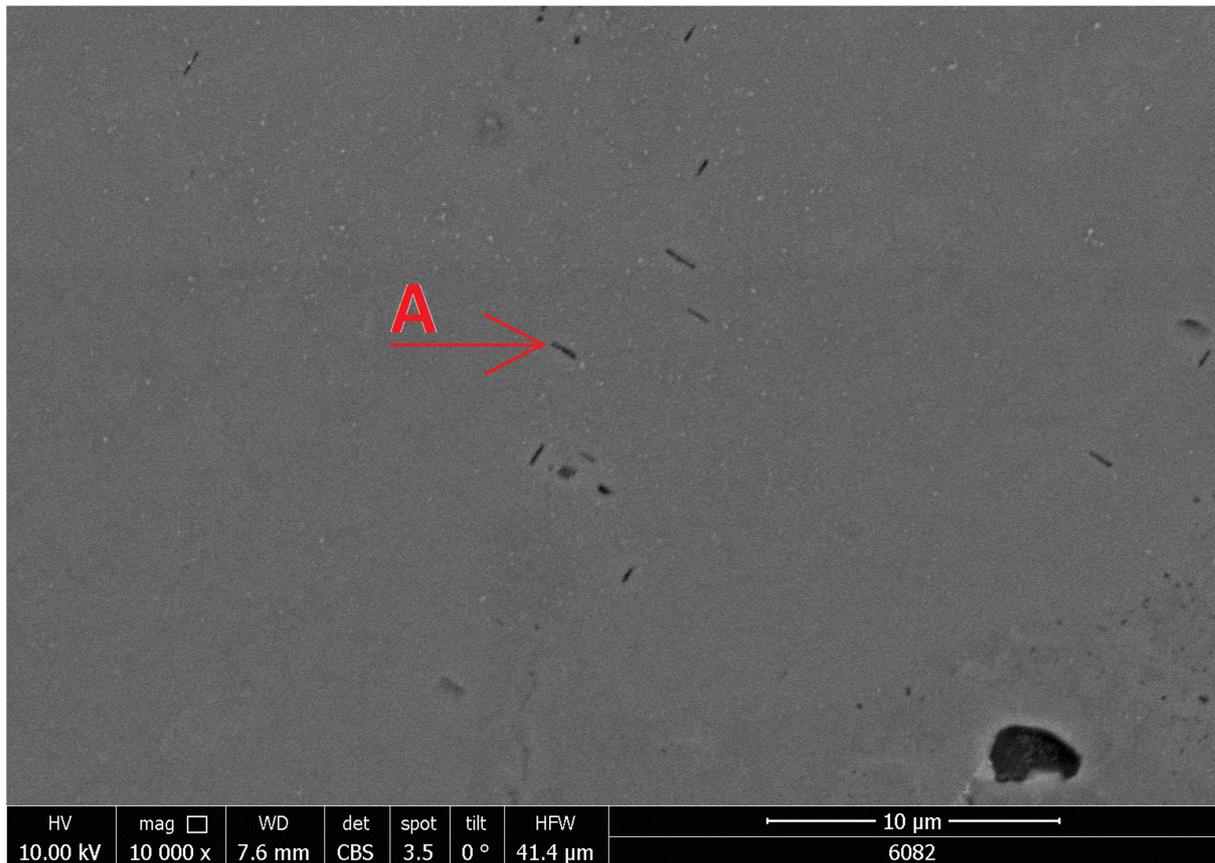


Abbildung 16: SEM-Aufnahme einer Probe vergleichbar zu TEM 450°C; Pfeil A: Mg-Si-Ausscheidung

5.2 Dispersoidgrößenverteilung

Neben der qualitativen Beurteilung ermöglicht die Ermittlung der Dispersoidgrößenverteilung auch eine quantitative Analyse der Gefügeveränderung bei der Homogenisierung. In diesem Kapitel soll zunächst die Aussagekraft der Auswertemethodik überprüft werden. Anschließend wird die Abhängigkeit der Dispersoidverteilungsdichte von unterschiedlichen Homogenisierungstemperaturen untersucht, bevor auf die Verteilung der Dispersoide im Keimstadium eingegangen wird.

5.2.1 Entwicklung und Validierung einer quantitativen Auswertemethodik

Um sicherzustellen, dass bei der quantitativen Analyse der SEM-Aufnahmen sinnvolle und reproduzierbare Ergebnisse erhalten werden, werden die Verteilungen der industriell homogenisierten Referenzproben Hom. Ref_i und Hom. Ref_a einer bekannten 6082-Referenzverteilung eines vergleichbar homogenisierten Gefüges gegenübergestellt. Wie der Ausgangswerkstoff der Versuche wurde auch die Referenzverteilung von der Neuman Aluminium Strangpresswerk GmbH zur Verfügung gestellt [38]. Abbildung 18 zeigt die

Histogramme nebeneinander. Hom. Ref_i bezeichnet die im Zentrum des Barrens entnommene Probe. Die zugehörige Verteilung basiert auf den gemittelten Daten von fünf SEM-Bildern. In Abbildung 17 ist eine Aufnahme exemplarisch dargestellt, die übrigen für die Auswertung verwendeten Bilder werden in Anhang B zusammengefasst. Die hellen Dispersoide sind deutlich zu erkennen, der rote Pfeil weist darauf hin.



Abbildung 17: SEM-Aufnahme der Probe Hom. Ref_i, die zur Erstellung des Histogramms in Abbildung 18 verwendet wurde; der rote Pfeil markiert ein Dispersoid

Die Probe Hom. Ref_a wurde im Randbereich des Barrens entnommen, ihr Histogramm beruht auf zehn SEM-Bildern, die ebenfalls in Anhang B.1 zu sehen sind. Der eingesetzte Classifier wurde an je vier Bildern trainiert. Der Unterschied in der Anzahl der verwendeten Bilder liegt an der schlechteren Auswertbarkeit der Aufnahmen der Probe Hom. Ref_i mit dem gemeinsamen Classifier. Details zur genauen Vorgangsweise bei der Bildauswertung und dem Training des Classifiers können in Anhang A.3.2 nachgelesen werden.

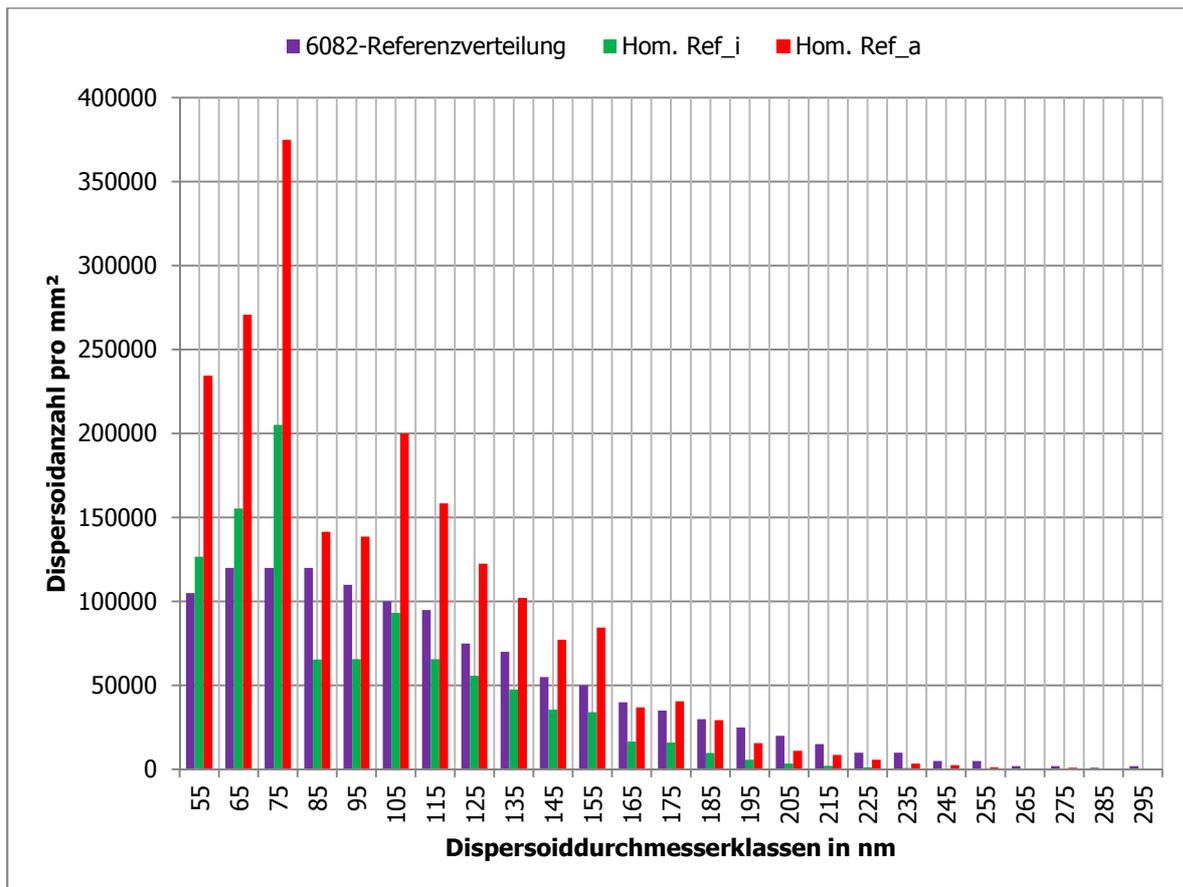


Abbildung 18: Dispersoidgrößenverteilung der Proben Hom. Ref_i und Hom. Ref_a sowie 6082-Referenzverteilung

Die untersuchten SEM-Aufnahmen weisen einen Bildausschnitt mit einer Größe von $41,51 \times 27,68 \mu\text{m}$ auf. Bei dem SEM-Bild in Abbildung 17 beispielsweise werden in diesem Bereich 1421 Dispersoide erkannt. Aus der Anzahl der in diesem Ausschnitt im Mittel gefundenen Dispersoide kann die Dispersoidteilchendichte pro mm^2 berechnet werden, die in Tabelle 4 angeführt ist. Bei der Probe Hom. Ref_a ist sie etwa doppelt so hoch wie bei Hom. Ref_i. Die Verläufe der beiden Histogramme aber ähneln einander. Die Dispersoidteilchendichte der 6082-Referenzverteilung liegt mit ungefähr $1\,200\,000/\text{mm}^2$ zwischen den beiden Proben, sodass alle derselben Größenordnung entsprechen, jedoch näher bei Hom. Ref_i. Auch Strobel et al. geben die Dispersoidteilchendichte für 6082 nach einer Homogenisierung für zwei Stunden bei 570°C mit $1\,200\,000/\text{mm}^2$ an [17]. Aufgrund der Beobachtungen beim Vergleich der Haltetemperaturen mittels SEM-Proben in Kapitel 5.2.2 könnte eine indirekte Abhängigkeit der mittleren Dispersoiddurchmesser von der Dispersoidteilchendichte erwartet werden. Wie aus der Zusammenstellung in Tabelle 4 hervorgeht, ist das jedoch hier nicht der Fall. Bei Hom.

Ref_i fällt beispielsweise der kleinste mittlere Dispersoiddurchmesser mit der geringsten Dispersoidanzahl pro mm² zusammen.

Der Peak der Verteilung befindet sich bei allen drei Histogrammen bei 75 nm, wobei die 6082-Referenzverteilung etwas breiter verläuft. Im Gegensatz zur monomodalen Referenzverteilung weisen die Kurven beider Proben nach einem ersten Peak bei 85 bis 95 nm eine deutliche Verringerung der Dispersoidanzahl auf, die sich aber nicht fortsetzt.

Tabelle 4: mittlerer Dispersoiddurchmesser und Dispersoidteilchendichte pro mm² der Proben Hom. Ref_i, Hom. Ref_a sowie der 6082-Referenzverteilung

Probenbezeichnung	mittlerer Dispersoiddurchmesser in nm	Dispersoidanzahl/mm ²
Hom. Ref_i	95,0	1006443
Hom. Ref_a	99,8	2061886
6082-Referenzverteilung	113,5	1222000

Es kann vermutet werden, dass der „unruhigere“ Verlauf der Histogramme der geringen Zahl an ausgewerteten Aufnahmen der jeweiligen Probe geschuldet ist, worauf in Kapitel 5.2.1.1 ausführlicher eingegangen wird. Als Ursache für den merklichen Unterschied in der Dispersoidanzahl pro mm² kommen darum sowohl die verschieden positionierten Entnahmestellen der Proben, als auch Abweichungen in Frage, die durch das Entnehmen und Untersuchen mehrerer Proben hätten ausgeglichen werden können. Da die Bildausschnitte der Aufnahmen willkürlich ausgesucht wurden, kann außerdem menschlicher Einfluss eine Rolle spielen. Werden Gefügebereiche betrachtet, in denen Korngrenzen stärker vertreten sind, kann das eine geringere Dispersoidanzahl zur Folge haben, da sich vor allem an den Korngrenzen dispersoidfreie Zonen ausbilden [11,18,19,27–29,37,39].

Die Annahme, die höhere Dispersoidanzahl bei Hom. Ref_a würde durch die Homogenisierung im äußeren Bereich des Barrens verursacht, steht jedenfalls im Widerspruch zur Erkenntnis anderer Untersuchungen, wonach eine höhere Heizrate, wie sie im Randbereich des Barrens erwartet werden kann, bei der Homogenisierung zu geringeren Dispersoidzahlen führt [9,18,20]. Remøe et al. hingegen assoziieren bei 6082 höhere Heizraten mit höheren Dispersoidteilchendichten und kleineren Dispersoiddurchmessern [40]. Möglicherweise besteht ein Zusammenhang mit der unterschiedlichen Abkühlrate im Zentrum und am Rand des Barrens nach dem Guss. Dieser Ansatz wird in Kapitel 5.2.2 ausgeführt.

Die drei untersuchten Dispersoidgrößenverteilungen stimmen hinsichtlich der Dispersoidteilchendichte, der Lage des Peaks sowie der Breite der Verteilung in ausreichendem Maße überein, sodass die hier erprobte Auswertemethodik auch bei den nachfolgend angestellten Analysen eingesetzt werden kann.

5.2.1.1 Analyse potentieller Fehlerquellen

Trotz der vorgenannten Ergebnisse der Validierung ist es wichtig, mögliche, bei der quantitativen Auswertung auftretende Fehler zu evaluieren, ihre Ursachen zu ergründen sowie dadurch Schwachstellen der Auswertemethodik zu erkennen.

Das größte Potential, die Aussagekraft der Ergebnisse zu beeinträchtigen, hat wohl der Entfall an Versuchswiederholungen. Aufgrund des großen Zeit- und Arbeitsaufwands bei der Versuchsvorbereitung und -durchführung sowie der anschließenden metallographischen Probenpräparation konnte für jede zu untersuchende Parameterkonstellation nur eine Probe behandelt werden. Dazu kommt, dass sich die Versuche teilweise in mehreren Parametern unterscheiden, sodass für Auswirkungen auf die Resultate mitunter verschiedene Einflussgrößen in Betracht kommen. So unterscheiden sich beispielsweise die Proben SEM 530°C_i und SEM 530°C_a, deren Histogramme in Kapitel 5.2.2 verglichen werden, nicht nur hinsichtlich des Probenentnahmeorts, die Bilder wurden auch mit unterschiedlichen Classifiern ausgewertet. Auch die in Kapitel 5.2.3 behandelten TEM-Proben wurden mit je einem eigenen Classifier untersucht.

Da sich die softwaregestützte Auswertung der Bilder ebenfalls sehr zeitintensiv gestaltet, ist auch die Zahl der pro Probe untersuchten SEM- und TEM-Aufnahmen begrenzt. Vor allem die Zahl der TEM-Aufnahmen fällt mit zwei bis vier ausgewerteten Bildern gering aus, zumal hier die für die qualitative Betrachtung herangezogenen Bilder aufgrund von Kontrastproblemen nicht verwendet werden konnten und auf Dunkelfeldaufnahmen zurückgegriffen werden musste, die teilweise auch denselben Bildausschnitt bei unterschiedlicher Belichtung und Kontrast zeigen. Die geringe Zahl an Datensätzen, über die bei der Erstellung der Histogramme gemittelt werden kann, ist möglicherweise auch für den „unruhigen“ Verlauf der Dispersoidgrößenverteilungen mitverantwortlich.

Zudem variiert die Anzahl der ausgewerteten Bilder miteinander verglichener Proben in Abhängigkeit von der jeweiligen Kompatibilität mit dem gemeinsamen Classifier. Obwohl offensichtliche Ausreißer der Datensätze vorab aussortiert wurden, ergibt sich daraus ein

verschieden starker Einfluss von Messungenauigkeiten auf die über die verwendeten Datensätze gemittelten Histogramme der Versuche.

Eine weitere relevante Fehlerquelle entsteht durch menschlichen Einfluss auf den Untersuchungsprozess. Zum einen wurde der Bildbereich der mikroskopischen Aufnahmen manuell und willkürlich ausgewählt. Das geschah mit dem Ziel, sowohl Kratzer im Bildbereich zu minimieren, um die Auswertbarkeit zu verbessern, als auch Bereiche an Korngrenzen zu vermeiden. Denn dort bilden sich während der Homogenisierung mitunter dispersoidfreie Zonen aus [11,18,19,27–29,37,39]. Werden Bereiche mit einer insgesamt höheren Dispersoidteilchendichte ausgewertet, hat das eine aussagekräftigere Dispersoidgrößenverteilung zur Folge, da der statistische Fehler bei einer größeren Probenzahl kleiner ausfällt. Andererseits suggerieren die Ergebnisse dadurch eine generell höhere Dispersoidteilchendichte, wenn die Ergebnisse von dispersoidreicheren Bildausschnitten auf das gesamte Gefüge übertragen werden. Die Anwendbarkeit der erhaltenen Ergebnisse ist daher vermutlich auf die Bereiche im Inneren der Körner besser gegeben.

Darüber hinaus muss auch der Einfluss des Anwenders auf das Training des Classifiers berücksichtigt werden. Während des Trainings wird entschieden, welche Bildbereiche als Dispersoide markiert, welche dem Hintergrund zugeordnet werden. Da es durchaus möglich erscheint, dass von verschiedenen Personen trainierte Classifier zu unterschiedlichen Resultaten führen können, ist es sinnvoll, die Ergebnisse nicht isoliert zu betrachten, sondern einander gegenüberzustellen, besonders da hier für das Training der verwendeten Classifier ausschließlich der Autor der vorliegenden Arbeit verantwortlich zeichnet.

Ein anderer Grund, die erhaltenen Ergebnisse nicht absolut, sondern nur relativ zu einander zu betrachten, wird durch das Problem vorgegeben, dass die Schlifffläche die Dispersoide, entgegen der für die Berechnung der Teilchengröße verwendeten Annahme, nicht stets an der Stelle ihrer größten Ausdehnung schneidet. Auf dieses Phänomen wurde bereits in Kapitel 4.6.2 hingewiesen und dort ausführlicher erläutert. Die Korrektur des resultierenden statistischen Fehlers kann entfallen, wenn die Dispersoidgrößenverteilungen der einzelnen Versuche stets in Relation zueinander gesetzt werden.

Außerdem muss beachtet werden, dass die Verwendung der mittleren Dispersoiddurchmesser auf der Näherung kugelförmiger Dispersoide basiert. Weicht die tatsächliche Form der Dispersoide von diesem Ideal bei verschiedenen Proben unterschiedlich stark ab, wird die Vergleichbarkeit der Ergebnisse in Mitleidenschaft gezogen. Dieses Problem tritt beispielsweise

beim Vergleich von TEM- und SEM-Proben auf, da die Dispersoide im Keimstadium der Kugelform ähnlicher sind, als im vergrößerten Zustand nach einer Haltezeit bei höheren Temperaturen.

5.2.2 Vergleich verschiedener Homogenisierungstemperaturen

Um die Auswirkungen verschiedener Haltetemperaturen bei der Homogenisierung unter gleich bleibender Aufheiz- und Abkühlrate zu beleuchten, stehen die Dispersoidgrößenverteilungen dreier Proben im Zentrum der quantitativen Untersuchungen. Die Auswertung der Aufnahmen der Proben SEM 530°C_a und SEM 570°C_a, die dem gleichen Probenentnahmeort entstammen, erfolgt mit demselben Classifier, der an je vier Bildern trainiert wurde. Für SEM 530°C_a und SEM 570°C_a wurden acht respektive neun SEM-Aufnahmen zur Auswertung verwendet, die in Anhang B.2 aufgeführt sind. Die aus diesen Daten erhaltenen gemittelten Histogramme sind in Abbildung 19 der 6082-Referenzverteilung gegenübergestellt, die bereits in Kapitel 5.2.1 erklärt wurde.

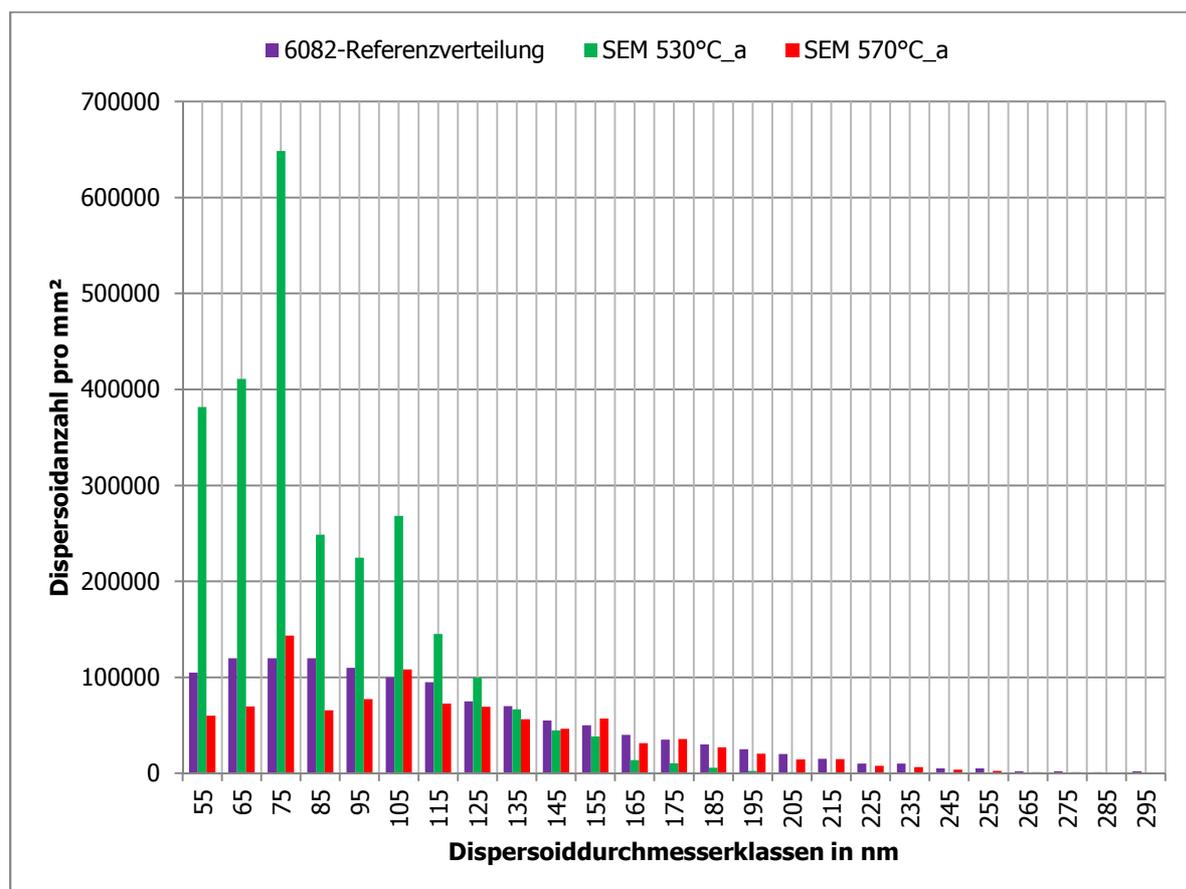


Abbildung 19: Dispersoidgrößenverteilung der Proben SEM 530°C_a, SEM 570°C_a sowie 6082-Referenzverteilung

Es ist deutlich zu erkennen, dass die Probe mit der niedrigeren Homogenisierungstemperatur eine schmalere Verteilung mit höherem Peak aufweist. Auch die Dispersoidteilchendichte ist größer, wie aus Tabelle 5 hervorgeht. Die Verteilung der Probe SEM 570°C_a verläuft dagegen breiter und ist damit der 6082-Referenzverteilung ähnlicher. Der Vergleich der mittleren Dispersoiddurchmesser, ebenfalls in Tabelle 5 angeführt, unterstreicht diese Beobachtung. Der Wert der Referenzverteilung liegt dabei zwischen den beiden SEM-Proben, jedoch näher an SEM 570°C_a. Der Peak befindet sich bei allen drei Histogrammen bei 75 nm. Damit fällt das Maximum der Verteilung auch in den Bereich von 50 bis 80 nm, den Remøe et al. für eine bei 575°C homogenisierte Probe als Lage des Peaks angeben [40]. Mit abnehmender Dispersoidanzahl zeichnet sich eine Tendenz zu höheren mittleren Dispersoidgrößen ab. Zur Untersuchung dieser Beziehung sowie der Abhängigkeit der beiden Kenngrößen von der Homogenisierungstemperatur auf etwaige Linearität sind jedoch nicht genügend Daten vorhanden.

Ein Vergleich mit anderen Untersuchungen zeigt, dass höhere Homogenisierungstemperaturen sowie längere Haltezeiten grundsätzlich größere mittlere Dispersoiddurchmesser zur Folge haben [20,22,27,28,41]. Wird die Dispersoidteilchendichte betrachtet, zeichnet sich bei 400°C ein Maximum ab, sodass höhere Homogenisierungstemperaturen zu geringeren Dispersoidzahlen pro mm² führen [22,27,28,41]. Da alle hier betrachteten Proben bei Temperaturen über 400°C behandelt wurden, passen die Ergebnisse dieser Untersuchungen gut zu den eigenen.

Tabelle 5: mittlerer Dispersoiddurchmesser und Dispersoidanzahl pro mm² der Proben SEM 530°C_i, SEM 530°C_a, SEM 570°C_a sowie der 6082-Referenzverteilung

Probenbezeichnung	mittlerer Dispersoiddurchmesser in nm	Dispersoidanzahl/mm ²
SEM 530°C_a	85,6	2610755
SEM 530°C_i	88,3	1605603
SEM 570°C_a	116,2	994394
6082-Referenzverteilung	113,5	1222000

Neben der Probe SEM 530°C_a wird in Abbildung 20 eine weitere bei derselben Homogenisierungstemperatur behandelte Probe betrachtet. SEM 530°C_i unterscheidet sich durch die Probenentnahmestelle im Zentrum des Gussbarrens sowie die Wahl des Classifiers, was einen ersten Einblick in die Einflussnahme dieser Faktoren auf die Ergebnisse ermöglicht, wobei jedoch die beobachteten Effekte nicht auf eine eindeutige Ursache zurückgeführt werden können. Der bei dieser Probe verwendete Classifier wurde an zwei SEM-Bildern

trainiert, die Auswertung erfolgt anhand sechs Aufnahmen. Diese sind in Anhang B.2 dargestellt.

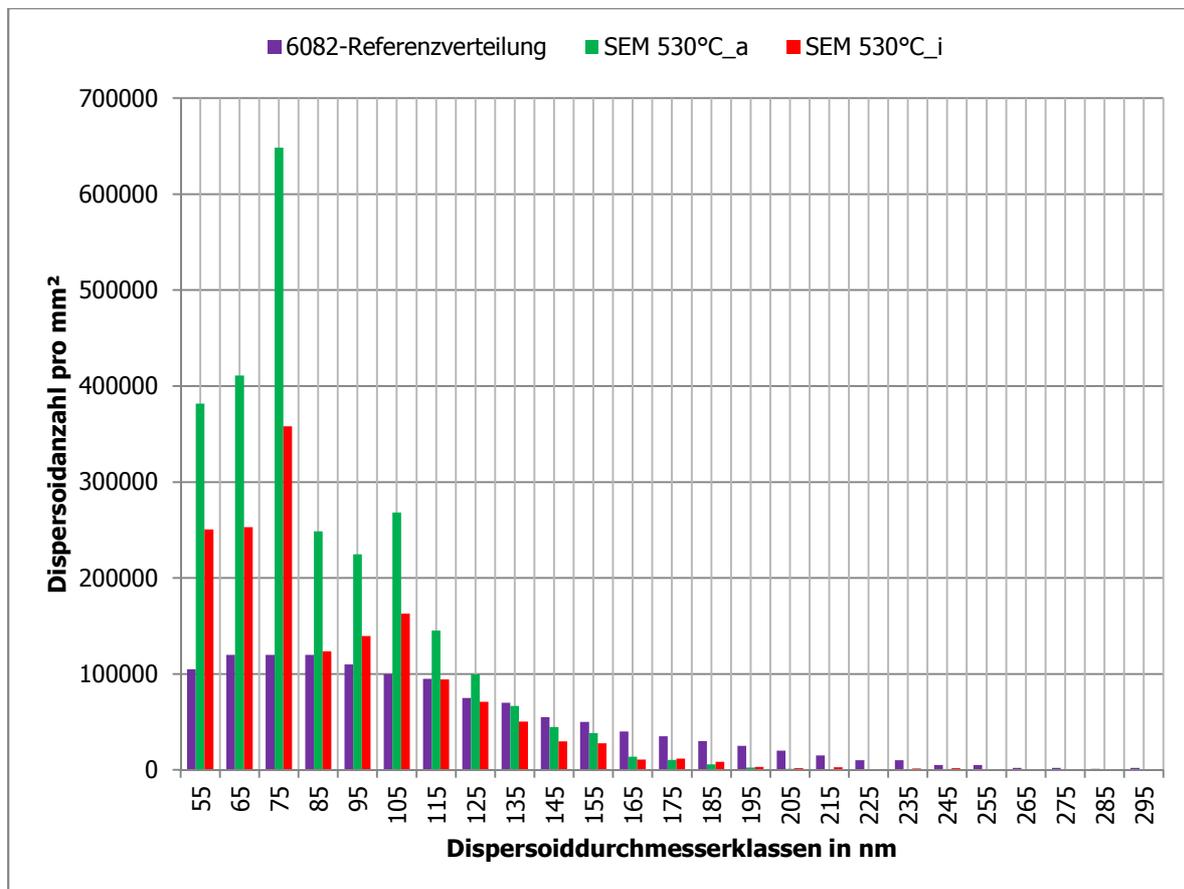


Abbildung 20: Dispersoidgrößenverteilung der Proben SEM 530°C_a, SEM 530°C_i sowie 6082-Referenzverteilung

Im Vergleich der beiden Proben fällt auf, dass die Dispersoidgrößenverteilungen einen sehr ähnlichen Verlauf besitzen, der im deutlichen Gegensatz zur 6082-Referenzverteilung steht. Zwar befindet sich der Peak wiederum bei 75 nm, jedoch fallen die höheren Teilchendichten kleiner Dispersoide gegenüber der Referenz in beiden Proben auf. SEM 530°C_i verfügt über eine geringere Dispersoidanzahl pro mm² und eine augenscheinlich etwas breitere Verteilung als SEM 530°C_a, was sich im geringfügig größeren Dispersoiddurchmesser gemäß Tabelle 5 niederschlägt.

Eine Erklärung der höheren Dispersoidteilchendichte von SEM 530°C_a über die Aufheizrate beim Homogenisieren ist auszuschließen, da die Probenahme vor der Behandlung im Dilatometer erfolgt. Es fällt aber auf, dass beide im Zentrum entnommenen Proben SEM 530°C_i und Hom. Ref_i gleichermaßen geringere Dispersoidteilchendichten aufweisen als die

zugehörigen Vergleichsproben vom Rand des Barren. Ein gemeinsamer Einfluss durch die mit dem Probenentnahmeort korrelierende Heiz- und Kühlrate bei Wärmebehandlungen ist eventuell durch die Abkühlgeschwindigkeit nach dem Guss gegeben. Durch die niedrigere Abkühlrate schreitet die Erstarrungsfront im Zentrum des Barrens langsamer voran als am Rand. Wachsen die Dendriten langsamer, werden die gelösten Legierungselemente vor der erstarrenden Schmelze hergeschoben und können sich leichter an den Korngrenzen anreichern [18]. Demnach gibt es im Randbereich des Barrens eine homogenere Verteilung der Legierungselemente, sodass sich sowohl die β -Phasen, als auch die Dispersoide während der Homogenisierung gleichmäßiger und in größerer Zahl in der Matrix ausscheiden können.

Neben der unterschiedlichen Abkühlgeschwindigkeit ist auch ein Einfluss des Classifiers oder eine zufällige Abweichung zwischen den verschiedenen Proben denkbar. Um die Wirkung aller in Frage kommenden Faktoren zu prüfen, sind weitere Versuche nötig.

5.2.3 Dispersoidverteilungsdichte im Nukleationsstadium

Durch quantitative Auswertung der TEM-Proben kann ein Einblick in die Entwicklung der Dispersoidverteilungsdichte während der Keimbildung und des -wachstums gewonnen werden. In Abbildung 22 sind die Histogramme der Proben TEM 400°C, TEM 425°C sowie TEM 450°C gemeinsam dargestellt, also jene Zustände, bei denen Dispersoide beobachtet werden können. Der qualitative Nukleationsmechanismus wird in Kapitel 5.1 im Detail besprochen.

Die Proben wurden mit unterschiedlichen Classifiern untersucht, wobei für TEM 400°C zwei Bilder ausgewertet wurden, die auch für das Training des Classifiers verwendet wurden. Die Datenbasis von TEM 425°C umfasst vier Bilder, wobei der entsprechende Classifier an einem davon trainiert wurde. Der Classifier bei TEM 450°C wurde an drei Bildern entwickelt und die Verteilung darüber gemittelt. In Abbildung 21 ist exemplarisch eine Aufnahme der Probe TEM 450°C dargestellt, die übrigen für die Erstellung der Histogramme in Abbildung 22 verwendeten Aufnahmen sind in Anhang B.3 zu finden.

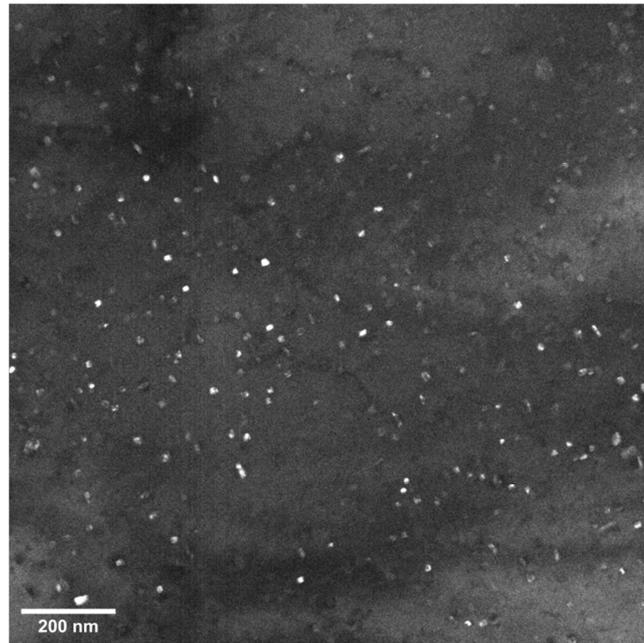


Abbildung 21: TEM-Aufnahme der Probe TEM 450°C, die zur Erstellung des Histogramms in Abbildung 22 verwendet wurde

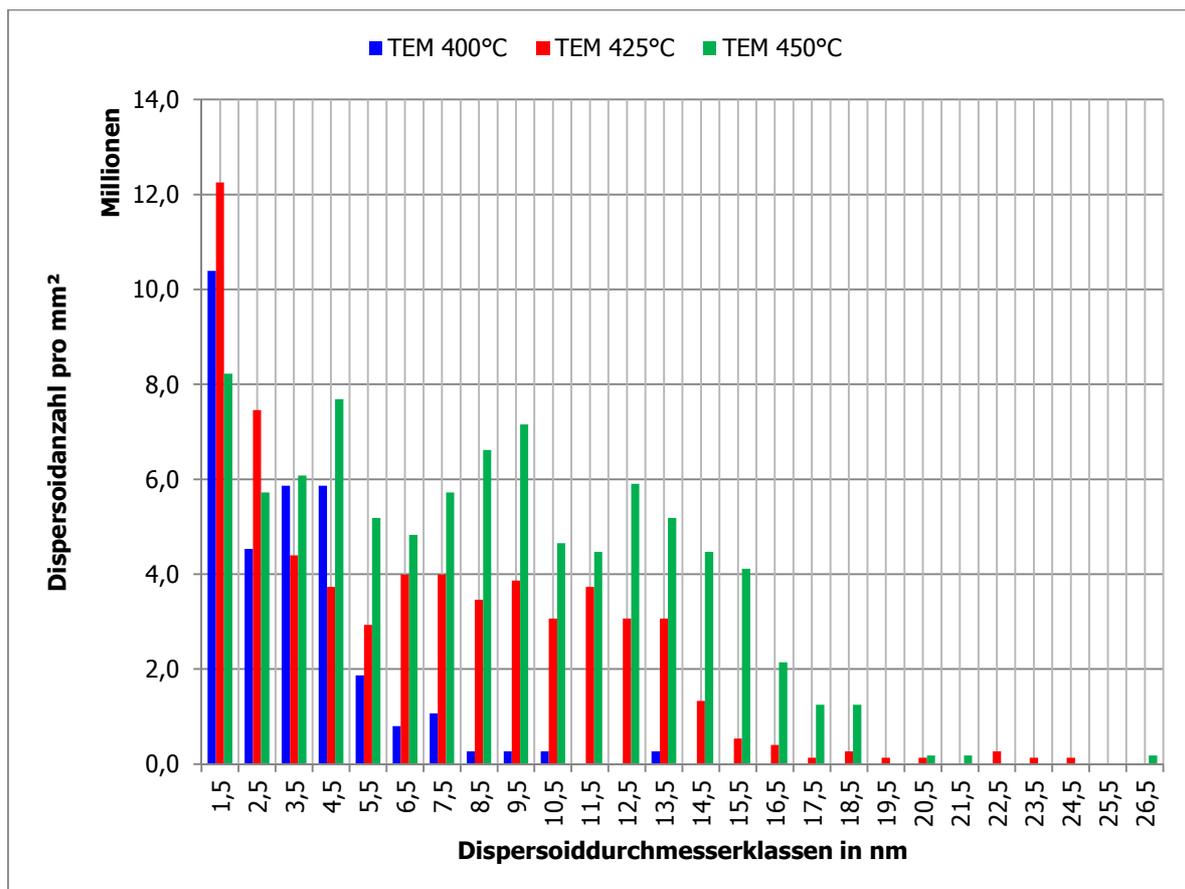


Abbildung 22: Dispersoidgrößenverteilung der Proben TEM 400°C, TEM 425°C und TEM 450°C

Der Vergleich der Histogramme zeigt, dass höhere Maximaltemperaturen eine breitere Dispersoidverteilung, einen größeren mittleren Dispersoiddurchmesser sowie eine größere Dispersoidanzahl pro mm^2 bedingen. Ein klarer Peak kann bei keiner der Verteilungen ausgemacht werden. Der mittlere Dispersoiddurchmesser, die Dispersoidteilchendichte sowie die von der Gesamtheit der Dispersoide in Summe eingenommene Querschnittsfläche pro mm^2 sind für die drei TEM-Proben und die 6082-Referenzverteilung in Tabelle 6 zusammengefasst.

Die untersuchten TEM-Aufnahmen weisen einen Bildausschnitt mit einer Größe von 1365 x 1365 nm auf. Bei dem TEM-Bild in Abbildung 21 beispielsweise werden in diesem Bereich 192 Dispersoide erkannt. Aus der Anzahl der in diesem Ausschnitt im Mittel gefundenen Dispersoide kann die Dispersoidteilchendichte pro mm^2 berechnet werden, um einen Vergleich mit der 6082-Referenzverteilung zu ermöglichen. Dieser liegt zwar eine stark abweichende Wärmebehandlung mit langer Haltezeit bei hohen Temperaturen zugrunde, dennoch liefert der Vergleich der Dispersoidteilchendichten und besonders der gesamten von den Dispersoiden eingenommenen Querschnittsflächen wichtige Indizien für den Verlauf der Abfolge von Keimbildung, -wachstum und Vergrößerung während der Homogenisierung.

Tabelle 6: mittlerer Dispersoiddurchmesser, Dispersoidteilchendichte pro Bildausschnitt bzw. pro mm^2 und Gesamt-Dispersoidquerschnittsfläche der Proben TEM 400°C, TEM 425°C und TEM 450°C sowie der 6082-Referenzverteilung

Probenbezeichnung	mittlerer Dispersoiddurchmesser in nm	Dispersoidanzahl pro Bildausschnitt (1365 x 1365 nm)	Dispersoidanzahl in mm^{-2}	Gesamt-Dispersoidquerschnittsfläche in mm^2/mm^2
TEM 400°C	3,4	59	31432060	0,0016
TEM 425°C	6,7	117	62464559	0,0132
TEM 450°C	8,5	170	91195552	0,0272
6082-Referenzverteilung	113,5	-	1222000	0,0579

Die kontinuierliche Zunahme der Dispersoidanzahl mit steigenden Temperaturen von 400°C bis 450°C ist ein Zeichen, dass im gesamten betrachteten Temperaturintervall neue Dispersoide gebildet werden. Der gleichzeitig zunehmende mittlere Durchmesser weist daher eher auf ein Wachstum der Dispersoide denn auf Vergrößerung hin. Letztere tritt wohl vor allem aufgrund der längeren Haltezeit bei erhöhten Temperaturen auf, unter gleichzeitig deutlicher Abnahme der Dispersoidteilchendichte, wie der Vergleich mit der Referenzverteilung zeigt.

Diese Entwicklung spiegelt sich auch in der Zunahme der Gesamt-Dispersoidquerschnittsfläche pro mm^2 . Auf einen steilen Anstieg in der frühen Phase der Nukleation folgt eine wesentlich langsamere Steigerung im zweiten Temperaturintervall. Die von den Dispersoiden im Bildausschnitt eingenommene Querschnittsfläche besitzt bei 450°C bereits dieselbe Größenordnung wie der Vergleichswert der 6082-Referenzverteilung. Daran lässt sich ablesen, dass die deutliche Zunahme des mittleren Dispersoiddurchmessers hin zur 6082-Referenzverteilung nur durch Vergrößerungsvorgänge, wie die Auflösung einzelner Dispersoide im Zuge der Ostwald-Reifung beziehungsweise deren Agglomeration, erklärt werden kann, zumal der Referenzverteilung das Temperaturprofil einer industriellen Homogenisierung mit einer Haltetemperatur über 500°C und einer Dauer von mehreren Stunden zugrunde liegt.

Die Zunahme der mittleren Dispersoiddurchmesser mit steigenden Temperaturen bei der Homogenisierung steht im Einklang mit den Resultaten anderer Untersuchungen, wie schon in Kapitel 5.2.2 dargelegt [22,27,28,41]. Allerdings gibt es einen Widerspruch hinsichtlich des zu erwartenden Maximums der Dispersoidteilchendichte. Li et al. sowie Li und Arnberg zu Folge sollte die Dispersoidteilchendichte bei Temperaturerhöhung zwischen 400°C und 450°C abnehmen [28,41], wogegen sie in der vorliegenden Studie in diesem Temperaturintervall ansteigt.

Wie schon zuvor bemerkt, ist auch hier eine Einflussnahme durch die verschiedenen Classifier der drei Proben möglich. Besonders bei der Betrachtung der Dispersoidanzahl pro mm^2 und Gesamt-Dispersoidquerschnittsfläche ist Vorsicht geboten, da bereits der Vergleich zwischen SEM 530°C_a und SEM 530°C_i in Abbildung 20 gezeigt hat, dass sich ein möglicher Einfluss des Classifiers nicht notwendigerweise auf den Verlauf der Dispersoidgrößenverteilung auswirken muss, sich aber unter Umständen in einer anderen Dispersoidteilchendichte niederschlagen kann.

6 Zusammenfassung und Conclusio

Durch die vorliegende Arbeit wurden sowohl qualitative, als auch quantitative Aspekte der Dispersoidbildung bei der Homogenisierung einer 6082-Al-Mg-Si-Legierung beleuchtet.

TEM-Aufnahmen von im Dilatometer aufgeheizten Proben geben Aufschluss über die Vorgänge bei der Keimbildung. Ab 400°C kann der Nukleationsmechanismus an nadeligen β' -Ausscheidungen bzw. deren Modifikationen beobachtet werden. Zudem liefert der Vergleich der Gesamt-Dispersoidquerschnittsfläche zwischen verschieden behandelten Proben eine Einschätzung, wann das Dispersoidwachstum in den Prozess der Vergrößerung übergeht. Die quantitative Auswertung von SEM-Bildern mit einer eigens entwickelten Auswertemethodik erlaubt die Beurteilung des Einflusses unterschiedlicher Homogenisierungstemperaturen auf die Dispersoidverteilung im Gefüge.

Es kann daher angenommen werden, dass durch die Wahl einer niedrigeren Homogenisierungstemperatur eine schmalere Dispersoidverteilung mit einer höheren Anzahl an kleineren Dispersoidteilchen eingestellt werden kann. Natürlich muss die Erfüllung der übrigen Aufgaben der Homogenisierung, wie die Auflösung der Mg-Si-Verbindungen, dabei gewährleistet bleiben. Da aus der Entwicklung der Gesamt-Dispersoidquerschnittsfläche weiters vermutet werden kann, dass die Haltezeit der Homogenisierung von Vergrößerung bei gleichzeitiger Abnahme der Teilchenzahl geprägt ist, könnte unter Umständen auch mit einer geringeren Verweildauer während des Homogenisierungsschritts die Dispersoidverteilung in die gewünschte Richtung einer feineren Verteilung gelenkt werden.

7 Ausblick

Weitere Versuche sind erforderlich, um die erhaltenen Ergebnisse zu verifizieren und zu verfeinern. Nicht nur die Wiederholung der getätigten Experimente anhand mehrerer Proben, sondern vor allem die gezielte Untersuchung verschiedener Aspekte kann helfen, das Verständnis der Zusammenhänge zu vertiefen. So sollten die betrachteten Bilder, zum Beispiel, mit verschiedenen Classifiern ausgewertet werden, um den Einfluss auf das Ergebnis besser einschätzen zu können. Ebenso ist eine genauere Erforschung möglicher Unterschiede in der Entwicklung des Gefüges, die sich durch die Lage der Probeentnahmestelle im Barren ergeben, sinnvoll. Auch die kristallographische Zuordnung der Mg-Si-Ausscheidungen, die als Keimstellen für die Dispersoide dienen, steht noch aus.

Zudem kann nach weiteren Optionen gesucht werden, einer möglichst fein verteilten Dispersion an α -Al(CrFeMn)Si-Ausscheidungen näher zu kommen. Eine Möglichkeit scheinen mehrstufige Homogenisierungsverfahren zu sein. Durch eine vorgeschaltete zusätzliche Haltephase bei einer Temperatur am Beginn der Nukleation kann die Zahl der gebildeten Dispersoidkeime eventuell erhöht werden. Basierend auf der Annahme, dass β' -Ausscheidungen als Dispersoidkeimstellen fungieren, kann alternativ eine Haltestufe auf Höhe der β' -Ausscheidungstemperatur in Erwägung gezogen werden.

Schließlich ist fraglich, ob der Übergang vom Dispersoidwachstum zur Vergrößerung bereits während der Aufheizphase oder erst auf der Haltestufe bei der Homogenisierungstemperatur vorstatten geht. Zur Klärung dieser Frage ist in Folgeuntersuchungen die quantitative, vergleichende Evaluierung der Gesamt-Dispersoidquerschnittsfläche bzw. des Volumenanteils der Dispersoide im Gefüge nach dem Aufheizen bzw. Halten notwendig.

8 Literaturverzeichnis

- [1] F. Ostermann, Anwendungstechnologie Aluminium, 3. ed, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2014. <https://doi.org/10.1007/978-3-662-43806-0>.
- [2] L.F. Mondolfo, ed., Aluminum alloys: Structure and Properties, Butterworths, London [u.a.], 1976. <https://doi.org/10.1016/C2013-0-04239-9>.
- [3] J. Zhang, Z. Fan, Y.Q. Wang, B.L. Zhou, Equilibrium pseudobinary Al-Mg₂Si phase diagram, Mater. Sci. Technol. 17 (2001) 494–496. <https://doi.org/10.1179/026708301101510311>.
- [4] V. Fallah, B. Langelier, N. Ofori-Opoku, B. Raesinia, N. Provatas, S. Esmaili, Cluster evolution mechanisms during aging in Al–Mg–Si alloys, Acta Mater. 103 (2016) 290–300. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.09.027>.
- [5] C.D. Marioara, S.J. Andersen, J. Jansen, H.W. Zandbergen, Atomic model for GP-zones in a 6082 Al–Mg–Si system, Acta Mater. 49 (2001) 321–328. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(00\)00302-5](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(00)00302-5).
- [6] S.J. Andersen, H.W. Zandbergen, J. Jansen, C. Træholt, U. Tundal, O. Reiso, The crystal structure of the β'' phase in Al–Mg–Si alloys, Acta Mater. 46 (1998) 3283–3298. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(97\)00493-X](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00493-X).
- [7] R. Vissers, M.A. van Huis, J. Jansen, H.W. Zandbergen, C.D. Marioara, S.J. Andersen, The crystal structure of the β' phase in Al–Mg–Si alloys, Acta Mater. 55 (2007) 3815–3823. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.02.032>.
- [8] S.D. Dumolt, D.E. Laughlin, J.C. Williams, Formation of a modified β' phase in aluminum alloy 6061, Scr. Metall. 18 (1984) 1347–1350. [https://doi.org/10.1016/0036-9748\(84\)90362-4](https://doi.org/10.1016/0036-9748(84)90362-4).
- [9] L. Lodgaard, N. Ryum, Precipitation of dispersoids containing Mn and/or Cr in Al–Mg–Si alloys, Mater. Sci. Eng. A. 283 (2000) 144–152. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(00\)00734-6](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)00734-6).
- [10] N.A. Belov, D.G. Eskin, A.A. Aksenov, Multicomponent phase diagrams, 1. ed., Elsevier, Amsterdam [u.a.], 2005. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-044537-3.X5000-8>.

- [11] J.H. Li, A. Wimmer, G. Dehm, P. Schumacher, Intermetallic phase selection during homogenization for AA6082 alloy, *Philos. Mag.* 94 (2014) 830–846. <https://doi.org/10.1080/14786435.2013.868943>.
- [12] J. Yoo, A. Shan, I. Moon, S. Maeng, A study on composition and crystal structure of dispersoids in AlMgSi alloys, *J. Mater. Sci.* 34 (1999) 2679–2683. <https://doi.org/10.1023/A:1004673321013>.
- [13] N. Bayat, T. Carlberg, M. Cieslar, In-situ study of phase transformations during homogenization of 6005 and 6082 Al alloys, *J. Alloys Compd.* 725 (2017) 504–509. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.07.149>.
- [14] J.A. Blind, J.W. Martin, The effect of dispersoids on the ductile fracture toughness of Al·Mg·Si alloys, *Mater. Sci. Eng.* 57 (1983) 49–54. [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(83\)90026-5](https://doi.org/10.1016/0025-5416(83)90026-5).
- [15] DIN EN 573-3:2013-12, Aluminium und Aluminiumlegierungen - Chemische Zusammensetzung und Form von Halbzeug - Teil 3: Chemische Zusammensetzung und Erzeugnisformen; Deutsche Fassung EN 573-3:2013, 2013. <https://doi.org/10.31030/2066218>.
- [16] H. Farh, K. Djemmal, R. Guemini, F. Serradj, Nucleation of dispersoids study in some Al-Mg-Si alloys, *Ann. Chim. Sci. Des Matériaux.* 35 (2010) 283–289. <https://doi.org/10.3166/acsm.35.283-289>.
- [17] K. Strobel, M.A. Easton, L. Sweet, M.J. Couper, J.-F. Nie, Relating Quench Sensitivity to Microstructure in 6000 Series Aluminium Alloys, *Mater. Trans.* 52 (2011) 914–919. <https://doi.org/10.2320/matertrans.L-MZ201111>.
- [18] R. Hu, T. Ogura, H. Tezuka, T. Sato, Q. Liu, Dispersoid Formation and Recrystallization Behavior in an Al-Mg-Si-Mn Alloy, *J. Mater. Sci. Technol.* 26 (2010) 237–243. [https://doi.org/10.1016/S1005-0302\(10\)60040-0](https://doi.org/10.1016/S1005-0302(10)60040-0).
- [19] M. Cai, J.D. Robson, G.W. Lorimer, Simulation and control of dispersoids and dispersoid-free zones during homogenizing an AlMgSi alloy, *Scr. Mater.* 57 (2007) 603–606. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2007.06.008>.
- [20] R.H. Kemsies, B. Milkereit, S. Wenner, R. Holmestad, O. Kessler, In situ DSC investigation into the kinetics and microstructure of dispersoid formation in Al-Mn-Fe-

- Si(-Mg) alloys, *Mater. Des.* 146 (2018) 96–107. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.03.007>.
- [21] JuAn Corporation Ltd., Aluminium Bar (BE, BD) Extrusion, (n.d.). <http://www.juancorp.com/aluminium-bar-be-bd-extrusion.html> (accessed November 4, 2019).
- [22] J.A. Österreicher, M. Kumar, A. Schiffl, S. Schwarz, G.R. Bourret, Secondary precipitation during homogenization of Al-Mg-Si alloys: Influence on high temperature flow stress, *Mater. Sci. Eng. A.* 687 (2017) 175–180. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.01.074>.
- [23] M. Perez, Gibbs–Thomson effects in phase transformations, *Scr. Mater.* 52 (2005) 709–712. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2004.12.026>.
- [24] K. Strobel, M.A. Easton, M.D.H. Lay, P.A. Rometsch, S. Zhu, L. Sweet, N.C. Parson, A.J. Hill, Quench Sensitivity in a Dispersoid-Containing Al-Mg-Si Alloy, *Metall. Mater. Trans. A.* 50 (2019) 1957–1969. <https://doi.org/10.1007/s11661-019-05130-2>.
- [25] B. Milkereit, M.J. Starink, Quench sensitivity of Al–Mg–Si alloys: A model for linear cooling and strengthening, *Mater. Des.* 76 (2015) 117–129. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.03.055>.
- [26] E. Nes, The effect of a fine particle dispersion on heterogeneous recrystallization, *Acta Metall.* 24 (1976) 391–398. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(76\)90059-6](https://doi.org/10.1016/0001-6160(76)90059-6).
- [27] C. Li, K. Liu, X.-G. Chen, Improvement of elevated-temperature strength and recrystallization resistance via Mn-containing dispersoid strengthening in Al-Mg-Si 6082 alloys, *J. Mater. Sci. Technol.* 39 (2020) 135–143. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2019.08.027>.
- [28] C. Li, K. Liu, N. Parson, X.-G. Chen, The effect of heat treatments on precipitation behavior of dispersoids in Al-Mg-Si-Mn alloy, in: *Proc. 16th Int. Alum. Alloy. Conf. 2018*, Canadian Institute of Mining, Metallurgy & Petroleum, 2018.
- [29] C.L. Liu, Q. Du, N.C. Parson, W.J. Poole, The interaction between Mn and Fe on the precipitation of Mn/Fe dispersoids in Al-Mg-Si-Mn-Fe alloys, *Scr. Mater.* 152 (2018) 59–63. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2018.04.012>.
- [30] D. Kleiman, K. Cardwell, T. Clinton, M. Cross, M. Gregg, J. Varsalone, C. Wright, eds.,

- Chapter 2 - Systems, Disks, and Media, in: Off. CHFI Study Guid. (Exam 312-49), Syngress, Rockland, 2007: pp. 61–131. <https://doi.org/10.1016/B978-159749197-6.50003-1>.
- [31] C.T. Rueden, J. Schindelin, M.C. Hiner, B.E. DeZonia, A.E. Walter, E.T. Arena, K.W. Eliceiri, ImageJ2: ImageJ for the next generation of scientific image data, *BMC Bioinformatics*. 18 (2017) 529. <https://doi.org/10.1186/s12859-017-1934-z>.
- [32] J. Schindelin, I. Arganda-Carreras, E. Frise, V. Kaynig, M. Longair, T. Pietzsch, S. Preibisch, C. Rueden, S. Saalfeld, B. Schmid, J.-Y. Tinevez, D.J. White, V. Hartenstein, K. Eliceiri, P. Tomancak, A. Cardona, Fiji: an open-source platform for biological-image analysis, *Nat. Methods*. 9 (2012) 676–682. <https://doi.org/10.1038/nmeth.2019>.
- [33] I. Arganda-Carreras, V. Kaynig, C. Rueden, K.W. Eliceiri, J. Schindelin, A. Cardona, H. Sebastian Seung, Trainable Weka Segmentation: a machine learning tool for microscopy pixel classification, *Bioinformatics*. 33 (2017) 2424–2426. <https://doi.org/10.1093/bioinformatics/btx180>.
- [34] I. Arganda-Carreras, V. Kaynig, C. Rueden, J. Schindelin, A. Cardona, H.S. Seung, Trainable_Segmentation: Release v3.1.2, (2016). <https://doi.org/10.5281/ZENODO.59290>.
- [35] E.E. Underwood, Quantitative stereology, Addison-Wesley Publishing Company, Reading, Massachusetts, 1970. <http://katalog.ub.tuwien.ac.at/AC00725790>.
- [36] J.C. Russ, R.T. Dehoff, Practical stereology, 2. ed., Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York, NY [u.a.], 2000. <http://katalog.ub.tuwien.ac.at/AC03271924>.
- [37] Z. Li, Z. Zhang, X.G. Chen, The influence of cu addition on dispersoid formation and mechanical properties of Al-Mn-Mg 3004 alloy, *Met. - Open Access Metall. J.* 8 (2018) 155. <https://doi.org/10.3390/met8030155>.
- [38] A. Pasching, personal communication, Neuman Aluminium Strangpresswerk GmbH, 2019.
- [39] D.T.L. Alexander, A.L. Greer, Solid-state intermetallic phase transformations in 3XXX aluminium alloys, *Acta Mater.* 50 (2002) 2571–2583. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(02\)00085-X](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00085-X).

- [40] M.S. Remøe, I. Westermann, K. Marthinsen, Characterization of the Density and Spatial Distribution of Dispersoids in Al-Mg-Si Alloys, *Metals* (Basel). 9 (2019) 26. <https://doi.org/10.3390/met9010026>.
- [41] Y.J. Li, L. Arnberg, Quantitative study on the precipitation behavior of dispersoids in DC-cast AA3003 alloy during heating and homogenization, *Acta Mater.* 51 (2003) 3415–3428. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(03\)00160-5](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(03)00160-5).

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Quasi-binäres Gleichgewichts-Phasendiagramm des Legierungssystems Al-Mg-Si [1–3]	3
Abbildung 2: Schema der Produktionsschritte bei der Aluminiumverarbeitung [21].....	6
Abbildung 3: schematisches Temperatur-Zeit-Diagramm.....	7
Abbildung 4: Zwei Mechanismen der β - α -Umwandlung [13]	9
Abbildung 5: DSC-Abkühlkurven für niedrig- und hochlegiertes 6082 [25].....	10
Abbildung 6: ungünstiges Rekristallisationsverhalten an großen Dispersoiden [18].....	11
Abbildung 7: Dispersoidkeimbildungsmechanismus mittels "u-phase" [9].....	12
Abbildung 8: Prozessparameter der Proben SEM 530°C_i, SEM 530°C_a und SEM 570°C_a..	16
Abbildung 9: Parameter der Proben TEM 300°C, TEM 350°C, TEM 400°C, TEM 425°C und TEM 450°C	16
Abbildung 10: TEM-Aufnahmen im Gusszustand der Probe TEM Guss; Pfeil A: Korngrenzenausscheidung (vermutlich α -Al(CrFeMn)Si), Pfeil B: Mg-Si-Ausscheidung (vermutlich β').....	21
Abbildung 11: TEM-Aufnahmen der Proben TEM 300°C (links) und TEM 350°C (rechts); Pfeile A: Mg-Si-Ausscheidungen (vermutlich β').....	22
Abbildung 12: TEM-Aufnahmen der Probe TEM 400°C; Pfeile A: α -Al(CrFeMn)Si-Dispersoide in rechtwinkligem Raster kettenartig aufgereiht, Pfeile B: Mg-Si-Ausscheidungen (vermutlich β')	23
Abbildung 13: TEM-Aufnahme der Probe TEM 425°C; Pfeil A: α -Al(CrFeMn)Si-Dispersoide in rechtwinkligem Raster kettenartig aufgereiht, Pfeil B: Mg-Si-Ausscheidung (vermutlich β')....	24
Abbildung 14: TEM-Aufnahmen der Probe TEM 450°C; rechts vergrößerter Bildausschnitt; Pfeile A: α -Al(CrFeMn)Si-Dispersoide	25
Abbildung 15: lichtmikroskopische Aufnahme einer industriell homogenisierten Probe, vergleichbar zu Hom. Ref_a, nach Ätzung mit 0,5%-HF; Pfeil A: Korngrenzenausscheidung, Pfeil B: dispersoidfreie Zone an Korngrenze, Pfeil C: α -Al(CrFeMn)Si-Dispersoide.....	26
Abbildung 16: SEM-Aufnahme einer Probe vergleichbar zu TEM 450°C; Pfeil A: Mg-Si-Ausscheidung	27

Abbildung 17: SEM-Aufnahme der Probe Hom. Ref_i, die zur Erstellung des Histogramms in Abbildung 18 verwendet wurde; der rote Pfeil markiert ein Dispersoid.....	28
Abbildung 18: Dispersoidgrößenverteilung der Proben Hom. Ref_i und Hom. Ref_a sowie 6082-Referenzverteilung	29
Abbildung 19: Dispersoidgrößenverteilung der Proben SEM 530°C_a, SEM 570°C_a sowie 6082-Referenzverteilung	33
Abbildung 20: Dispersoidgrößenverteilung der Proben SEM 530°C_a, SEM 530°C_i sowie 6082-Referenzverteilung	35
Abbildung 21: TEM-Aufnahme der Probe TEM 450°C, die zur Erstellung des Histogramms in Abbildung 22 verwendet wurde	37
Abbildung 22: Dispersoidgrößenverteilung der Proben TEM 400°C, TEM 425°C und TEM 450°C	37
Abbildung 23: SEM-Aufnahme der industriell homogenisierten Probe Hom. Ref_i (ungeätzt).	52
Abbildung 24: SEM-Aufnahme einer industriell homogenisierten Probe (vergleichbar zu Hom. Ref_i) nach 0,5%-HF-Ätzung im Ultraschallbad für 10 Sekunden.....	53
Abbildung 25: Festlegen des Maßstabs als Pixel/ μm -Verhältnis.....	55
Abbildung 26: Bild nach dem Entfernen des Maßstabsbalkens.....	56
Abbildung 27: Probe SEM 530°C_i im Fenster des WEKA-Plugins: Training des Classifiers, Auswahl signifikanter Stellen	58
Abbildung 28: Bildausschnitt mit Korngrenze und Poliermittelrückständen im Fenster des WEKA-Plugins.....	59
Abbildung 29: Zwei Bilder der Probe SEM 530°C_a mit demselben Classifier ausgewertet; links Dispersoide vollständig erkannt, rechts nur wenige Dispersoide erkannt.....	60
Abbildung 30: Excel-Tabelle vor dem Ausführen der Häufigkeitsfunktion	63
Abbildung 31: vollständige Tabelle nach dem Ausführen der Häufigkeitsfunktion.....	64
Abbildung 32: Fünf SEM-Bilder der Probe Hom. Ref_i, die zur Erstellung des Histogramms in Abbildung 18 verwendet wurden.....	65
Abbildung 33: Sechs der zehn SEM-Bilder von Probe Hom. Ref_a, die zur Erstellung des Histogramms in Abbildung 18 verwendet wurden.....	66

Abbildung 34: Vier weitere der zehn SEM-Bilder von Probe Hom. Ref_a, die zur Erstellung des Histogramms in Abbildung 18 verwendet wurden.....	67
Abbildung 35: Sechs der neun SEM-Bilder von Probe SEM 570°C_a, die zur Erstellung des Histogramms in Abbildung 19 verwendet wurden.....	68
Abbildung 36: Drei weitere der neun SEM-Bilder von Probe SEM 570°C_a, die zur Erstellung des Histogramms in Abbildung 19 verwendet wurden.....	69
Abbildung 37: Zwei der acht SEM-Bilder von Probe SEM 530°C_a, die zur Erstellung der Histogramme in den Abbildungen 19 und 20 verwendet wurden	69
Abbildung 38: Sechs weitere der acht SEM-Bilder von Probe SEM 530°C_a, die zur Erstellung der Histogramme in den Abbildungen 19 und 20 verwendet wurden	70
Abbildung 39: Sechs SEM-Bilder der Probe SEM 530°C_i, die zur Erstellung des Histogramms in Abbildung 20 verwendet wurden	71
Abbildung 40: Zwei TEM-Bilder der Probe TEM 400°C, die zur Erstellung des Histogramms in Abbildung 22 verwendet wurden.....	72
Abbildung 41: Vier TEM-Bilder von Probe TEM 425°C, die zur Erstellung des Histogramms in Abbildung 22 verwendet wurden.....	73
Abbildung 42: Drei TEM-Bilder der Probe TEM 450°C, die zur Erstellung des Histogramms in Abbildung 22 verwendet wurden.....	74

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Chemische Zusammensetzung EN-AW6082 in wt.% [15]	5
Tabelle 2: Übersicht der untersuchten Proben	14
Tabelle 3: Schleif- und Polierparameter bei Einzelprobenpräparation mit TegraPol 31	17
Tabelle 4: mittlerer Dispersoiddurchmesser und Dispersoidteilchendichte pro mm ² der Proben Hom. Ref_i, Hom. Ref_a sowie der 6082-Referenzverteilung	30
Tabelle 5: mittlerer Dispersoiddurchmesser und Dispersoidanzahl pro mm ² der Proben SEM 530°C_i, SEM 530°C_a, SEM 570°C_a sowie der 6082-Referenzverteilung	34
Tabelle 6: mittlerer Dispersoiddurchmesser, Dispersoidteilchendichte pro Bildausschnitt bzw. pro mm ² und Gesamt-Dispersoidquerschnittsfläche der Proben TEM 400°C, TEM 425°C und TEM 450°C sowie der 6082-Referenzverteilung	38
Tabelle 7: Schleif- und Polierparameter bei Einzelprobenpräparation mit Struers TegraPol 31	51

Anhang A

Vorgehensweise bei der quantitativen Bildauswertung

Um die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse zu gewährleisten, erfolgt sowohl die metallographische Probenpräparation, als auch die Erstellung sowie die softwarebasierte Auswertung der SEM-Bilder nach einem festgelegten Schema.

A.1 metallographische Probenpräparation

Die wärmebehandelte Probe wird in elektrisch leitfähigem Einbettmittel eingefasst. Nach dem vollständigen Aushärten wird die eingebettete Probe entgratet und durch Gravur beschriftet.

Der Schleifprozess erfolgt mit dem Gerät Struers TegraPol 31. Es kommen Schleiffolien und ein Probenhalter zur Einzelprobenpräparation zum Einsatz. Die genaue Abfolge der Schleif- und Polierschritte kann Tabelle 7 entnommen werden. Zwischen den Schleifschritten werden sowohl Proben, als auch Probenhalter mit Leitungswasser abgespült und erstere für ca. 30 Sekunden im Ultraschallbad aus Wasser mit etwas Geschirrspülmittel gereinigt. Die kurze Dauer ist wichtig, um ein Ablösen des Einbettmittels von der Probe zu verhindern.

Tabelle 7: Schleif- und Polierparameter bei Einzelprobenpräparation mit Struers TegraPol 31

Körnung	Schleif-/Polierscheibe	Dauer	Kraft	U/min	Schmiermittel	Poliersuspension
# 320	SiC-Folie	10 s	25 N	300 U/min	Wasser	-
# 500	SiC-Folie	10 s	20 N	150 U/min	Wasser	-
# 1000	SiC-Folie	1 min	15 N	150 U/min	Wasser	-
9 µm	MD-Largo	6 min	20 N	300 U/min	DP-Blau	DP-Susp. P, 9 µm
6 µm	MD-Dur	6 min	20 N	150 U/min	DP-Blau	DP-Susp. P, 6 µm
3 µm	MD-Mol	6 min	10 N	150 U/min	DP-Blau	DP-Susp. P, 3 µm
1 µm	MD-Nap	8 min	10 N	150 U/min	DP-Blau	DP-Susp. P, 1 µm
< 1 µm	MD-Chem	2x 10 min	10 N	150 U/min	-	OP-Susp., 0,25 µm + Chem.

Beim Poliervorgang kommt nach Polierscheiben mit einer Körnung von 9, 6, 3 sowie 1 µm abschließend zweimal für je zehn Minuten eine Endpolierscheibe mit Körnung <1 µm mit einer Oxidsuspension auf Basis von SiO₂-Kristallen als Poliermittel zum Einsatz, wobei geringe Zusätze von Ammoniak und Wasserstoffperoxid erfolgen. Ein halber Liter des Poliermittels setzt sich demnach aus 28 ml Struers OP-S, 470 ml H₂O, 1 ml NH₃ und 1 ml H₂O₂ zusammen.

Zwischen den Polierschritten erfolgt wiederum die Reinigung von Proben und Probenhalter durch Spülen mit Wasser bzw. im Ultraschallbad mit Wasser und Geschirrspülmittel. Nach dem letzten Polierschritt werden die Proben zusätzlich für zwei Minuten im Ultraschallbad mit Ethanol gereinigt, um mögliche Poliermittelrückstände zu entfernen. Dies ist erforderlich, da die Rückstände der Oxidsuspension auf der Probenoberfläche zahlreiche punktförmige Niederschläge bilden, die die spätere Bildauswertung erheblich behindern können, da sie bei der SEM-Mikroskopie den Dispersoiden in Form, Größe und Farbe ähneln. Anschließend wird die Schliifffläche rasch mit einem Fön getrocknet und durch Aufstecken einer Schutzkapsel vor Umwelteinflüssen wie Zerkratzen und der Ablagerung von Staub geschützt.

Eine Ätzung wird nicht durchgeführt, da sich gezeigt hat, dass durch die Behandlung der Schliifffläche mit 0,5%-HF die Dispersoide in den SEM-Aufnahmen erheblich vergrößert erscheinen, wie an der Gegenüberstellung der Abbildungen 23 und 24 zu sehen ist. Außerdem kann farblich nicht mehr eindeutig zwischen den im ungeätzten Zustand weißen Dispersoiden und anderen, dunkler erscheinenden Ausscheidungen unterschieden werden.

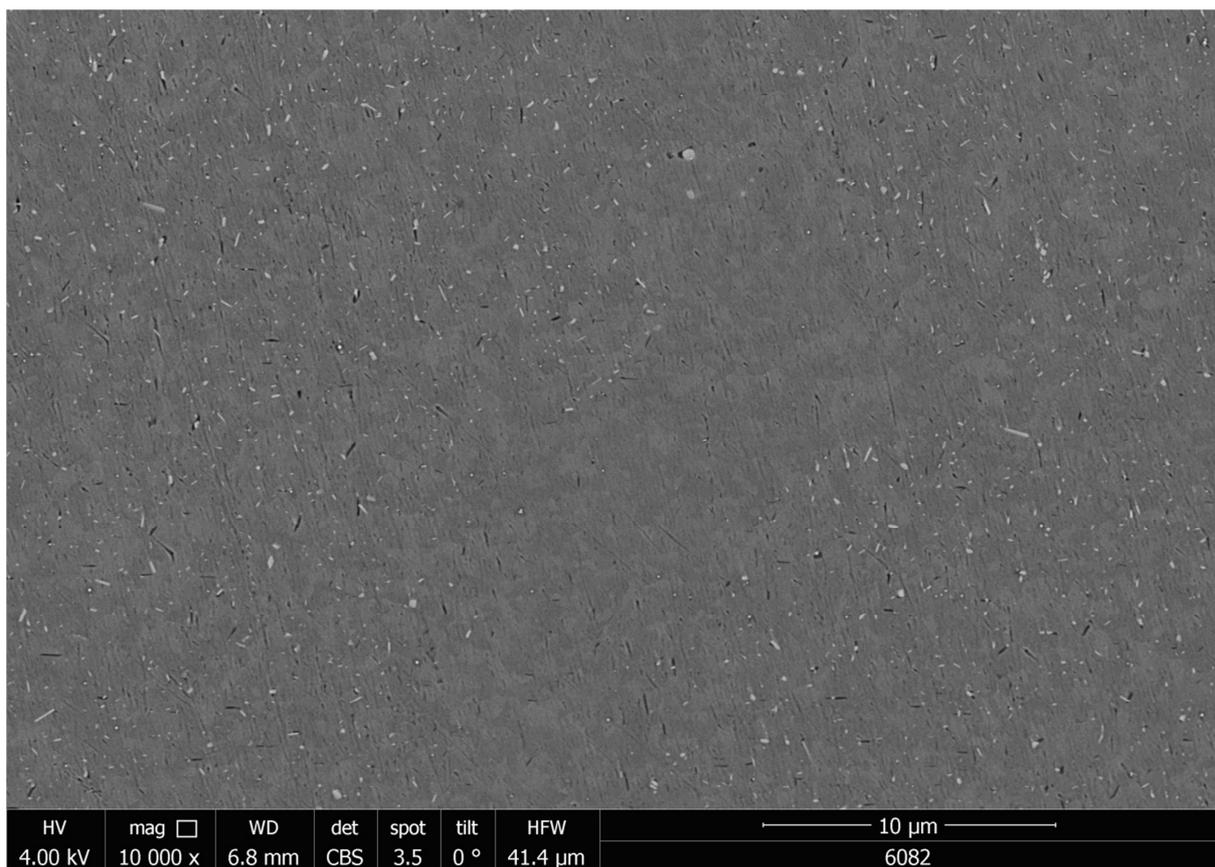


Abbildung 23: SEM-Aufnahme der industriell homogenisierten Probe Hom. Ref_i (ungeätzt)

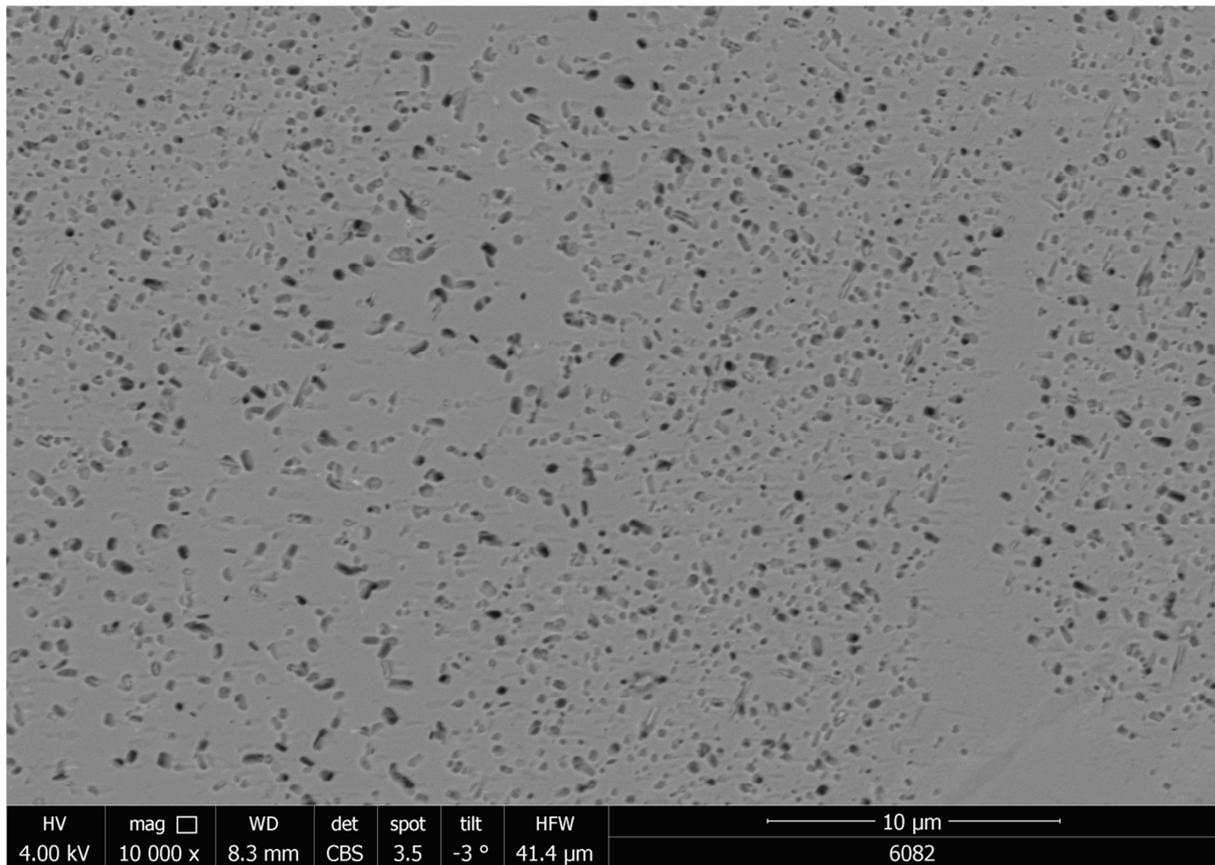


Abbildung 24: SEM-Aufnahme einer industriell homogenisierten Probe (vergleichbar zu Hom. Ref_i) nach 0,5%-HF-Ätzung im Ultraschallbad für 10 Sekunden

A.2 Bilderstellung mittels SEM-Mikroskopie

Unmittelbar vor dem Befestigen im Probenhalter wird die Schlißfläche mit Druckluft abgeblasen. Es kommt ein CBS-Detektor zum Einsatz. Des Weiteren wird die Hochspannung auf 4,0 kV eingestellt. Die Bilder werden mit 10.000-facher Vergrößerung sowie in Farbe erstellt. Außerdem wird eine Auflösung von 3072 x 2207 Pixel verwendet. Generell sollte die Auflösung möglichst hoch und bei allen Bildern gleich groß gewählt werden, damit das Pixel/µm-Verhältnis unverändert bleibt. Dies dient einer besseren Vergleichbarkeit der Auswertungen der einzelnen Bilder, da die Bildverarbeitungssoftware ImageJ [31–34] zur Ermittlung der Fläche bestimmter Bildbereiche Pixel zählt.

Bei der Wahl des Bildausschnitts wird nach einer Stelle mit möglichst wenig Poliermittelrückständen gesucht. Kratzer und Korngrenzen sollten ebenso gemieden werden, können aber nachträglich im Zuge der Auswertung manuell bereinigt werden. Bei der Aufnahme der Bilder ist weiters darauf zu achten, dass jene Bilder, die untereinander

verglichen beziehungsweise gemeinsam ausgewertet werden sollen, ähnlichen Kontrast und Helligkeit besitzen.

Anschließend müssen die Bilder in einem Dateiformat gespeichert werden, dass nicht zu „lossy compression“ führt [30]. Würden die erstellten Bilder beispielsweise als JPEG-Datei abgespeichert, gingen Bildinformationen bei der Kompression irreversibel verloren. Um die Bilder ohne Informationsverlust prozessieren zu können, müssen sie in einem Bildformat wie TIFF oder PNG gespeichert werden.

A.3 Bildverarbeitung mit ImageJ und Trainable WEKA Segmentation

A.3.1 Vorbereitungsschritte

Bei vorliegender Arbeit wurde die ImageJ-Distribution Fiji verwendet [31,32]. Nach dem Öffnen des Programms erscheint das Hauptfenster. Über das Menü wird das erste Bild geöffnet.

File -> Open...

Zunächst muss der Maßstab als Pixel/ μm -Verhältnis festgelegt werden. Dazu wird mit dem Linienwerkzeug der Maßstabsbalken nachgezogen und anschließend ein Eingabefenster geöffnet, wie aus Abbildung 25 hervorgeht.

1. Tool bar -> Straight line

2. Analyze -> Set Scale...

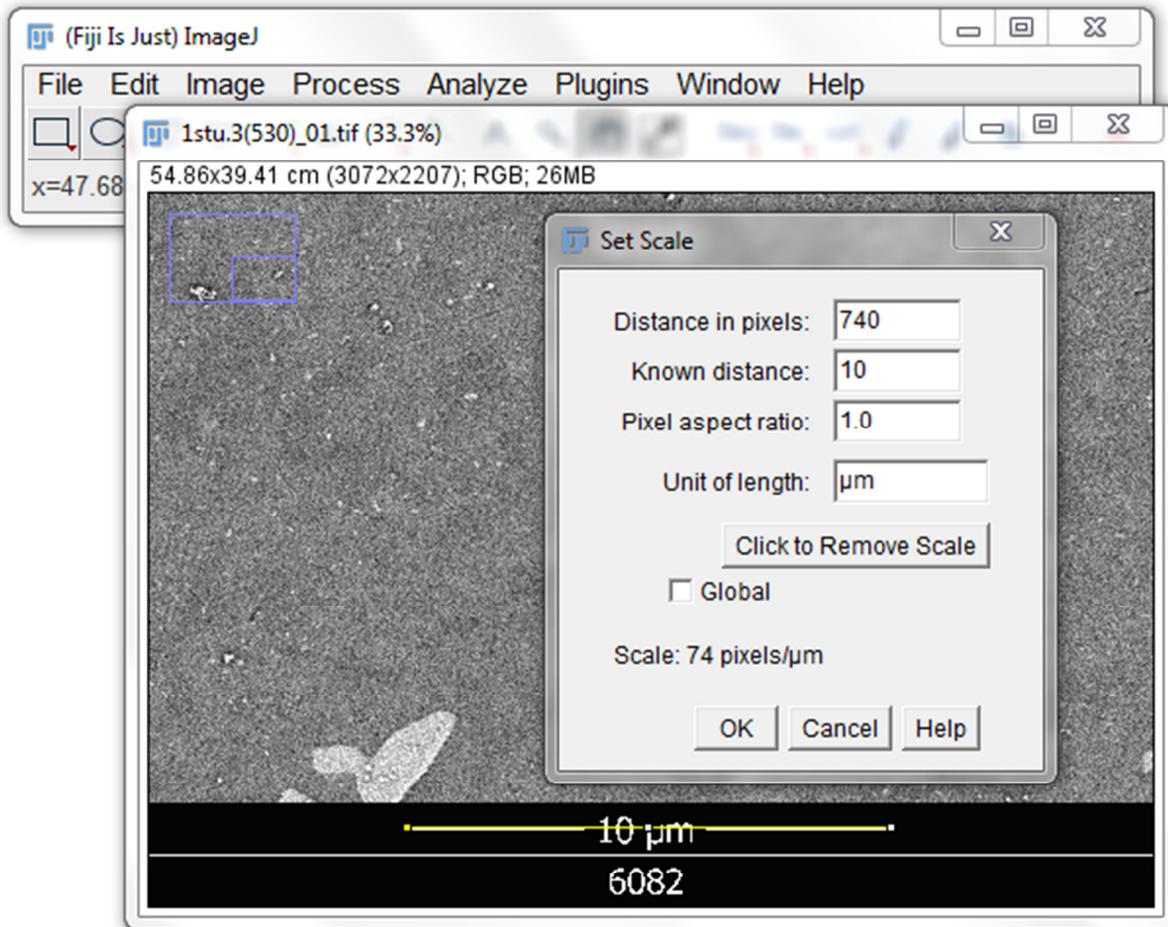


Abbildung 25: Festlegen des Maßstabs als Pixel/ μm -Verhältnis

Im ersten Feld wird die Länge der manuell gezogenen Linie in Pixel angeführt. Der angezeigte Wert ist in der Regel keine ganze Zahl und unterliegt abhängig von der Genauigkeit der händischen Markierung von Bild zu Bild geringfügigen Schwankungen, da die manuell gezogene Linie den Maßstabsbalken nur mit Mühe exakt wiedergibt. Um verschiedene Bilder miteinander vergleichen zu können, muss der Wert daher korrigiert werden, indem der angezeigte Betrag mit dem gerundeten ganzzahligen Wert überschrieben wird. Bilder, die mit derselben Vergrößerung und Auflösung aufgenommen wurden, müssen dasselbe Pixel/ μm -Verhältnis aufweisen. Im zweiten Feld wird die Länge des Maßstabsbalkens in μm angegeben und im untersten Feld die vorgeschlagene Einheit durch μm ersetzt.

Nun wird der Maßstabsbalken im Bild nicht mehr benötigt und vom Bild abgeschnitten, um die Auswertung nicht zu beeinträchtigen. Mit dem Rechteckswerkzeug wird jener Bereich eingerahmt, der analysiert werden soll. Damit dieser Auswahlbereich bei allen untersuchten Bildern gleich groß ist, wird das Rechteck an den drei Seiten ohne Balken bis zum Rand des

Bildes vergrößert. An der Seite mit dem Maßstabsbalken muss hinein gezoomt werden, bis die einzelnen Pixel erkennbar sind und der Balken exakt aus der Auswahl ausgeschlossen werden kann. Die Auswahl wird über das Menü bestätigt und unter neuem Namen abgespeichert. Es wird wiederum ein Dateiformat ohne Informationsverluste gewählt.

1. **Tool bar -> Rectangle**
2. **Zoom: „+“-Taste**
3. **Image -> Duplicate...**
4. **File -> Save As -> Tiff...**

Die vorgenannten Schritte müssen für alle untersuchten Bilder wiederholt werden.

Um sicherzustellen, dass die Bildausschnitte tatsächlich gleich groß sind, können die Dimensionen in μm bzw. auch in Pixel verglichen werden, die am oberen Bildrand angezeigt werden, wie in Abbildung 26 dargestellt.

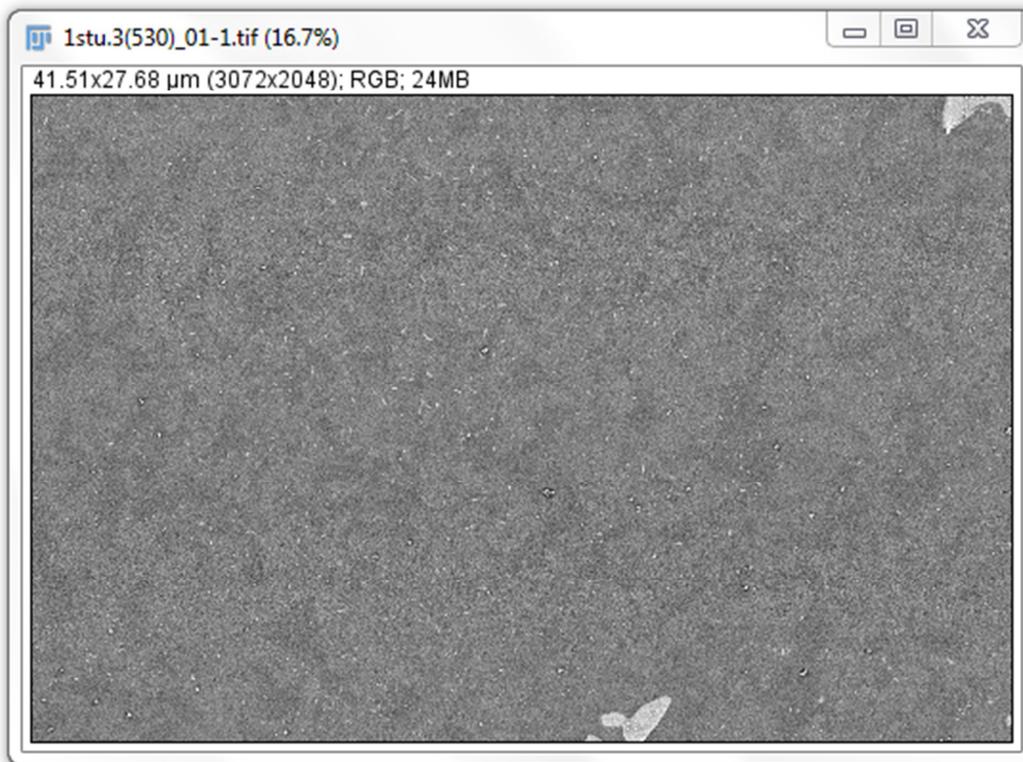


Abbildung 26: Bild nach dem Entfernen des Maßstabsbalkens

A.3.2 Training des Classifiers

Um die Bilder mit dem Plugin „Trainable WEKA Segmentation“ [33,34] in zwei Klassen „Dispersoide“ und „Hintergrund“ einteilen zu können, wird zunächst ein Classifier an mehreren exemplarisch ausgewählten Bildern trainiert.

Es wird ein Bild, bei dem der Maßstabsbalken zuvor bereits entfernt wurde, geöffnet und in das Fenster des Plugin geladen. Die Namen der Klassen können daraufhin in den Einstellungen angepasst werden.

1. Plugins -> Segmentation -> Trainable WEKA Segmentation

2. Settings -> Class names

Anschließend können mit den Auswahlwerkzeugen einzelne Dispersoide sowie Teilstücke des Hintergrunds markiert und den beiden Klassen zugeordnet werden. Es ist ausreichend, pro Trainingsschritt zwei bis drei signifikante Stellen pro Klasse auszuwählen, anhand derer der Classifier trainiert wird. In Abbildung 27 ist das beispielhaft dargestellt. Sind Poliermittelrückstände, erkennbar an den schwarzen Schatten, vorhanden, müssen sie dem Hintergrund zugeteilt werden. Die roten Pfeile weisen auf rot markierte Dispersoide.

1. Tool bar -> Freehand selections

2. Zoom: „+“-Taste

3. Add to class 1/class 2

4. Train Classifier

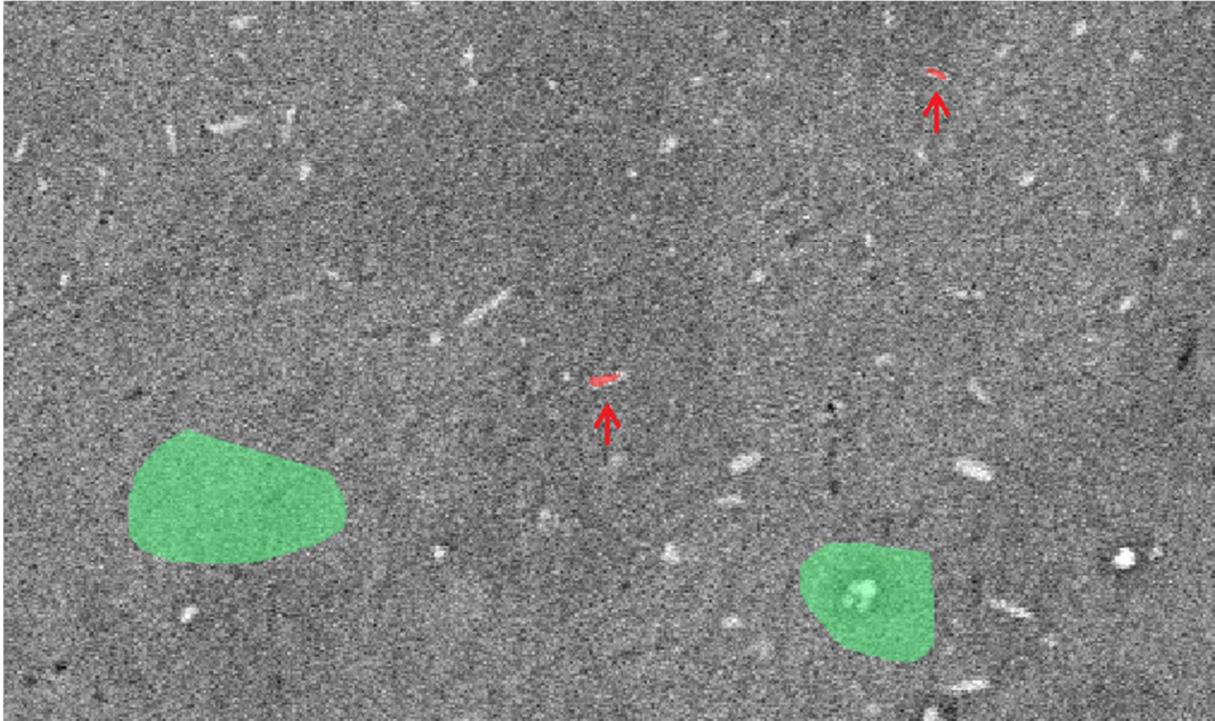


Abbildung 27: Probe SEM 530°C_i im Fenster des WEKA-Plugins: Training des Classifiers, Auswahl signifikanter Stellen

Der Algorithmus liefert zunächst einen ersten Vorschlag für die Klassierung des Bildes auf Basis der markierten Bereiche. Mit der Funktion **Toggle overlay** kann zwischen dem Bild und der überlagerten Maske hin- und hergeschaltet werden. Durch Korrektur des Vorschlags und Wiederholung des Trainingsvorgangs wird das Ergebnis zunehmend präzisiert. Werden die Dispersoide dem Augenmaß entsprechend schließlich richtig erkannt, kann der Classifier zusammen mit den zugrunde liegenden Vektordaten gespeichert werden.

1. **Save classifier**
2. **Save data**

Wie in Abbildung 28 veranschaulicht, sollte neben der klaren Identifikation der Dispersoide generell darauf geachtet werden, dass allfällige Poliermittelrückstände vom Algorithmus möglichst durchgängig dem Hintergrund zugeordnet werden, da sie wegen ihrer weitläufigen Verteilung vor der Auswertung nur sehr schwer manuell entfernt werden können. Außerdem können sie aufgrund der im Schwarz-Weiß-Bild unauffälligen Form und Größe nur schwer identifiziert werden. Korngrenzen und größere Ausscheidungen hingegen müssen nicht notwendigerweise korrekt zugeordnet werden, da sie später im klassierten Schwarz-Weiß-Bild problemlos erkannt und entfernt werden können. Zudem wird erfahrungsgemäß die Aufteilung

der wesentlichen Bildbestandteile exakter, wenn der Classifier deutlich abweichende Bereiche bei der Klasseneinteilung nicht berücksichtigen muss.

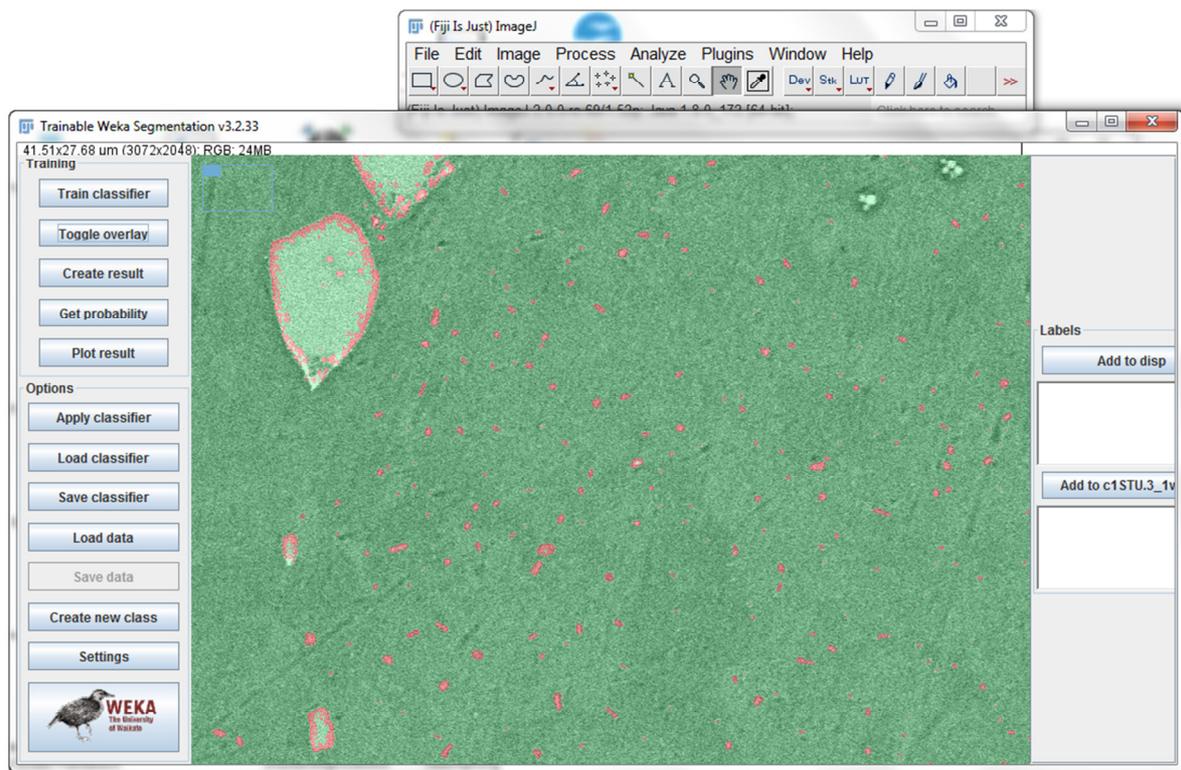


Abbildung 28: Bildausschnitt mit Korngrenze und Poliermittelrückständen im Fenster des WEKA-Plugins

Das Fenster des Plugins wird geschlossen, ebenso das gerade verwendete Bild. Das nächste Bild, an dem der Classifier weitertrainiert werden soll, wird über das Hauptfenster geöffnet und wie zuvor ins Fenster des WEKA-Plugins geladen. Wurden beim ersten Bild die Namen der Klassen modifiziert, so müssen nun dieselben Bezeichnungen eingegeben werden, bevor die Vektordaten geladen werden können. Andernfalls wird eine Fehlermeldung angezeigt.

1. **Settings -> Class names**
2. **Load data**
3. **Load classifier**

Nun wird das Training des Classifiers auf die bereits beschriebene Weise fortgesetzt. Zuvor empfiehlt es sich jedoch, das Bild auszuwerten, um die Basis für das weitere Training zu ermitteln.

1. Create result

2. Toggle overlay

So kann es vorkommen, dass manche Bilder, obwohl mit freiem Auge keine wesentlichen Unterschiede erkennbar sind, einen bereits an mehreren Bildern trainierten Classifier derart „verwirren“, dass die Auswertung kein sinnvolles Ergebnis liefert. Dieses Phänomen wird durch Abbildung 29 demonstriert. Dargestellt sind SEM-Aufnahmen der Probe SEM 530°C_a, die mit demselben Classifier ausgewertet wurden. Dieser wurde an anderen Bildern derselben Probe trainiert, nicht jedoch an den beiden abgebildeten. Man erkennt, dass die Unterscheidung zwischen Dispersoiden und den durch die schwarzen Schatten gekennzeichneten Poliermittelrückständen bei beiden Bildern gut funktioniert. Während auf der linken Seite die Dispersoide vollständig erkannt werden, werden rechts allerdings nur wenige große richtig zugeordnet.

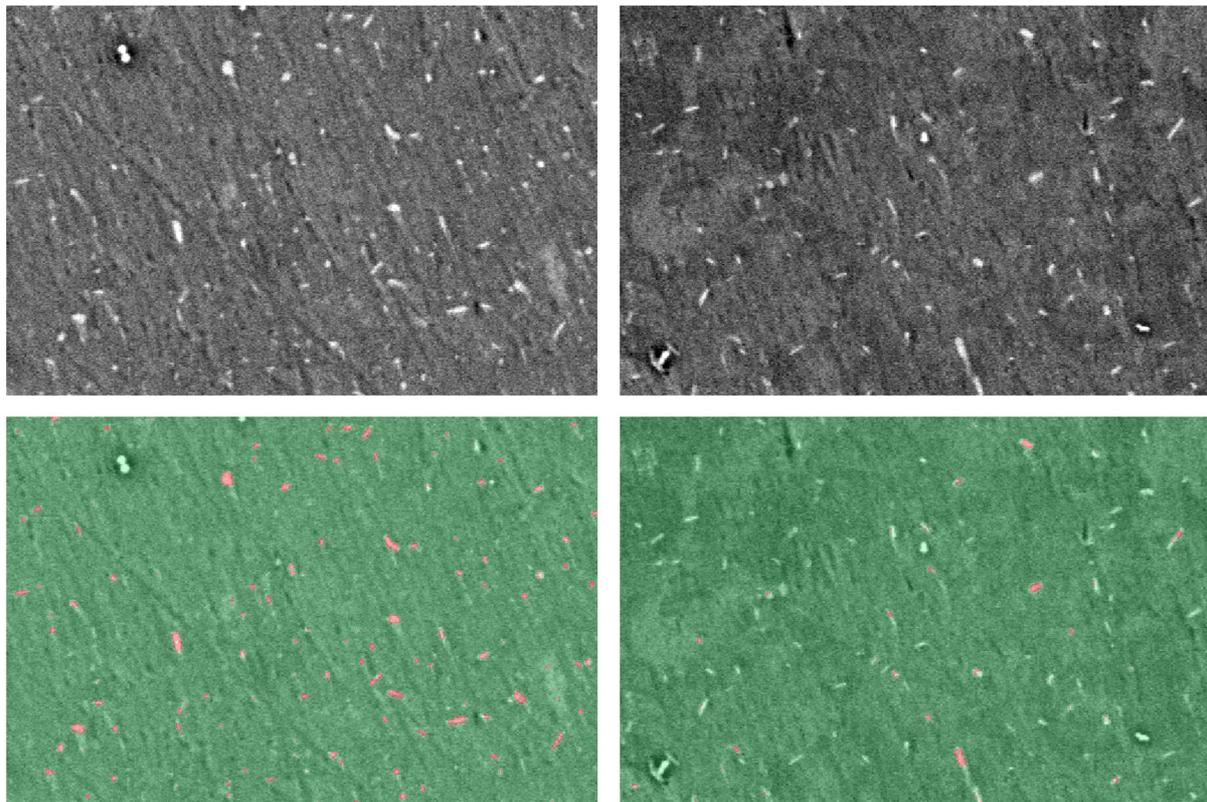


Abbildung 29: Zwei Bilder der Probe SEM 530°C_a mit demselben Classifier ausgewertet; links Dispersoide vollständig erkannt, rechts nur wenige Dispersoide erkannt

Durch den Versuch, den Classifier auf das Bild zu trainieren, lässt oft die Performance bei der Klassierung der anderen Bilder stark nach, während gleichzeitig auch beim gegenwärtigen Bild nur eine mittelmäßige Klasseneinteilung möglich wird. In diesem Fall ist es in der Regel besser,

das Bild als Ausreißer zu überspringen. Eine Ausnahme liegt jedoch vor, wenn mehrere Bilder dasselbe problematische Verhalten zeigen. Dann kann es sinnvoll sein, das Training des Classifiers auf diese Bilder auszuweiten, um die Gesamtanzahl der für die Auswertung verfügbaren Bilder nicht drastisch zu reduzieren.

A.3.3 Auswertung der Bilder

Der Classifier wurde ausreichend trainiert, sobald er für verschiedene Bilder gute Ergebnisse liefert. Um herauszufinden, ob das der Fall ist, sollte der Classifier probeweise auf einige Bilder angewandt werden. Bei ungenügenden Ergebnissen, also wenn Dispersoide nicht vollständig erkannt oder Teile des Hintergrunds fälschlich den Dispersoiden zugeordnet werden, ist das Training fortzusetzen. Kann mit der Auswertung begonnen werden, wird das zu untersuchende Bild in das WEKA-Fenster geladen und der zuvor trainierte und abgespeicherte Classifier darauf angewendet.

1. **Load classifier**
2. **Create result**

Man erhält ein zweifarbiges Bild, in dem alle Pixel einer Klasse in derselben Farbe dargestellt werden. Dieses Bild muss nun in ein binäres 8-bit Schwarz-Weiß-Bild umgewandelt werden.

1. **Image -> Type -> 8-bit**
2. **Process -> Binary -> Make Binary**

Durch den Vergleich des erhaltenen Bildes mit dem klassierten im WEKA-Fenster, können fälschlich den Dispersoiden zugeordnete Bereiche wie Kratzer oder Korngrenzen und größere Ausscheidungen erkannt und manuell korrigiert werden. Dazu werden diese Stellen im stark vergrößerten Bildausschnitt eingerahmt und entfernt.

1. **Tool bar -> Freehand selections/Rectangle**
2. **„Entf“-Taste**

Über das Menü werden die Einstellungen für die folgende quantitative Auswertung adaptiert. Es wird die Querschnittsfläche der einzelnen Dispersoide gemessen und in einer Tabelle ausgegeben, die anschließend als Datei im CSV-Format gespeichert werden kann.

1. **Analyze -> Set Measurements... -> Area**
2. **Analyze -> Analyze Particles... -> Display results, Clear results, Exclude on edges**
3. **Fenster: Results -> File -> Save As...**

A.4 Erstellung des Verteilungsdiagramms in Microsoft Excel

Die zuvor erstellte CSV-Datei wird in Excel geöffnet. Zur Ermittlung der Teilchengrößenverteilung werden zunächst die in einer einzelnen Spalte gespeicherten Daten in eine Tabelle konvertiert.

1. Spalte markieren

2. Daten -> Text in Spalten -> Textkonvertierungs-Assistent:

Schritt 1: „Getrennt“ -> Weiter ->

Schritt 2: „Komma“ -> Weiter ->

Schritt 3 -> Weitere... -> Dezimaltrennzeichen: „Punkt“, Tausendertrennzeichen:

„ “ -> OK -> Fertig stellen

Man erhält zwei Spalten, wobei die erste eine Laufnummer und die zweite die Dispersoidquerschnittsfläche in der Bildebene ausweist. Als Einheit wird dabei μm^2 verwendet, sofern eingangs unter **Set Scale...** μm als Referenzlängeneinheit festgelegt wurde. Der besseren Übersicht halber empfiehlt es sich, die Tabelle zu sortieren.

1. Beide Spalten markieren

2. Daten -> Sortieren -> Spalte: Sortieren nach: „Area“ -> OK

Insgesamt werden fünf weitere Spalten benötigt. Um die Größe der Dispersoide vergleichen zu können, wird als einheitliche Kenngröße der Durchmesser des flächengleichen Kreises festgelegt. Die Verwendung dieser Kennzahl als Dispersoiddurchmesser setzt voraus, dass die Dispersoide als näherungsweise kugelförmig angenommen werden können. Der Dispersoiddurchmesser d in nm wird demnach gemäß der folgenden Formel berechnet:

$$d \text{ [nm]} = 2 * \sqrt{\frac{\text{Area} \text{ [}\mu\text{m}^2\text{]}}{\pi}} * 1000$$

Um daraus eine Dispersoidverteilungskurve zu erhalten, müssen die einzelnen Dispersoide in Klassen eingeteilt werden. Als Klassenbreite haben sich 10nm bewährt. Die Excel-Tabelle sollte nun etwa wie in Abbildung 30 aussehen.

C2		fx		=2*WURZEL(B2/PI))*1000				
	A	B	C	D	E	F	G	H
1		Area	Dispersoid-Durchmesser in nm	Klassen in nm		Anzahl Disp. bis einschließlich Klasse in Spalte D	Anzahl Disp. pro mm ²	
2	12	1,83E-04	1,52E+01	10	5			
3	31	1,83E-04	1,52E+01	20	15			
4	69	1,83E-04	1,52E+01	30	25			
5	73	1,83E-04	1,52E+01	40	35			
6	75	1,83E-04	1,52E+01	50	45			
7	76	1,83E-04	1,52E+01	60	55			
8	93	1,83E-04	1,52E+01	70	65			
9	102	1,83E-04	1,52E+01	80	75			
10	104	1,83E-04	1,52E+01	90	85			
11	105	1,83E-04	1,52E+01	100	95			
12	108	1,83E-04	1,52E+01	110	105			
13	119	1,83E-04	1,52E+01	120	115			
14	131	1,83E-04	1,52E+01	130	125			
15	135	1,83E-04	1,52E+01	140	135			
16	138	1,83E-04	1,52E+01	150	145			
17	160	1,83E-04	1,52E+01	160	155			
18	168	1,83E-04	1,52E+01	170	165			
19	183	1,83E-04	1,52E+01	180	175			
20	185	1,83E-04	1,52E+01	190	185			
21	193	1,83E-04	1,52E+01	200	195			
22	197	1,83E-04	1,52E+01	210	205			
23	206	1,83E-04	1,52E+01	220	215			
24	244	1,83E-04	1,52E+01	230	225			

Abbildung 30: Excel-Tabelle vor dem Ausführen der Häufigkeitsfunktion

Die in der Spalte „Klassen“ angegebenen Werte stellen jeweils die oberen Schranken der Bereiche dar. Dispersoidgrößen kleiner gleich dieser Schranken werden den entsprechenden Klassen zugeordnet. Als Ausgabebereich der Häufigkeitsfunktion wird theoretisch eine Zelle mehr benötigt als Klassen, um auch jene Dispersoidgrößen in die Verteilung aufnehmen zu können, die die oberste Schranke übersteigen. Vor der Anwendung der Häufigkeitsfunktion sind die Zellen des Ausgabebereichs zu markieren. Anschließend wird über die Funktionsleiste die Häufigkeitsfunktion samt ihrer Argumente, „Daten“ und „Klassen“ eingegeben. Unter „Daten“ wird die Spalte „Dispersoid-Durchmesser“ C:C, unter „Klassen“ werden die oberen Klassenschranken, zum Beispiel 10 bis 300 nm verstanden. Abgeschlossen wird der Befehl nicht mit der Eingabetaste allein, sondern mit der Tastenkombination **Strg + Umschalt + Enter**. In der Funktionsleiste wird die Funktionsformel in der Folge von geschweiften Klammern umrahmt.

In der resultierenden Tabellenspalte wird nun die Absolutanzahl der Dispersoide pro Klasse pro Bildausschnitt aufgelistet. Um die Teilchenzahl pro mm² zu erhalten, müssen die Dispersoidzahlen durch den Bildausschnitt in mm² dividiert werden. Die Dimensionen des Bildausschnitts in µm können nach dem Zuschneiden des untersuchten Bildes gemäß Kapitel A.3.1 Vorbereitungsschritte am oberen Bildrand abgelesen werden. Hier sind das 41,51 x 27,68 µm wie in Abbildung 26 veranschaulicht wird.

Aus den Daten der so erstellten Tabelle kann nun das Verteilungsdiagramm erstellt werden. Dabei werden die Klassen bis 50 nm vernachlässigt, da es sich dabei in hohem Ausmaß um

fragmentiert dargestellte Dispersoide handelt, die bei der Klassierung mit dem WEKA-Plugin zerrissen wurden, sowie um einzelne Pixel, die eigentlich dem Hintergrund zugeordnet hätten werden müssen. Die vollständig ausgefüllte Tabelle ist in Abbildung 31 abgebildet.

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
1		Area	Dispersoid-Durchmesser in nm	Klassen in nm		Anzahl Disp. bis einschließlich Klasse in Spalte D	Anzahl Disp. pro mm ²		Bildauschnitt	
2	12	1,83E-04	1,52E+01	10	5	0	0		41,51x27,68 µm	
3	31	1,83E-04	1,52E+01	20	15		182768			
4	69	1,83E-04	1,52E+01	30	25		202	175806	µm ²	mm ²
5	73	1,83E-04	1,52E+01	40	35		397	345519	1148,9968	0,001149
6	75	1,83E-04	1,52E+01	50	45		0	0		
7	76	1,83E-04	1,52E+01	60	55		309	268930		
8	93	1,83E-04	1,52E+01	70	65		316	275023		
9	102	1,83E-04	1,52E+01	80	75		449	390776		
10	104	1,83E-04	1,52E+01	90	85		160	139252		
11	105	1,83E-04	1,52E+01	100	95		185	161010		
12	108	1,83E-04	1,52E+01	110	105		244	212359		
13	119	1,83E-04	1,52E+01	120	115		151	131419		
14	131	1,83E-04	1,52E+01	130	125		123	107050		
15	135	1,83E-04	1,52E+01	140	135		82	71367		
16	138	1,83E-04	1,52E+01	150	145		50	43516		
17	160	1,83E-04	1,52E+01	160	155		50	43516		
18	168	1,83E-04	1,52E+01	170	165		20	17406		
19	183	1,83E-04	1,52E+01	180	175		27	23499		
20	185	1,83E-04	1,52E+01	190	185		16	13925		
21	193	1,83E-04	1,52E+01	200	195		3	2611		
22	197	1,83E-04	1,52E+01	210	205		1	870		
23	206	1,83E-04	1,52E+01	220	215		4	3481		
24	244	1,83E-04	1,52E+01	230	225		2	1741		
25	245	1,83E-04	1,52E+01	240	235		2	1741		

Abbildung 31: vollständige Tabelle nach dem Ausführen der Häufigkeitsfunktion

Die mit dem ersten Datensatz erstellte Tabelle kann als Vorlage verwendet werden, um den Prozess der weiteren Auswertung zu beschleunigen. Die aus ImageJ exportierten Daten können in die erste Spalte der Vorlage kopiert und dann die Aktionen **Text in Spalten** sowie **Sortieren** ausgeführt werden.

Generell ist bei der Auswertung zu beachten, dass die in den SEM-Aufnahmen abgebildete Schlifffläche die Dispersoide nicht stets an der Stelle der größten Ausdehnung schneidet, sondern gleich große Partikel verschieden groß dargestellt werden. Dadurch entsteht ein statistischer Fehler, der die Ergebnisse bei absoluter Betrachtung beeinträchtigt, und der grundsätzlich über verschiedene Verfahren korrigiert werden kann [35,36]. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit ist dies allerdings nicht erforderlich, da die betrachteten Ergebnisse nur relativ zu einander beurteilt und verglichen werden und sich der Fehler somit im Mittel aufhebt.

Anhang B

Für die quantitative Bildauswertung verwendete Bilder

B.1 Proben Hom. Ref_i und Hom. Ref_a – Kapitel 5.2.1

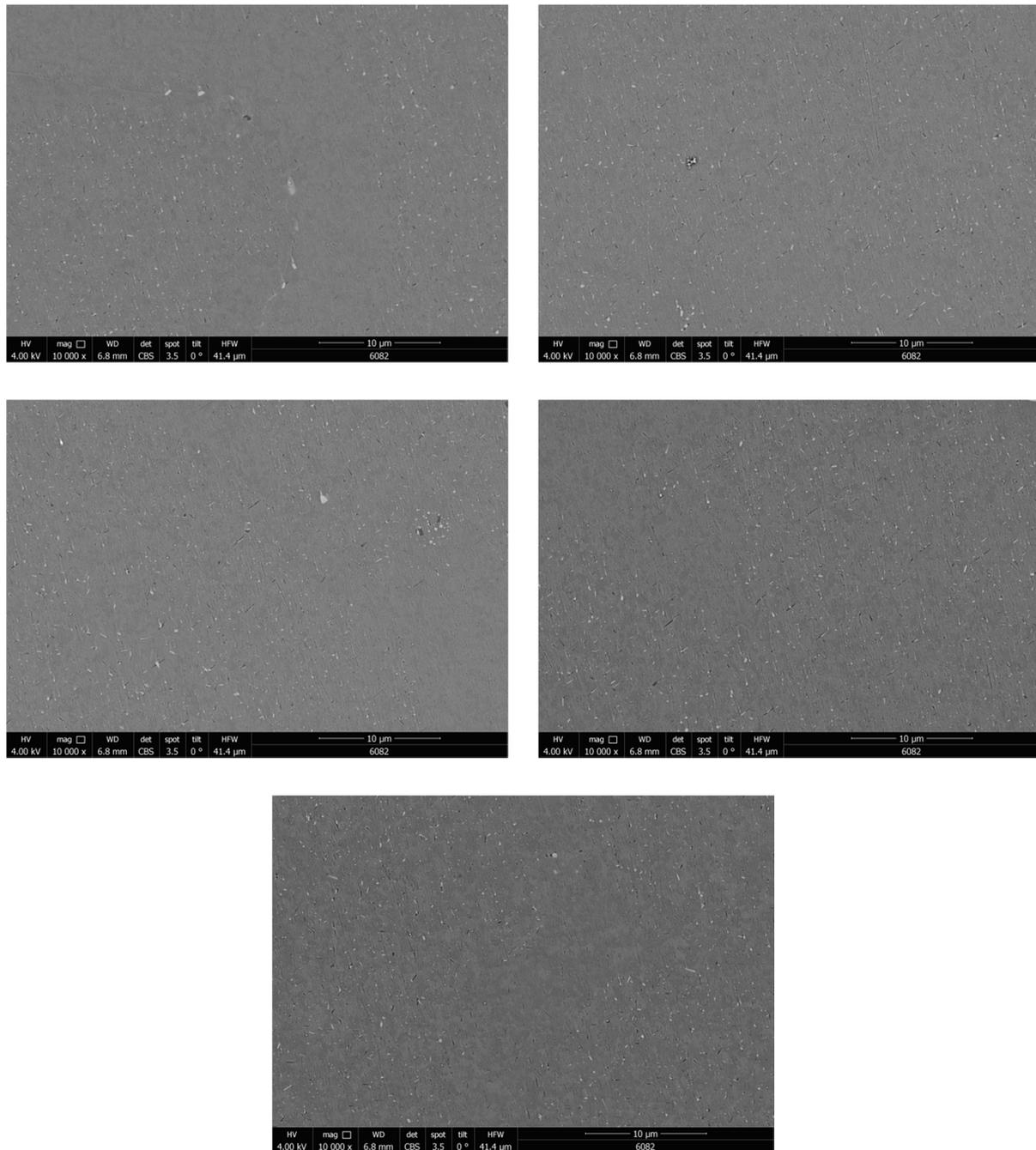


Abbildung 32: Fünf SEM-Bilder der Probe Hom. Ref_i, die zur Erstellung des Histogramms in Abbildung 18 verwendet wurden

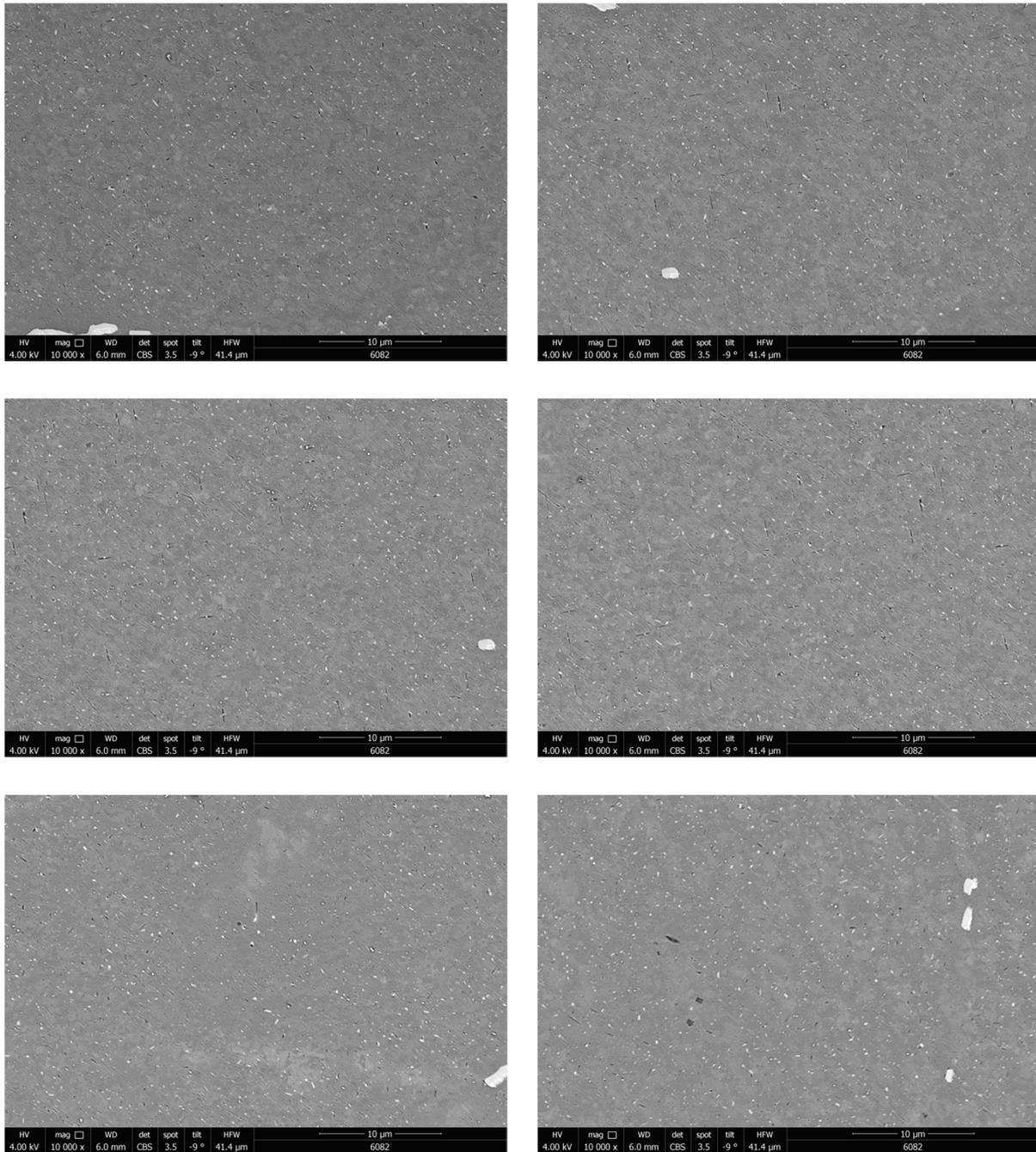


Abbildung 33: Sechs der zehn SEM-Bilder von Probe Hom. Ref_a, die zur Erstellung des Histogramms in Abbildung 18 verwendet wurden

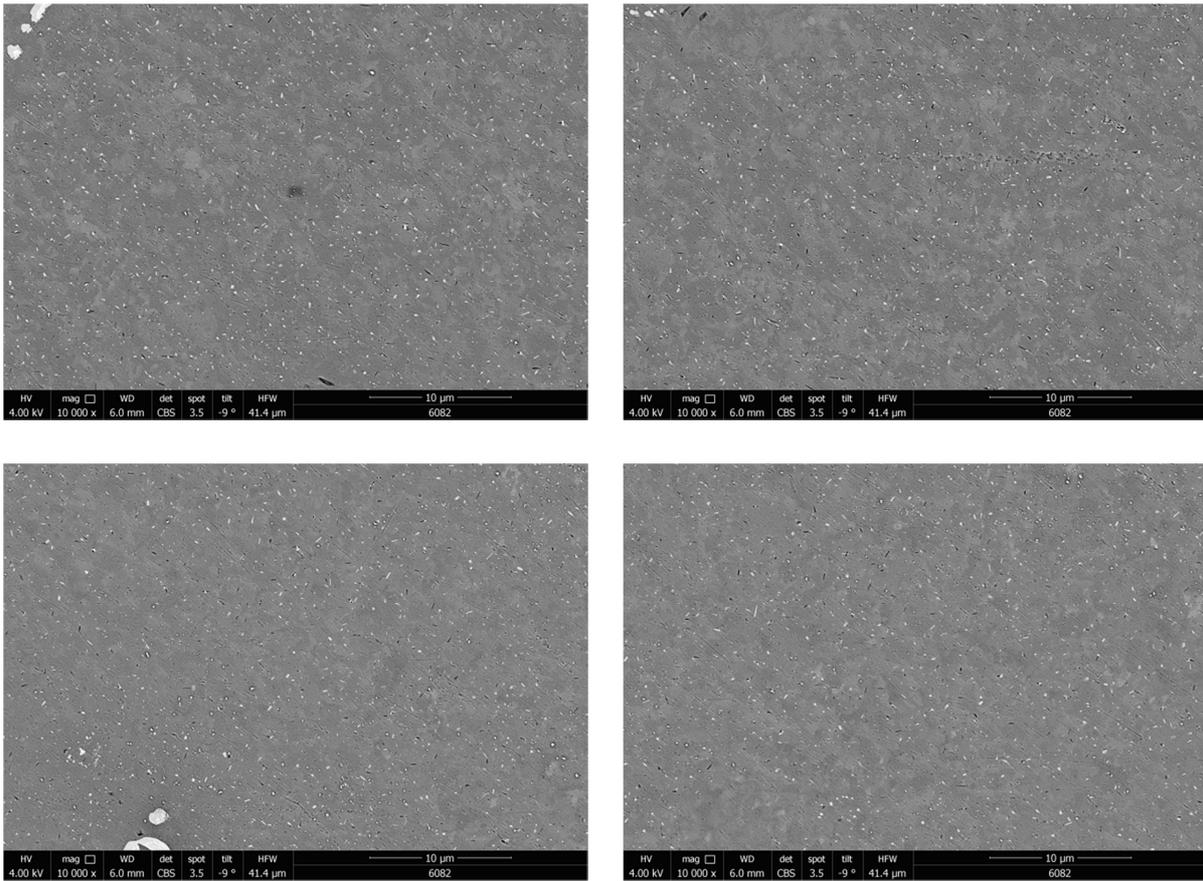


Abbildung 34: Vier weitere der zehn SEM-Bilder von Probe Hom. Ref_a, die zur Erstellung des Histogramms in Abbildung 18 verwendet wurden

B.2 Proben SEM 570°C_a, SEM 530°C_a und SEM 530°C_i – Kapitel 5.2.2

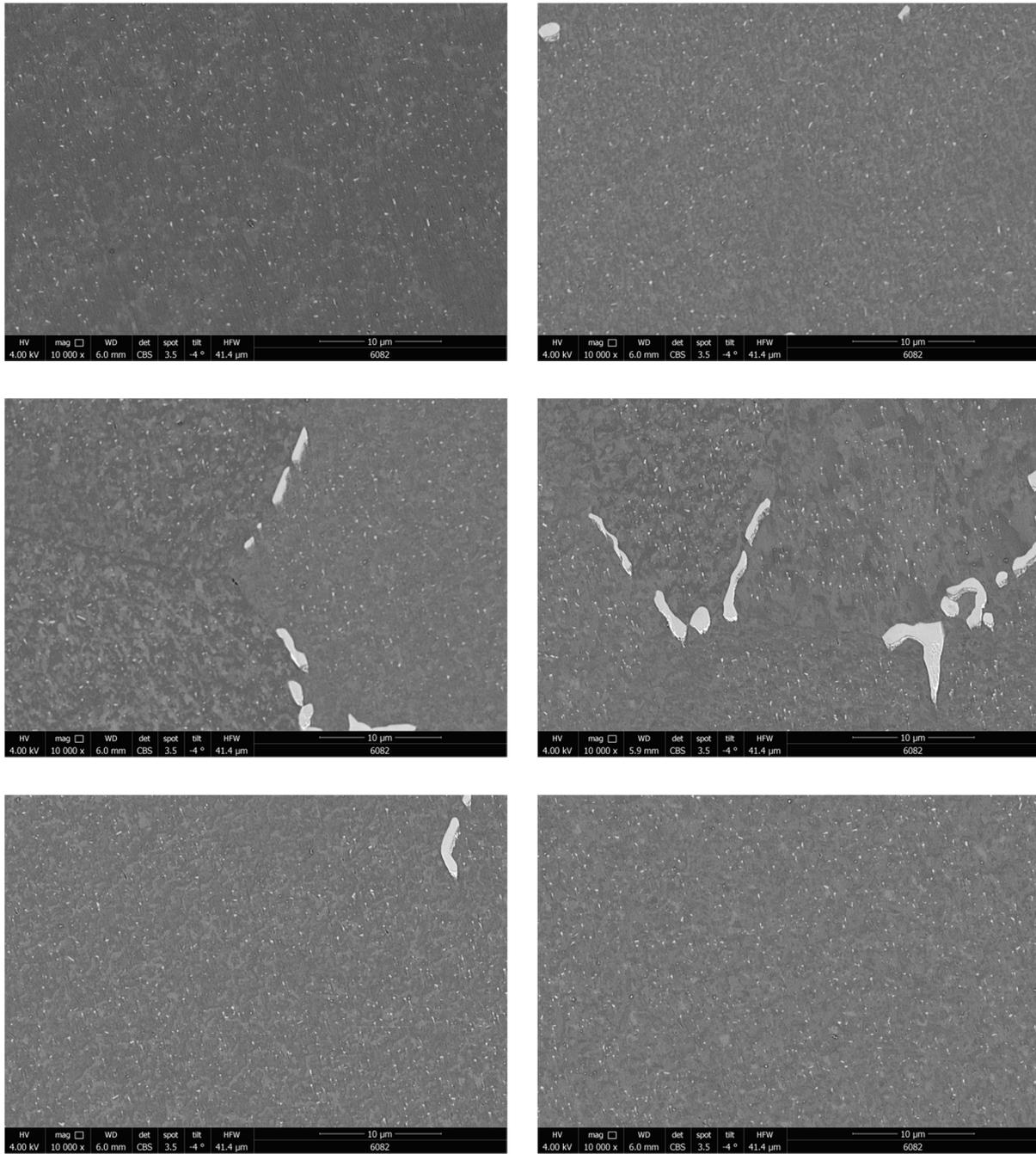


Abbildung 35: Sechs der neun SEM-Bilder von Probe SEM 570°C_a, die zur Erstellung des Histogramms in Abbildung 19 verwendet wurden

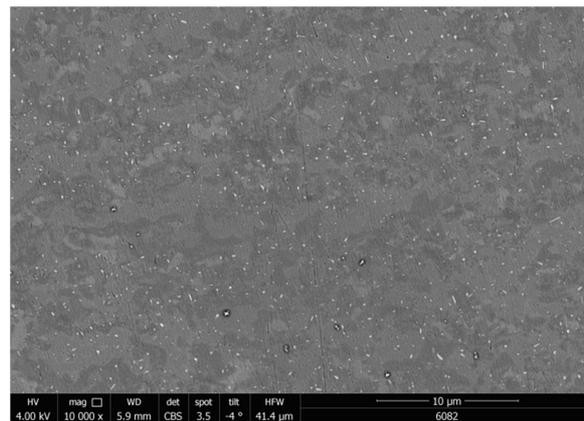
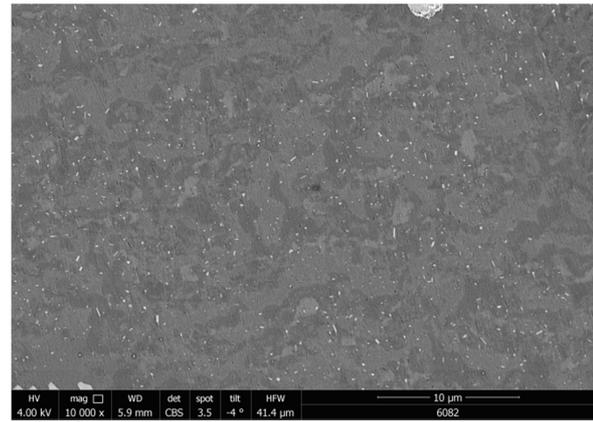
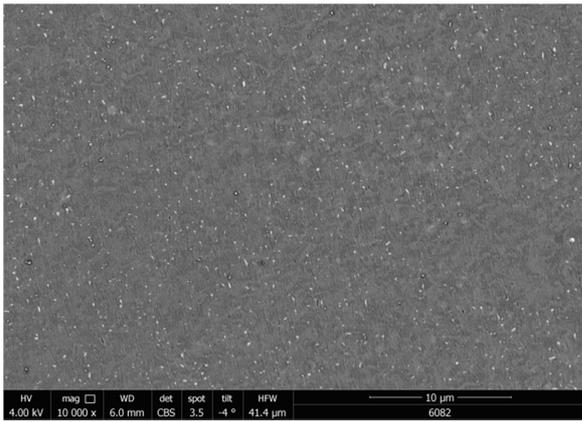


Abbildung 36: Drei weitere der neun SEM-Bilder von Probe SEM 570°C_a, die zur Erstellung des Histogramms in Abbildung 19 verwendet wurden

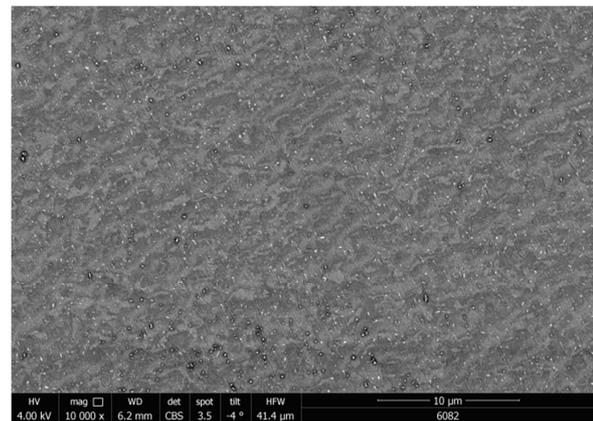
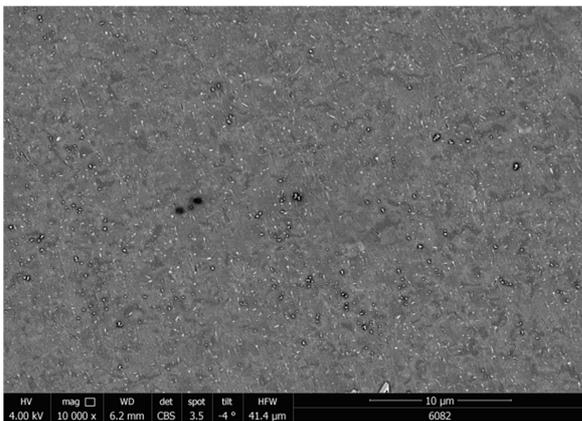


Abbildung 37: Zwei der acht SEM-Bilder von Probe SEM 530°C_a, die zur Erstellung der Histogramme in den Abbildungen 19 und 20 verwendet wurden

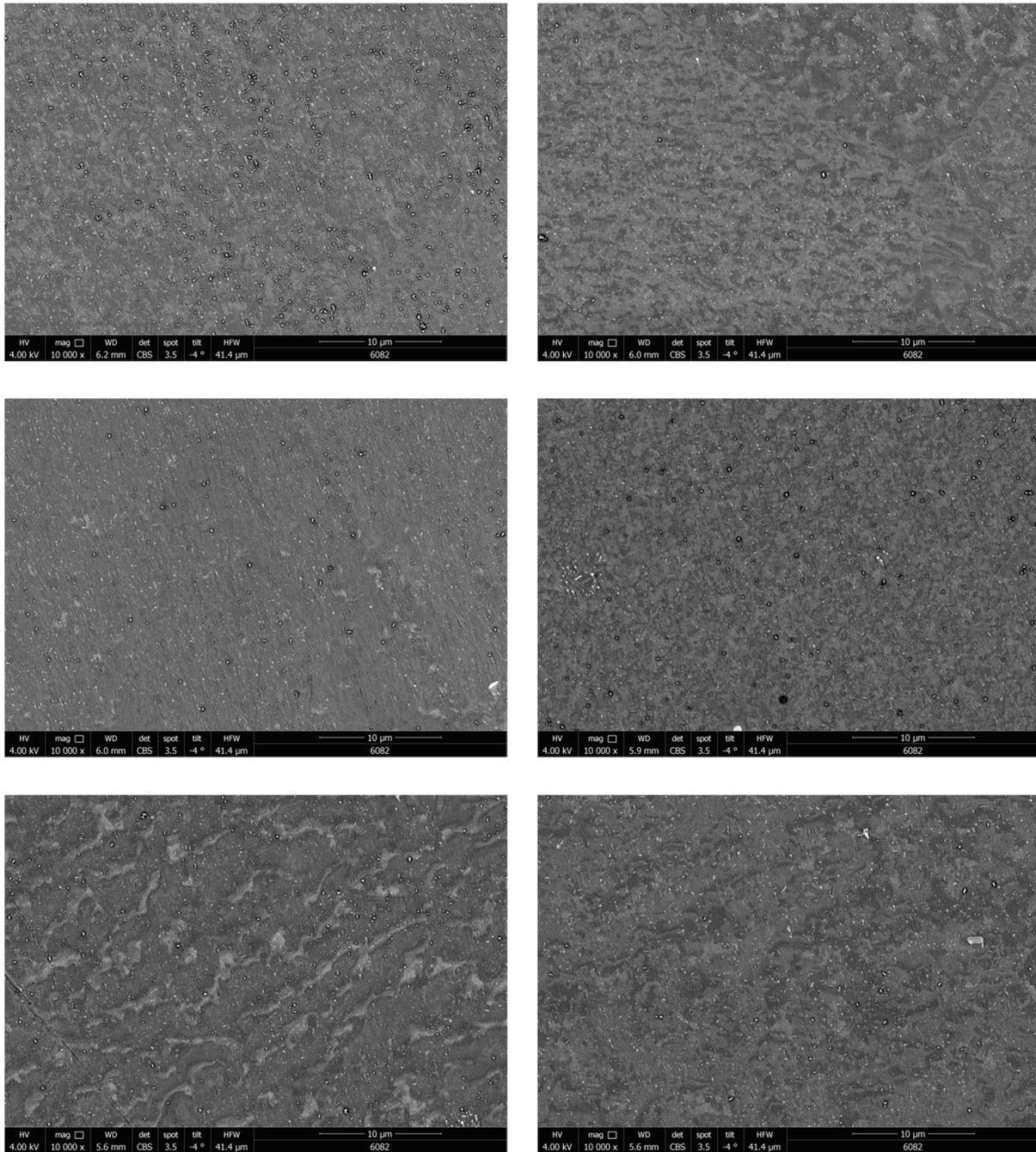


Abbildung 38: Sechs weitere der acht SEM-Bilder von Probe SEM 530°C_a, die zur Erstellung der Histogramme in den Abbildungen 19 und 20 verwendet wurden

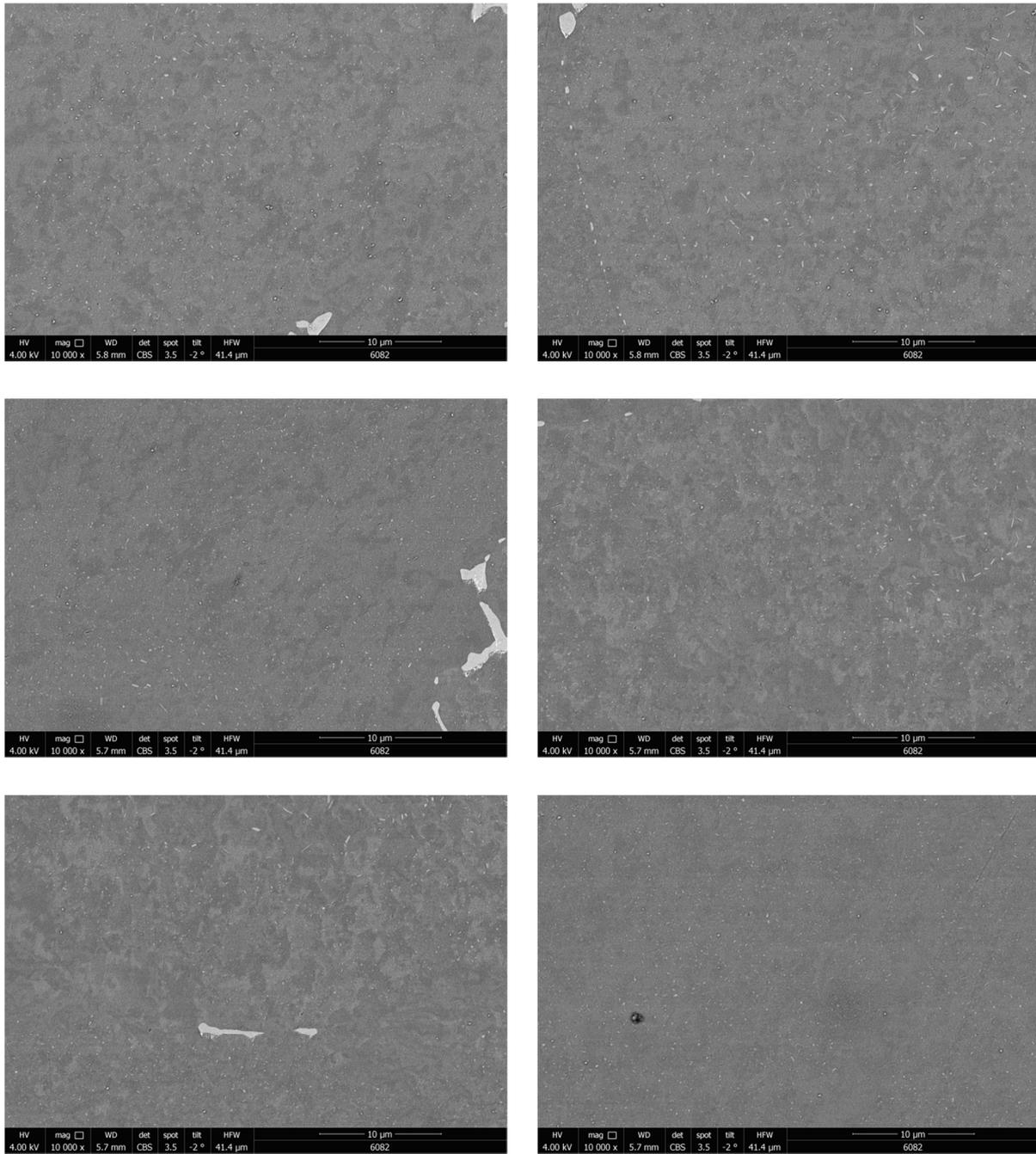


Abbildung 39: Sechs SEM-Bilder der Probe SEM 530°C_i, die zur Erstellung des Histogramms in Abbildung 20 verwendet wurden

B.3 Proben TEM 400°C, TEM 425°C und TEM 450°C – Kapitel 5.2.3

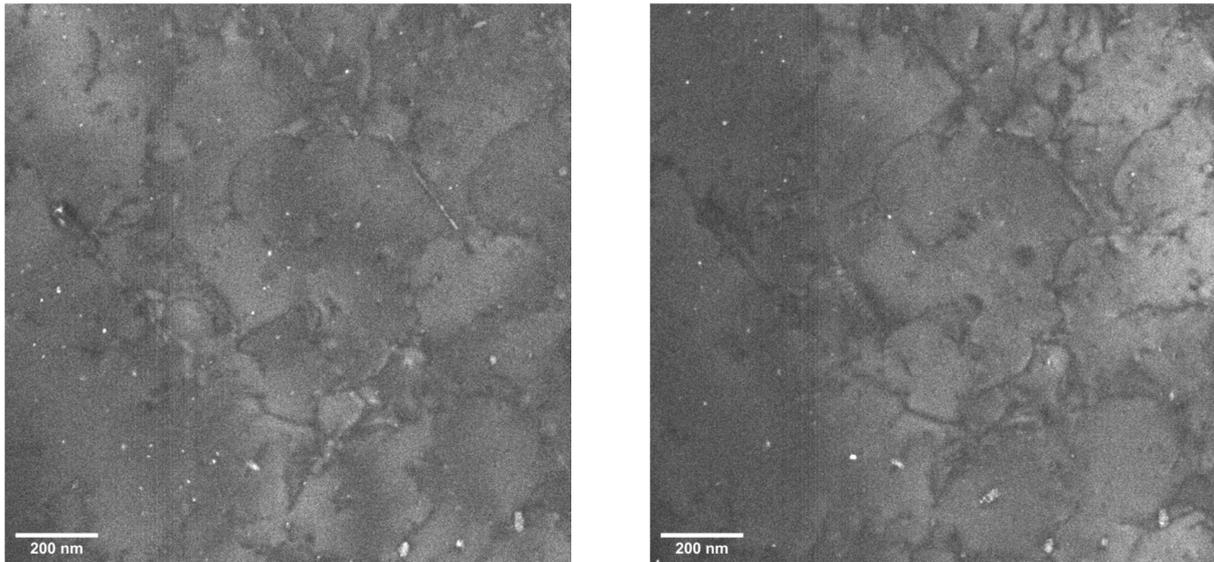


Abbildung 40: Zwei TEM-Bilder der Probe TEM 400°C, die zur Erstellung des Histogramms in Abbildung 22 verwendet wurden

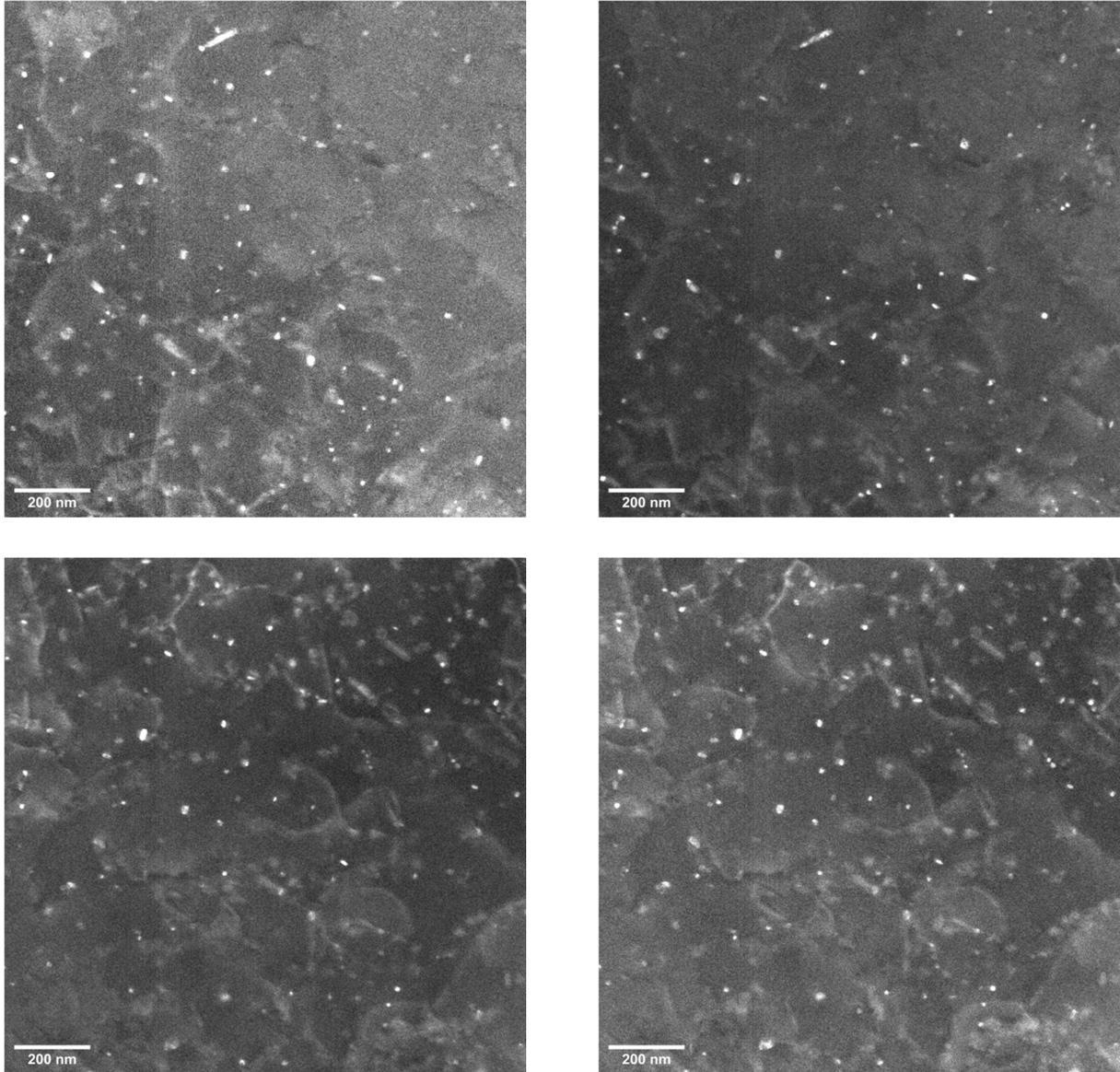


Abbildung 41: Vier TEM-Bilder von Probe TEM 425°C, die zur Erstellung des Histogramms in Abbildung 22 verwendet wurden

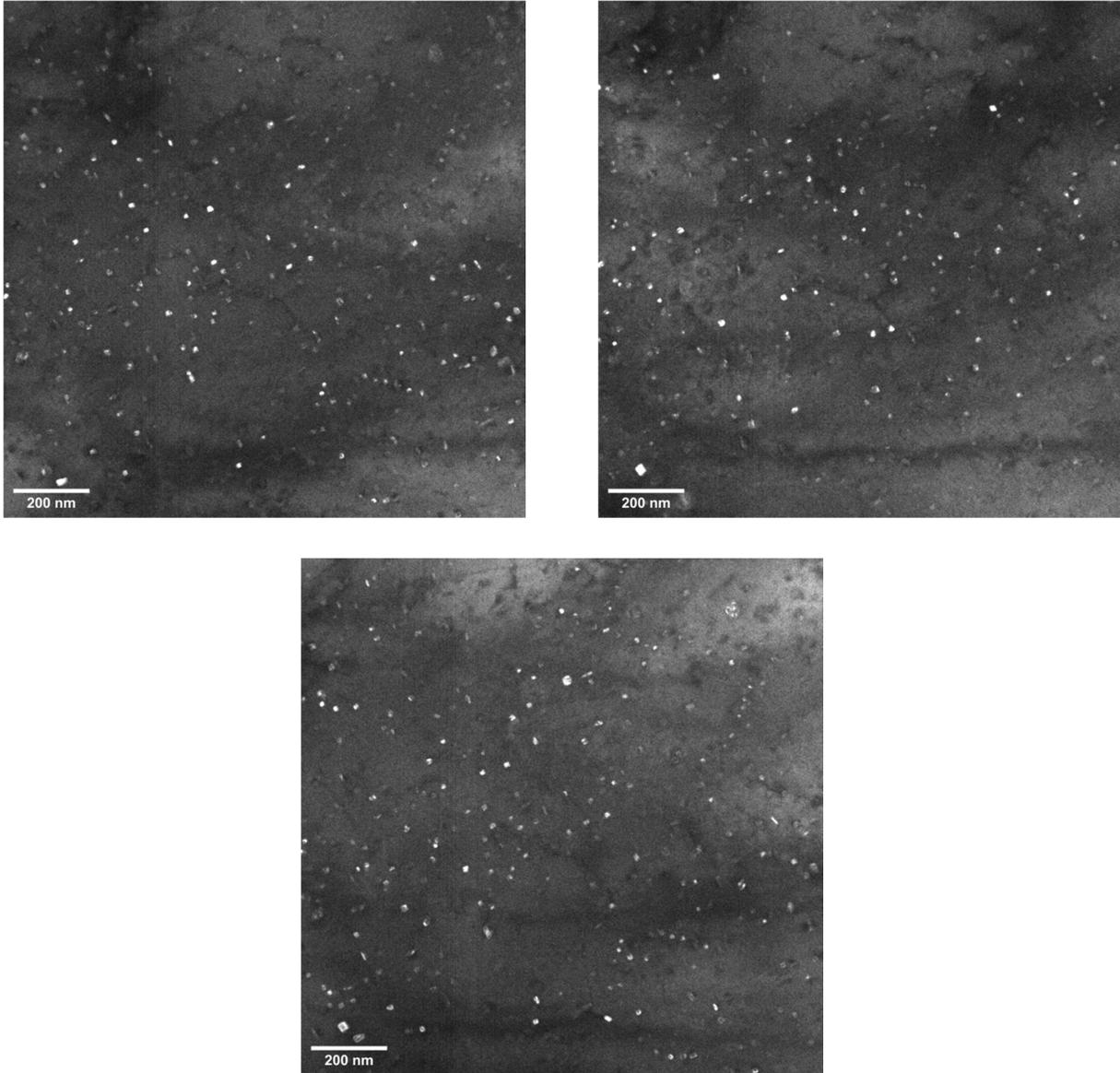


Abbildung 42: Drei TEM-Bilder der Probe TEM 450°C, die zur Erstellung des Histogramms in Abbildung 22 verwendet wurden