

DIPLOMARBEIT

Kriechverhalten von Hochtemperatur- Aluminium (HITEMAL)

ausgeführt zum Zwecke der Erlangung des akademischen Grades
eines Diplom-Ingenieurs unter der Leitung von

Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Guillermo Carlos Requena
E308

Institut für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnologie

eingereicht an der Technischen Universität Wien
Fakultät für Maschinenwesen und Betriebswissenschaften
von

Ing. Andreas Sikora, B.Sc. B.A.

Matrikelnummer 0235260

Hauptstrasse 13

A-2134 Staatz-Kautendorf

Wien, im Mai 2015

Andreas Sikora

Ich versichere,

dass ich die vorstehende Diplomarbeit selbständig und ohne fremde Hilfe angefertigt und mich anderer als der im beigefügten Literaturverzeichnis angegebenen Quellen nicht bedient habe. Alle Stellen, die wörtlich oder sinngemäß aus Veröffentlichungen entnommen wurden, sind als solche kenntlich gemacht.

Ich versichere weiters,

dass ich diese Diplomarbeit bisher weder im Inland noch im Ausland in irgendeiner Form als Prüfungsarbeit vorgelegt habe.

Datum

Unterschrift

Zusammenfassung

Die Arbeit soll einen Einblick in die Kriecheigenschaften von pulvermetallurgisch hergestelltem Aluminium geben, welches mit alternativen Verfahren neben dem bereits bekannten Sintern hergestellt wurde. Die Herstellverfahren umfassen das Extrudieren oder Schmieden nach dem kaltisostatischen Pressen (CIP) des Aluminiumpulvers mit einer mittleren Korngröße d_{50} von $1,3 \mu\text{m}$ und einer BET-Korngröße d_{BET} von $0,48 \mu\text{m}$. Die Besonderheit des Herstellprozesses liegt in dem dadurch erreichbaren Netzwerk aus Aluminiumoxid Al_2O_3 bzw. plattenartigen Dispersoiden, welche die Aluminiumkörner umgeben. Eine solche Aluminiumlegierung wird auch als Hochtemperaturaluminium, kurz HITEMAL, bezeichnet, da eine hohe Temperaturbeständigkeit angestrebt wird.

Eine makroskopische sowie mikroskopische Untersuchung der Bruchfläche mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) erlaubte eine Kategorisierung der Bruchmechanismen, wobei mittels Lichtmikroskopie (LM) die Porenanzahl und Porengrößen quantifiziert werden konnten, um auf den Verformungsmechanismus schließen zu können. Die gewonnenen Erkenntnisse wurden mit der in der Literatur gefundenen Karten der Verformungsmechanismen sowie Bruchmechanismen nach Ashby verglichen. Diese Gegenüberstellungen ergaben, dass die bis dato publizierten Karten für HITEMAL nicht genügen. Die experimentell gefundenen Werte für den Spannungsexponenten n von $1,6 \pm 2,0$ für extrudierte A27A-Proben bzw. $1,3 \pm 0,9$ für geschmiedete A27A-Proben, welche bis zu applizierten Spannungen von ca. 100 MPa konstant sind, weisen auf eine hohe Kriechbeständigkeit hin. Eine Extrapolation der Bruchzeit in Abhängigkeit der minimalen Kriechrate $\dot{\epsilon}_{\text{min}}$ und applizierten Spannung σ_A bei 300°C ergab eine abgeschätzte Bruchzeit zwischen 11.000 h und 13.000 h bei einer minimalen Kriechrate von ca. $2,1\text{E-}11$ 1/s und einer applizierten Spannung von ca. 100 MPa.

Es konnte neben der umfassenden Auswertung der Kriechkurven ein Vergleich mit gesintertem Aluminium angestellt werden, um den festigkeitssteigernden Effekt des Al_2O_3 beim Kriechen zu quantifizieren. Der Verfestigungseffekt $\Delta\sigma(\sigma_A)$ ergibt 80 MPa bei einer applizierten Spannung σ_A von ca. 130 MPa.

Abstract

This work deals with the unique creep properties of powder metallurgically manufactured aluminum, which has been fabricated by innovative routes different to the already known sintering process. The fabrication route is based on extruding or forging subsequent to cold-isostatically pressing (CIP) of Aluminium powder with a mean particle size d_{50} of 1.3 μm and a BET diameter d_{BET} of 0.48 μm . The special feature of the fabrication route is to form a continuous Al_2O_3 skeleton or plate-like dispersoids, which surround the grains. These aluminum alloys are also known as high-temperature aluminum (HITEMAL) due to the fact of their ability to withstand high temperatures.

A macroscopic and microscopic evaluation of the rupture plane by the use of a scanning electron microscope (SEM) allowed a classification in fracture mechanisms and a quantification of the cavity density as well as dimensions of these cavities by the use of a light microscope (LM) aimed to classify the deformation mechanism behind. These findings have been compared with the map of deformation mechanisms and maps of fracture mechanisms by Ashby and reveals that these maps are not suitable for HITEMAL. The experimental values for Norton's stress exponent n are 1.6 ± 2.0 for the extruded A27A-samples and 1.3 ± 0.9 for the forged A27A-samples, which have been observed to be constant up to ca. 100 MPa. This implies a high creep resistance of both A27A-series. An extrapolation of time to rupture depending on the minimum creep rate $\dot{\epsilon}_{\text{min}}$ and applied stress σ_A at 300°C manifested a time to rupture between 11,000 h and 13,000 h for a minimum creep rate of ca. $2.1\text{E-}11$ 1/s and an applied stress of ca. 100 MPa respectively.

In addition to the evaluation of the creep curves, the creep strengthening effect of the Al_2O_3 has been measured by benchmarking against an ordinary sintered material. The composite creep strengthening effect $\Delta\sigma(\sigma_A)$ results in 80 MPa at an applied stress σ_A of approximately 130 MPa.

Inhaltsverzeichnis

1	Grundlagen zum Kriechen	1
1.1	Überblick zu Kriechkurven	1
1.2	Verformungsmechanismen	5
1.3	Kriechgesetz nach Norton	12
1.4	Extrapolationsmethoden	15
1.4.1	Larson-Miller Parameter	16
1.4.2	Sherby-Dorn Parameter	17
1.4.3	Manson-Haferd Parameter	18
1.5	Kriechparameter der Literatur	19
1.6	Bruchmechanismen	20
1.7	Hypothese	25
2	Experimentelle Methoden	26
2.1	Charakterisierung des verwendeten Materials	26
2.1.1	A27A extrudiert	29
2.1.2	A27A geschmiedet	29
2.1.3	Effekte der Kompaktierungstechnik	30
2.2	Kriechversuch und Kriechdatenauswertung	34
2.2.1	Auswertung der Kriechkurven (OriginPro)	38
2.2.2	Relativer Fehler der Verformungsmessung	41
2.3	Analysieren der Bruchfläche	41
2.3.1	Makroskopische Untersuchung	42
2.3.2	Mikroskopische Untersuchung	43
2.4	Längsschliffe	44
3	Ergebnisse	49
3.1	Kriechversuch und Kriechdatenauswertung	49
3.1.1	A27A extrudiert	52
3.1.2	A27A geschmiedet	56
3.2	Analysieren der Bruchfläche	58
3.2.1	Makroskopische Untersuchung	58
3.2.1.1	A27A extrudiert	58
3.2.1.2	A27A geschmiedet	62
3.2.2	Mikroskopische Untersuchung	62
3.2.2.1	A27A extrudiert	62
3.2.2.2	A27A geschmiedet	68
3.3	Längsschliffe	70
3.3.1	A27A extrudiert	70
3.3.2	A27A geschmiedet	74
4	Diskussion der Ergebnisse	77
4.1	Interpretation der Kriechkurven und deren Auswertung	77

4.2	Interpretation der Bruchflächenanalyse und Längsschliffe	78
4.2.1	Kategorie I: A27A extrudiert mit 110 MPa, 100 MPa und 80 MPa bei unterschiedlicher Prüftemperatur	78
4.2.2	Kategorie II: A27A extrudiert mit 120 MPa	79
4.2.3	Kategorie III: A27A geschmiedet.....	80
4.2.4	Zusammenfassung der Untersuchungen	81
4.3	Verformungs- und Bruchmechanismenkarten	81
4.4	Norton-Diagramm.....	85
5	Fazit	90
6	Ausblick	94
	Literaturverzeichnis	95
	Anhang	98
	REM-Bilder.....	98
	LM-Bilder.....	109

Abkürzungsverzeichnis

Al	Aluminium
s	Sekunden
min	Minuten
h	Stunden
d	Tage
REM (SEM)	Rasterelektronenmikroskop (scanning electron microscope)
TEM	Transmissionselektronenmikroskop (transmission electron microscope)
BF	Hellfeld (bright field)
DF	Dunkelfeld (dark field)
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
LM	Lichtmikroskop
n.a.	nicht verfügbar (not available)
bzw.	beziehungsweise
UTS	Zugfestigkeit (ultimate tensile strength)
YS	Fließgrenze im Sinne von Streckgrenze oder Dehngrenze (yield strength)
RT	Raumtemperatur
Temp.	Temperatur
HAGB	Großwinkelkorngrenze (high-angle grain boundary)
LAGB	Kleinwinkelkorngrenze (low-angle grain boundary)
kfz (fcc)	kubisch flächenzentriert (face centered cubic)
krz (bcc)	kubisch raumzentriert (body centered cubic)
inc.	erhöht (increased)

1 Grundlagen zum Kriechen

Kriechen von Metallen ist durch eine zeitabhängige plastische Verformung bei erhöhter Temperatur und konstanter Belastung definiert, die auf dem viskoelastischen Verhalten der Materialien beruht. Die kritische Temperatur, ab der von Kriechen bzw. Retardation gesprochen werden darf, ist von der Schmelztemperatur T_m des jeweiligen Metalls abhängig, die mit einem Faktor 0,4 beaufschlagt wird. Sobald daher ein Metall Temperaturen von $T > 0,4 \cdot T_m$ und einer gleichzeitigen konstanten Belastung ausgesetzt ist, treten die für das Kriechen typischen mikroskopischen Vorgänge, wie etwa Diffusion oder Versetzungsgleiten sowie -klettern, auf. Im Gegensatz zu Metallen trifft die Definition des Kriechens bei Keramiken erst bei Temperaturen $T > 0,5 \cdot T_m$ zu, da erst bei höheren Temperaturen diese Vorgänge aktiviert werden können. [1]

1.1 Überblick zu Kriechkurven

Kriechkurven dienen zur Darstellung des Verlaufs der Kriechdehnung ϵ eines Materials über die Zeit t . Wie bereits bekannt, setzt das Kriechen erst bei erhöhter Temperatur ein, sodass die Abhängigkeit der Dehnung ϵ stets durch die Zustandsfunktion $\epsilon = f(\sigma, t, T)$ beschrieben werden kann. Bei Temperaturen $T < 0,4 \cdot T_m$ hingegen wird die Zeitabhängigkeit der Dehnung von Metallen irrelevant und damit entfallen zwei Zustandsvariablen in der Zustandsfunktion, da lediglich die applizierte Spannung eine elastische bzw. plastische Verformung verursacht. Die Zustandsfunktion nimmt daher die Form $\epsilon = f(\sigma)$ an. [1]

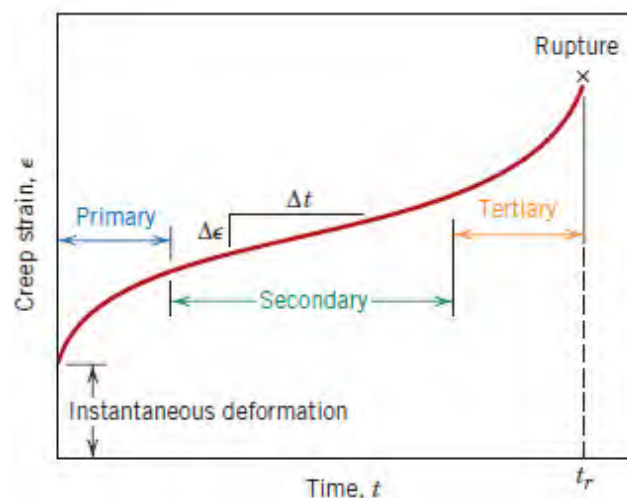


Abbildung 1: Typische Kriechkurve eines duktilen Materials [2]

Im Folgenden wird der für das Kriechen wichtige Begriff der Kriechrate $\dot{\varepsilon}$ eingeführt, der die Verformungsrate bzw. die Verformungsgeschwindigkeit beim Kriechen beschreibt und die zeitliche Ableitung der Kriechdehnung ε ist. Bei Kriechkurven wird, wie in Abbildung 1 und auch in Abbildung 2 (oben) gezeigt, zwischen drei Bereichen unterschieden. Diese Bereiche werden als primäres, sekundäres und tertiäres Kriechstadium bezeichnet. Während im primären und tertiären Kriechstadium die Zustandsfunktion der Kriechrate $\dot{\varepsilon} = f(\sigma, t, T)$ zutreffend ist, wird diese im sekundären Kriechstadium zur Form $\dot{\varepsilon} = f(\sigma, T)$ reduziert. Dies liegt an einer veränderten Zeitabhängigkeit der weiteren Zustandsgrößen, wie Materialkonstanten und Gefügeparameter (Versetzungsdichte, Versetzungsanordnung, Kristallgröße, Korngröße, Ausscheidungsgröße, Ausscheidungsabstände, etc.), welche letztendlich eine zeitlich konstante Kriechrate im sekundären Kriechstadium hervorrufen und in Abbildung 2 (unten) ersichtlich ist. [3] Aus welchen Beobachtungen sich die beschriebene Zustandsfunktion der jeweiligen Stadien ergeben, wird im Folgenden näher erörtert.

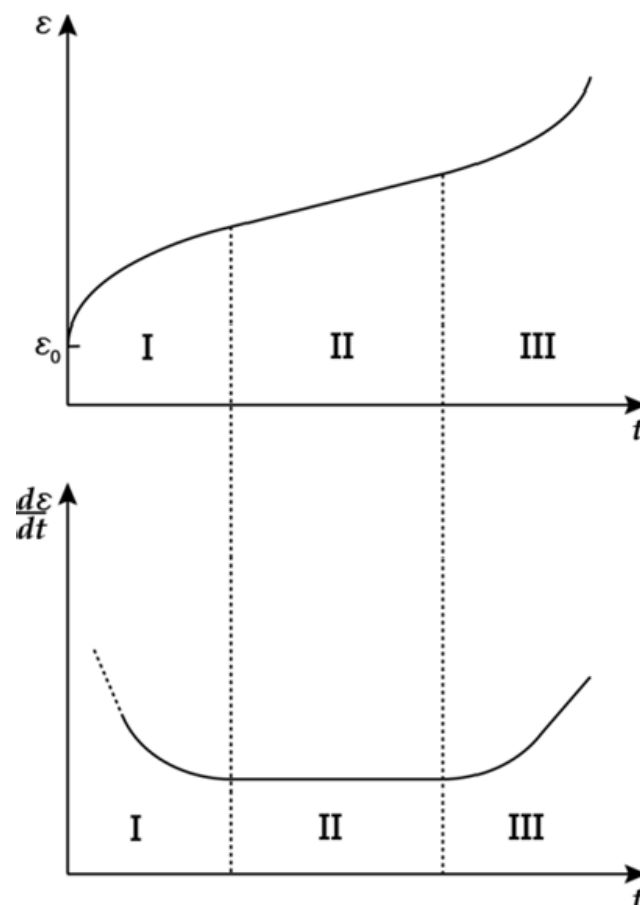


Abbildung 2: Schematischer Kurvenverlauf betreffend der Verformung während des Kriechens (oben) und Kriechrate (unten) über der Zeit mit den einzelnen Kriechstadien [4]

Das *primäre Kriechstadium* ist gekennzeichnet durch eine unmittelbare Verformung (instantaneous deformation) nach Applizieren der Belastung, die schließlich ähnlich einer logarithmischen Funktion in das sekundäre Kriechstadium übergeht. Im ersten Kriechstadium tritt eine Verfestigung des Materials auf die aus einer elastischen und plastischen Verformung resultiert. Die plastische Verformung wiederum beruht auf den durch die Spannung initiierten Versetzungsbewegungen sowie den neu erschaffenen Versetzungen, bspw. durch Frank-Read Quellen, im Kristallgitter des Materials. [5]

Im *sekundären Kriechstadium* tritt neben der Verfestigung auch Erholung ein, die sich in der gesamten sekundären Zeitspanne im Gleichgewicht befinden, sodass die Kriechrate, also die Steigung der Kriechkurve, minimal und konstant ist. Die Erholung eines Materials ist definiert durch eine Rekonfiguration der Versetzungen aufgrund Diffusionsprozesse bei Temperaturen unterhalb der Rekristallisationstemperatur, die eine partielle Auflösung der Gitterverspannungen ermöglicht und mit einer geringen Abnahme der Versetzungsdichte einhergeht. Die Rekristallisationstemperatur kann dabei im Fall eines unbelasteten Materials mit 0,3 bis 0,5 der Schmelztemperatur angenommen werden. Da dieser Temperaturbereich sehr weit gesteckt ist, wird die Rekristallisationstemperatur als die Temperatur definiert, bei welcher 100% des Materials in einer Stunde rekristallisiert. [5]

Um eine klare Abgrenzung zwischen der in Abbildung 3 gezeigten Erholung und Rekristallisation zu ziehen, soll auch die Rekristallisation überblicksmäßig behandelt werden. Rekristallisation bedeutet Keimbildung und Wachstum von spannungsfreien und gleichförmigen Körnern, welche die plastisch deformierten Körner ersetzen und in Folge zu einer enormen Abnahme der Versetzungsdichte führt. Beim Kriechen, also unter konstanter Belastung des Materials, tritt Rekristallisation nur in sehr reinen Metallen sowie Keramiken und erst bei hohen Temperaturen $T \geq 0,6 \cdot T_m$ auf, die eine neuerliche und ausschließliche Verfestigung zur Folge haben. Daher gelten für auftretende Wellen der Rekristallisation (Waves of Recrystallisation) kurzzeitig wieder die Bedingungen des primären Kriechstadiums und beschleunigte Kriechraten, so wie diese in Abbildung 4 im Hochtemperaturbereich bei $T \approx 0,9 T_m$ dargestellt sind. [3]

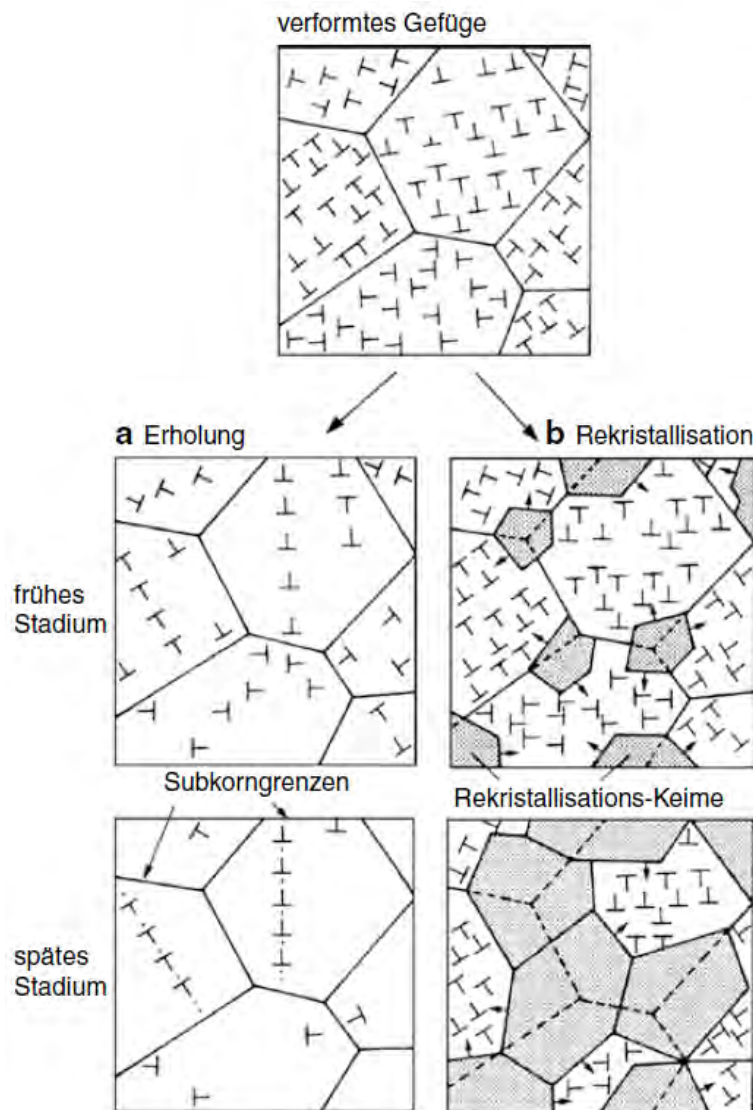


Abbildung 3: Erholung und Rekristallisation eines verformten Gefüges im Vergleich [6]

Die Abbildung 4 unterscheidet noch weitere temperaturabhängige Szenarien, die im sekundären Kriechstadium prinzipiell auftreten können. Im Hochtemperaturbereich stellen sich neben dem Szenario der Rekristallisationswellen der Idealfall des Kriechens bei $T \approx 0,5 T_m$ ein, der durch eine stetig steigende Kriechdehnung und somit eine konstante Kriechrate $\dot{\epsilon}$ charakterisiert ist. Im Niedrigtemperaturbereich bei $T \approx 0,1 T_m$ hingegen reduziert sich die Kriechrate $\dot{\epsilon}$ auf Nullniveau, sodass hierbei von ausschließlich elastischer Verformung gesprochen werden darf.

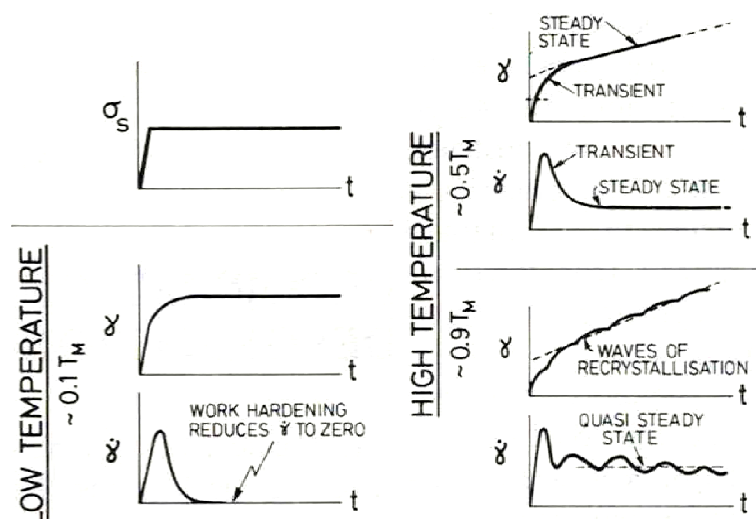


Abbildung 4: Hochtemperatur- und Niedrigtemperaturverhalten der Kriechdehnung $\gamma = \epsilon$ und der Kriechrate $\dot{\gamma} = \dot{\epsilon}$ bei konstanter Schubspannung $\sigma_s = \tau$ [3]

Der letzte Bereich des Kriechprozesses wird als *tertiäres Kriechstadium* bezeichnet, in der sich die Probe einzuschnüren beginnt. Die Verformung folgt dabei einem exponentiellen Verlauf, in der das Material durch die Einschnürung einer ständig steigenden Spannung ausgesetzt ist und letztendlich bricht. Im Vergleich zum sekundären Kriechstadium ist daher im tertiären Kriechstadium wiederum ein Anstieg der Kriechrate zu verzeichnen. [5]

1.2 Verformungsmechanismen

Bei Kriechen werden aufgrund der aufgetragenen Belastung sowie der eingestellten Temperatur verschiedene Verformungsmechanismen und auch Bruchmechanismen unterschieden. Typische Verformungsmechanismen sind in Abbildung 5 dargestellt, wobei auf der Abszisse die homologe Temperatur, also der Quotient der Prüftemperatur T in K zur Schmelztemperatur T_m des Materials in K, aufgetragen ist und auf der Ordinate die normalisierte Schubspannung, also den Quotienten der Schubspannung τ in MPa zum Schubmodul G in MPa. Die in diesem Zusammenhang verwendete Schubspannung τ , die zum Aufrechterhalten des Fließens maßgeblich ist, wird im einfachen Fall der einachsigen Zugbeanspruchung durch die Beziehung (1.1) mit σ_1 als maximale Zugspannung errechnet. [3]

$$\tau = \frac{\sigma_1}{\sqrt{3}} \quad (1.1)$$

Darüber hinaus kann ebenso der Elastizitätsmodul E für die Berechnung herangezogen werden, der sich aus dem Schubmodul G mittels der Beziehung (1.2) er-

rechnen lässt. Darin ist die Querkontraktionszahl bzw. Poissonzahl ν enthalten, die für das verwendete Material in technischen Tabellen mit Bedacht auf die Temperaturabhängigkeit nachgeschlagen werden kann.

$$E = 2 \cdot G \cdot (1 + \nu) \quad (1.2)$$

Für andere Belastungsfälle, wie ebene oder räumliche Spannungszustände, kann die gesuchte Schubspannung τ mittels der zweiten Invarianten des deviatorischen Anteils des Cauchy'schen Spannungstensors berechnet werden, wie dies in Gleichung (1.3) mit σ_1 , σ_2 und σ_3 als den Hauptnormalspannungen dargestellt ist. [7]

$$\tau = \frac{1}{\sqrt{6}} \sqrt{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2} \quad (1.3)$$

Die in der Abbildung 5 ersichtlichen Verformungsmechanismen unterscheiden sich aufgrund der auftretenden typischen mikroskopischen Vorgänge, die im Folgenden näher erörtert werden.

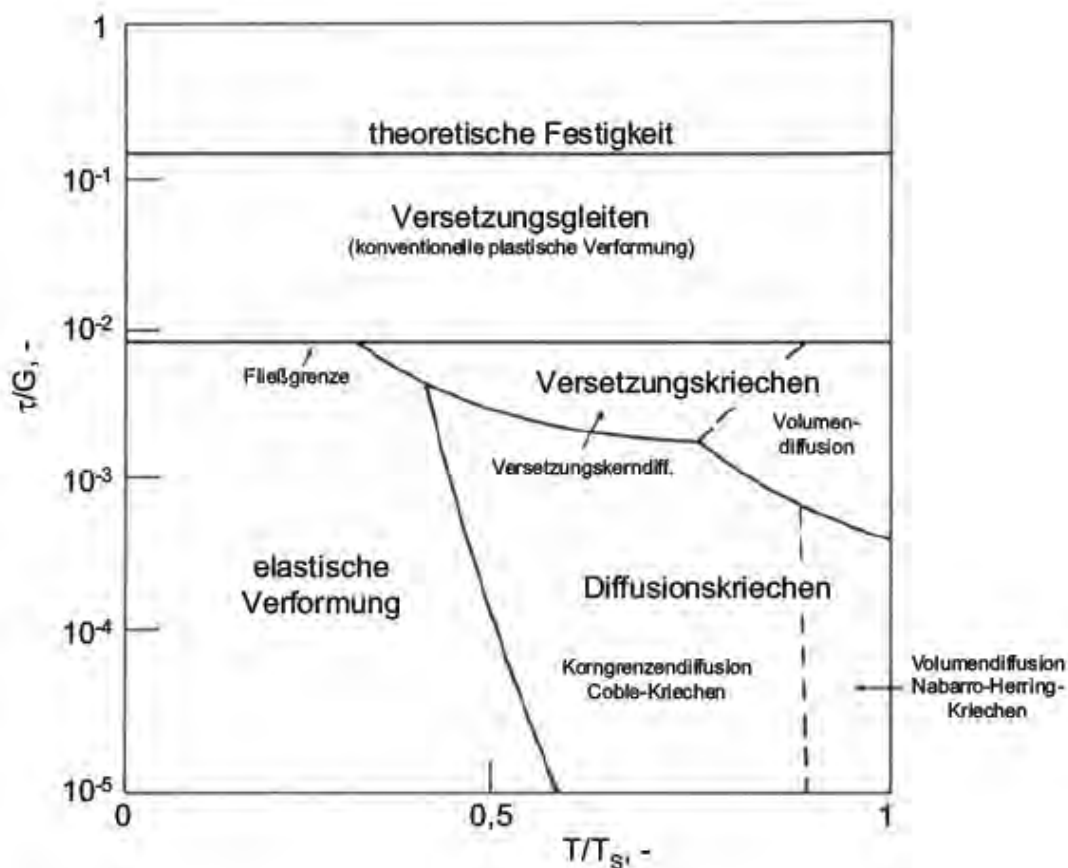


Abbildung 5: Allgemeine Karte der Verformungsmechanismen nach Ashby [5]

Anzumerken ist, dass diese Übersicht lediglich den dominierenden Mechanismus in den bestimmten Temperatur-Spannungs-Bereichen hervorhebt. Andere mikro-

skopische Vorgänge sind ebenso aktiv, die aber vor dem dominierenden Vorgang, der den Mechanismus bestimmt, in den Hintergrund treten.

Wie bereits unter 1.1 erwähnt, werden die für Kriechen typischen Mechanismen erst bei Temperaturen $T > 0,4 \cdot T_m$ aktiviert, sodass das Material bei geringeren Temperaturen und Spannungen unterhalb der Fließgrenze lediglich einer elastischen Verformung unterworfen ist. Je nach Material und applizierter Spannung kann die elastische Verformung bis hin zu Temperaturbereichen von $T < 0,6 \cdot T_m$ reichen.

Im Bereich der Hochtemperatur hingegen und niedrigen Spannungen ist der Mechanismus des sogenannten *Coble Kriechens* anzutreffen, wobei ein Anheben der Kriechtemperatur bei gleichbleibend niedrigem Spannungsniveau zum sogenannten *Nabarro-Herring Kriechen* führt. Die Leerstellendiffusion ist der dazugehörige mikroskopische Vorgang für die beiden genannten Kriechmechanismen und in Abbildung 6 gezeigt, wobei jedoch die Leerstellendiffusion beim Coble Kriechen entlang der Korngrenzen erfolgt und beim Nabarro-Herring Kriechen in der Kristallstruktur. Das hauptsächliche Unterscheidungsmerkmal dieser beiden Mechanismen ist jedoch die Korngröße. Das Coble Kriechen tritt ausschließlich in Gefügen mit kleinen Korndimensionen auf, wobei die Definition des Nabarro-Herring Kriechens mit großen Korndimensionen verknüpft ist. Die Abhängigkeit zwischen der Kriechrate $\dot{\epsilon}$ und der Korngröße d sind bei Betrachtung der Mechanismen jedoch nicht äquivalent. Während die Kriechrate des Coble Kriechens proportional zu d^{-3} ist, zeigt die Kriechrate des Nabarro-Herring Kriechens eine proportionale Abhängigkeit von lediglich d^{-2} . [5] Ein zusätzlicher Effekt der Leerstellendiffusion ist die Veränderung der Kornform, die in Richtung der applizierten Belastung einer Streckung unterworfen ist.

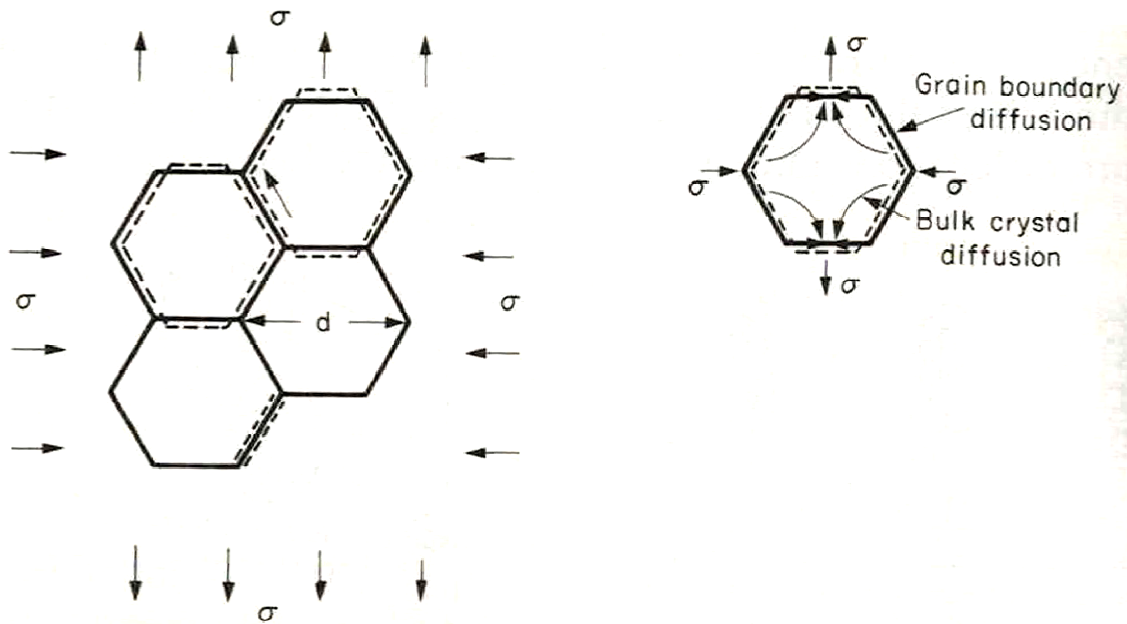


Abbildung 6: Leerstellendiffusion in einem Polykristall mit Korngröße d . Der Nabarro-Herring Mechanismus (Bulk crystal diffusion) ist durch die Pfeile im Korn dargestellt, während der Coble Mechanismus (Grain boundary diffusion) durch die Pfeile an den Korngrenzen symbolisiert wird. [1]

Bei Anheben der aufgetragenen Spannung über das Spannungsniveau des Coble Kriechens und Nabarro-Herring Kriechens stellt sich ein weiterer Mechanismus ein, der als *Versetzungskriechen* bezeichnet wird. Die dazugehörigen mikroskopischen Vorgänge sind die Bewegungen der Versetzungen (Glide) auf deren Gleitebenen sowie das Klettern der Stufenversetzungen (Climb) über mikrostrukturelle Hindernisse hinweg. Auch beim Versetzungskriechen kann zwischen 2 Vorgängen unterschieden werden. Die Versetzungskerndiffusion tritt im Gegensatz zur Volumendiffusion bei geringeren Kriechtemperaturen auf und kann als für das Klettern erforderliche Diffusion an den Versetzungskernen verstanden werden. Die Volumendiffusion hingegen ist ähnlich dem Nabarro-Herring Kriechen eine Diffusion hauptsächlich in der ungestörten Kristallstruktur. [5]

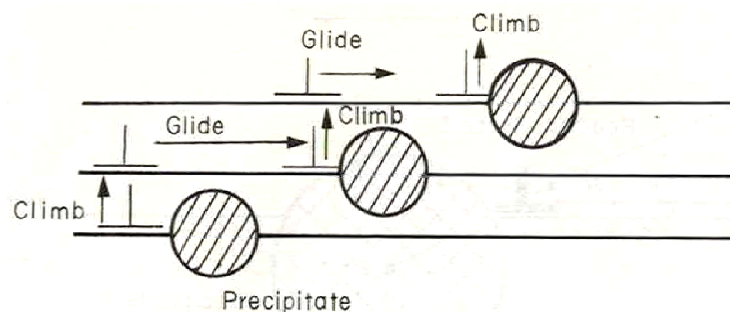


Abbildung 7: Versetzungskriechen mit den typischen Vorgängen Versetzungsbewegung (Glide) und Versetzungsklettern (Climb) [1]

Ein zusätzlich anzutreffender Vorgang ist in Abbildung 8 dargestellt, der zwischen dem Spannungsniveau des Coble Kriechens bzw. Nabarro-Herring Kriechens und dem Spannungsniveau des Versetzungskriechens auftritt. Dieser Vorgang ist das sogenannte *Korngrenzengleiten*, das durch Leerstellendiffusion in der Kristallstruktur oder entlang Korngrenzen ermöglicht wird und unter anderem aufgrund von Leerstellenformation an den Korngrenzen entsteht. [5]

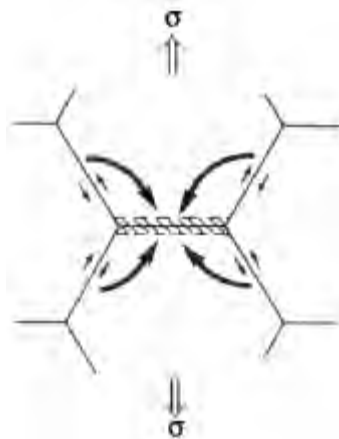


Abbildung 8: Kombination aus Leerstellendiffusion und Korngrenzengleiten. Die dicken Pfeile symbolisieren den Nabarro-Herring Mechanismus und die dünnen Pfeile das Korngrenzengleiten. [5]

Bei weiterem Anheben der aufgebrachtten Spannung über die Fließgrenze hinweg, stellt sich oberhalb des Versetzungskriechens das sogenannte *Versetzungsgleiten* ein. Der Unterschied dieser beiden Mechanismen ist das unterbleibende Klettern der Versetzungen beim Versetzungsgleiten. Das Klettern ist als eine Art Erholungsvorgang für das Gefüge bekannt, aufgrund dessen das Versetzungsgleiten als konventionelle plastische Verformung betrachtet werden kann. [5] Der Grund des Ausbleibens dieser Erholung kann auf die hohe applizierte Spannung oberhalb der Fließgrenze zurückgeführt werden, die eine Diffusion für die Rekonfiguration des Materials erschwert und daher der Vorgang der Verfestigung mit den typischen Anzeichen einer Erhöhung der Versetzungsdichte überwiegt.

Die theoretische Festigkeit, die sich als Begrenzung des Versetzungsgleitens und des defektfreien Fließens zeigt, ist wie der Name bereits impliziert, eine rein theoretisch angenommene Gerade. Diese theoretische Festigkeit wird meist mittels Schubmodul G in GPa geteilt durch einen Zahlenwert zwischen 20 und 30 berechnet. [8] Unter dem Begriff defektfreies Fließen wird das Fließen in defektfreien Einkristallen verstanden, das durch über der theoretischen Festigkeit liegenden Spannungen ermöglicht wird. [9]

Hinsichtlich des in dieser Arbeit behandelten Materials, ungeachtet der Herstellungsmethode, sind in Abbildung 9 die Verformungsmechanismen von reinen Aluminium-Legierungen abgebildet, die sich betreffend der Bereiche von der klassischen Übersicht der Verformungsmechanismen in einigen Details unterscheiden.

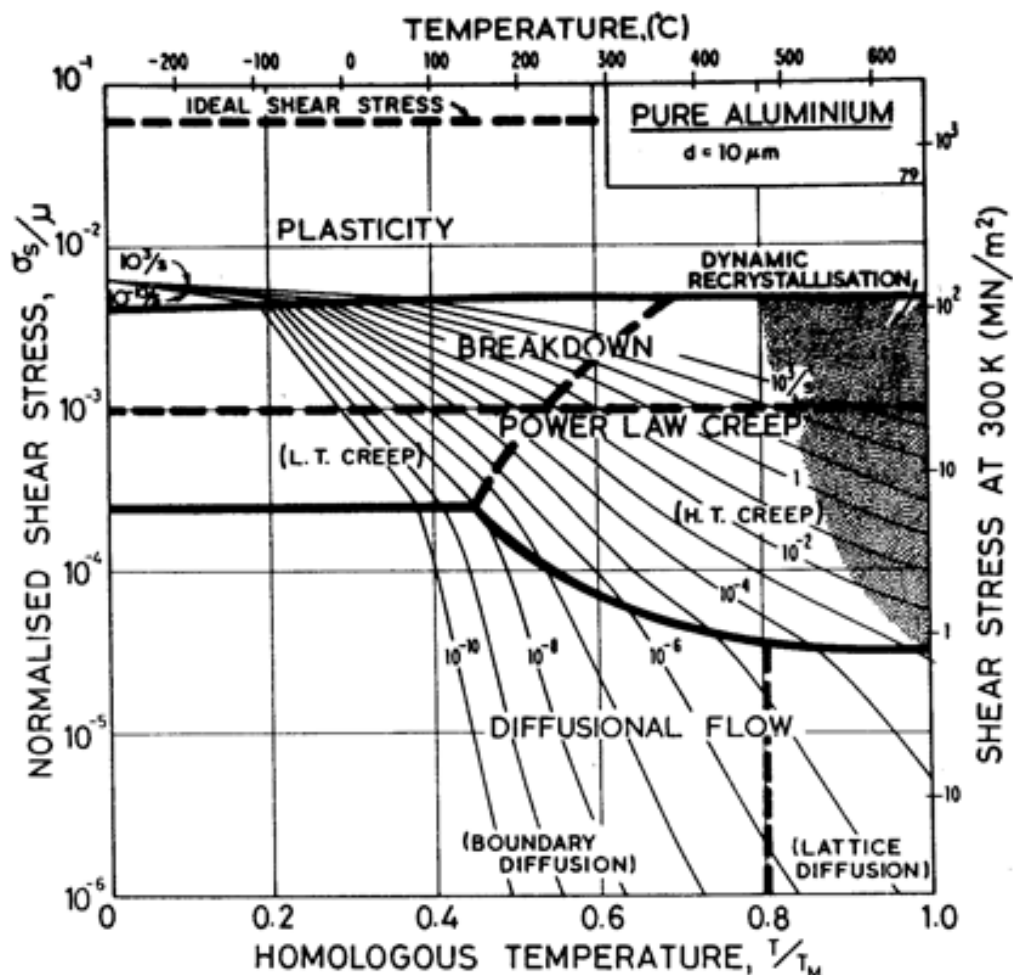


Abbildung 9: Karte der Verformungsmechanismen für reines Aluminium mit $10 \mu\text{m}$ Korngröße nach Ashby [3]

Frost und Ashby haben herausgefunden, dass Daten für kommerziell reines Aluminium, welche durch dynamische Kompressionstests und Extrusionstests gewonnen wurden, geringere Kriechraten als jene Daten aufweisen, die aus Torsionsversuchen von hochreinem Aluminium und deren Extrapolation stammen. Daher wurde die Karte der Verformungsmechanismen in Abbildung 9 der beiden Datenmengen bestmöglich angenähert und zeigt keine exakte Repräsentation der durchgeführten Kriechexperimente. [3]

Während die Variablenkennzeichnung betreffend der Schubspannung $\tau = \sigma_s$ und des Schubmoduls $\mu = G$ unterschiedlich ist, bleibt jedoch die Bedeutung der Ordinate bezeichnung gleich. Die ersten markanten Unterscheidungsmerkmale sind

das Fehlen des Bereiches der elastischen Verformung und der zu geringeren Temperaturen verschobene Übergang zwischen dem Nabarro-Herring Kriechen (Lattice diffusion) und dem Coble Kriechen (Boundary diffusion). Der Grund für die Auftragung des Coble Kriechens über den Bereich der elastischen Verformung hinweg liegt an der Tatsache, dass dieser Mechanismus bis zu einer Temperatur von 0 K aktiv ist, jedoch je nach applizierter Spannung bei Temperaturen $T < 0,4 - 0,5 T_m$ nicht relevante Verformungen hervorruft. Daher wird je nach Entsprechen Coble Kriechen oder aber elastische Verformung in Temperaturbereichen $T < 0,4 - 0,5 T_m$ vermerkt. [5]

Ebenso expandiert der Bereich des Versetzungskriechens (Power law creep) im Falle von Aluminium in Richtung geringerer Temperaturen und geringeren Spannungsniveaus, sodass eine Aufteilung in einen Niedrigtemperaturbereich und Hochtemperaturbereich getroffen werden kann, die auf der vorher beschriebene Versetzungskernndiffusion und Volumendiffusion beruhen.

Des Weiteren ist im Bereich des Versetzungskriechens bei höherer applizierter Spannung eine zusätzliche Bemerkung versehen, die das *Versagen des Kriechgesetzes nach Norton* (Power law breakdown) kennzeichnet. Dieses Versagen ist durch eine beginnende Nichtlinearität in der doppellogarithmischen Darstellung zwischen der aufgebrauchten Spannung und der Kriechrate gekennzeichnet, das durch die sukzessive Abnahme des Versetzungskletterns bis hin zum nahezu reinen Versetzungsgleiten begründet ist. [5]

Das Versetzungsgleiten wird aufgrund der konventionellen plastischen Verformung kurz als Plastizität (Plasticity) bezeichnet, wobei auch die theoretische Scherfestigkeit (Ideal shear stress) mit der vorher beschriebenen theoretischen Festigkeit gleichgesetzt werden kann. Ein neuer Bereich, der sich bei sehr hohen Temperaturen nahe dem Schmelzpunkt T_m auf Höhe des Versetzungskriechens befindet, ist die dynamische Rekristallisation, welche im Kapitel 1.1 bereits näher behandelt wurde. Die Parameter Temperatur und applizierte Spannung sind dort entsprechend günstig, um bei Aluminium einen Spannungsabbau über Kornneubildung einzuleiten.

Neben den einzelnen Bereichen, die den jeweiligen dominierenden Mechanismus kennzeichnen, sind in Abbildung 9 auch die sich bei bestimmter Temperatur und applizierter Spannung einstellenden konstanten Kriechraten dargestellt. Hervorzuheben sind bei den gezeigten Kriechraten die Änderungen in der Steigung an den

Übergängen der Verformungsmechanismen, die Einfluss auf Norton's Kriechfunktion haben. Diese Thematik wird im Kapitel 1.3 näher behandelt.

Die Korngröße der in Abbildung 9 dargestellten Übersicht der Verformungsmechanismen für Aluminium-Legierungen ist $10\ \mu\text{m}$. Eine Änderung der Korngröße sowie auch die Herstellungsmethode haben unter anderem großen Einfluss auf die Bereichsgrenzen der Verformungsmechanismen. In der Literatur jedoch konnte eine Übersicht der Verformungsmechanismen von pulvermetallurgisch hergestelltem Aluminium mit einer Korngröße um $1\ \mu\text{m}$ nicht gefunden werden.

1.3 Kriechgesetz nach Norton

Das ausschließlich für das sekundäre Kriechstadium bestimmte Kriechgesetz nach Norton wird gemäß der Beziehung (1.4) mit M als eine temperaturabhängige Materialkonstante, σ als der applizierten Spannung und n als den Spannungsexponenten definiert.

$$\dot{\epsilon}_{min} = M \cdot \sigma^n \quad (1.4)$$

Der Spannungsexponent n bestimmt die Steigung der Kriechrate in der doppeltlogarithmischen Darstellung der Abbildung 10 und gilt als Indikator für den Verformungsmechanismus. Ebenso ist das Versagen des Kriechgesetzes nach Norton (power law breakdown = plb) zu erkennen, das bereits im Kapitel 1.2 behandelt wurde.

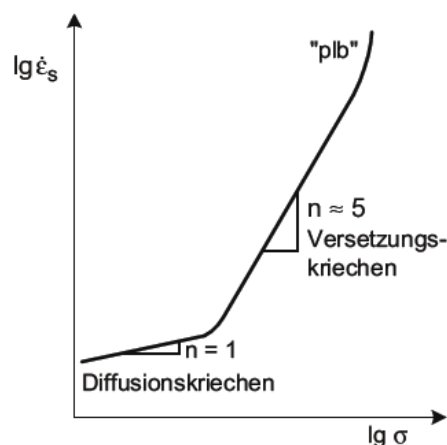


Abbildung 10: Typisches Norton-Diagramm mit unterschiedlichem Spannungsexponenten n [5]

Wie bereits bekannt, ist die Kriechrate $\dot{\epsilon}$ des sekundären Kriechstadiums eine Funktion der applizierten Spannung σ und der Temperatur T . Das Kriechgesetz nach Norton, das lediglich die Kriechrate zur applizierten Spannung in Beziehung bringt, müsste daher durch einen zusätzlichen Temperaturterm erweitert werden,

der auf die stetig beim Kriechen präsenten und temperaturabhängigen Diffusionsvorgänge basiert. Um diese Diffusionsvorgänge in Festkörper beschreiben zu können, wird eine sogenannte Arrhenius-Gleichung (1.5) zur Berechnung des Diffusionskoeffizienten $D(T)$ herangezogen, die einen Diffusionsparameter D_0 , die Aktivierungsenergie für das Kriechen ΔH und die universelle Gaskonstante R beinhaltet. [1]

$$D(T) = D_0 \cdot e^{\frac{-\Delta H}{RT}} \quad (1.5)$$

Eine Temperaturänderung nimmt stets über den Diffusionskoeffizienten Einfluss auf die Kriechvorgänge, sodass die Kriechrate proportional zum Diffusionskoeffizienten sein muss und die temperaturabhängige Beziehung für die Kriechrate (1.6) daher ebenso durch eine Arrhenius-Gleichung mit A als einen präexponentiellen Faktor dargestellt werden kann. [1]

$$\dot{\epsilon}_{min} = A \cdot e^{\frac{-\Delta H}{RT}} \quad (1.6)$$

Durch die Kombination des Kriechgesetzes nach Norton (1.4) und der Arrhenius-Gleichung für die Kriechrate (1.6) kann somit die allgemeine Form des Kriechgesetzes (1.7) mit K als der Kriechkonstanten angeschrieben werden. [10]

$$\dot{\epsilon}_{min} = K \cdot \sigma^n \cdot e^{\frac{-\Delta H}{RT}} \quad (1.7)$$

Für isotherme Prozesse jedoch findet das Kriechgesetz nach Norton Anwendung, das über den Spannungsexponenten n unterschiedliche Verformungsmechanismen identifizieren kann. Die Zuordnung der Verformungsmechanismen von reinem Aluminium zu den jeweiligen Spannungsexponenten n ist in Tabelle 1 dargestellt.

Tabelle 1: Präzente Verformungsmechanismen in reinem Aluminium mit 10 μm Korngröße [5, 11, 10]

Mechanismus	Vorgang	Parameter	Norton's n
Coble Kriechen	Leerstellendiffusion entlang von Korngrenzen	$T < 0,8 T_m$ Kleine Korndimensionen	$n \leq 1$
Nabarro-Herring Kriechen	Leerstellendiffusion in Kristallstruktur	$T > 0,8 T_m$ Große Korndimensionen	$n \leq 1$

Korngrenzgleiten	Abgleiten und Strecken der Körner durch Leerstellenformation an Korngrenzen	Gesamter Temperaturbereich	$n = 2 - 3$
Versetzungskriechen (Volumendiffusion)	Gleiten und Klettern von Versetzungen durch Volumendiffusion	Hochtemperaturbereich $T > 0,5 - 0,7 T_m$	$n = 3 - 8$
Versetzungskriechen (Versetzungskerndiffusion)	Gleiten von Versetzungen durch Versetzungskerndiffusion	Niedrigtemperaturbereich $T < 0,5 - 0,7 T_m$	$n = 5 - 10$
Versetzungsgleiten	Gleiten von Versetzungen	Gesamter Temperaturbereich	$n = 3$

In Abbildung 11 ist klar ersichtlich, dass die aus dem Kriechgesetz nach Norton resultierende Isotherme in jedem einzelnen Bereich, welcher den Verformungsmechanismus kennzeichnet, auch einen unterschiedlichen Spannungsexponenten n aufweist.

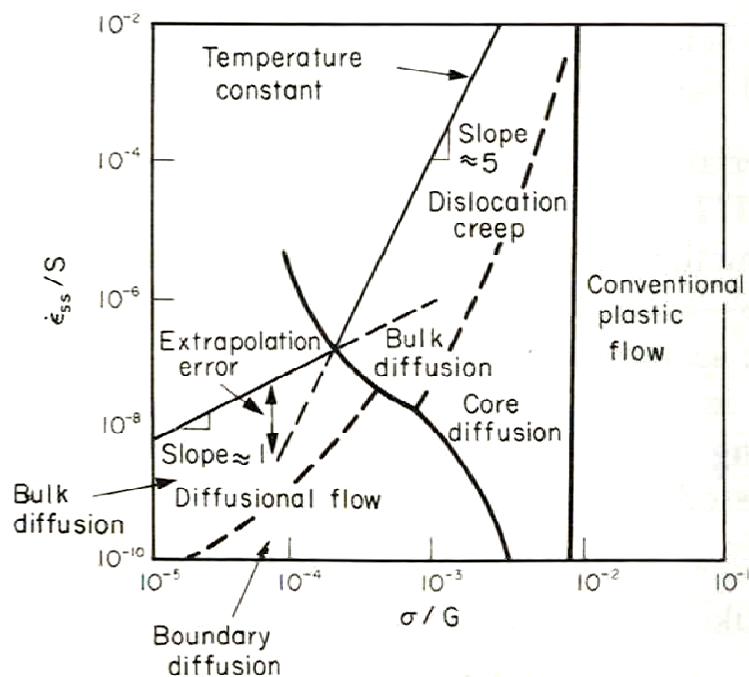


Abbildung 11: Verformungsmechanismen bei unterschiedlichen Kriechraten und Spannungen [1]

Im Falle des Versuchs einer Extrapolation betreffend die Ermittlung von Kriechraten bei unterschiedlichen Spannungen mittels des Kriechgesetzes nach Norton wird der Extrapolationsfehler in Abbildung 11 deutlich. Sobald über mehrere Verformungsmechanismus hinweg extrapoliert werden soll, versagt das Potenzgesetz

aufgrund der Änderung des Spannungsexponenten n . Hinsichtlich der möglichen Werte für den Spannungsexponenten n könnte die Streuung einige Größenordnungen betragen, sodass das Endergebnis einen unrealistischen Wert annehmen würde. Unter Anderem auch deshalb werden für die Vorhersage von Kriechdaten in der Praxis, wie beispielsweise die Ermittlung der Zeit bis zum Bruch, dafür eigens entwickelte Extrapolationsmethoden verwendet, die im Folgenden näher ausgeführt werden.

1.4 Extrapolationsmethoden

Die beiden bedeutendsten linearen parametrischen Extrapolationsmethoden für die Abschätzung der Zeitstandfestigkeit eines bestimmten Materials sind die Larson-Miller Methode und die Sherby-Dorn Methode, die beide im Grunde genommen Zeit gegen Temperatur tauschen. Dieser Austausch ist essentiell, da bei Zeitstandtests mittels höherer Temperaturen und verständlicherweise kürzerer Testdauer auf die erforderliche Temperatur unter gewünschten Betriebsbedingungen geschlossen werden kann. Die gewünschten Betriebsbedingungen sind dabei mit der geforderten Einsatzdauer sowie Belastung eng korreliert.

Beide Methoden unterliegen der Annahme, dass Kriechen ein temperaturabhängiger Ratenprozess sei und somit durch die Arrhenius Gleichung (1.8) beschrieben werden kann. [1]

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \dot{\varepsilon}_{min} = A \cdot e^{\frac{-\Delta H}{RT}} \quad (1.8)$$

Ein weiterer Ansatz, der Anwendung findet, ist die Monkman-Grant Beziehung (1.9), die den Zusammenhang zwischen der Kriechrate im Gleichgewicht und der Zeit bis zum Bruch t_r in h herstellt. Unter der Kriechrate im Gleichgewicht wird die sich einstellende minimale Kriechrate in der Phase des sekundären Kriechens verstanden und ist damit ein Maß für die Kriechfestigkeit. [5]

$$t_r \cdot \dot{\varepsilon}_{min} = const. \quad (1.9)$$

Durch die Arrhenius Gleichung (1.8) und die sogenannte Monkman-Grant Beziehung (1.9) kann die Basis (1.10) für beide Methoden angeschrieben werden.

$$A \cdot t_r \cdot e^{\frac{-\Delta H}{RT}} = const. \quad (1.10)$$

Während Larson und Miller annehmen, dass A eine Konstante und lediglich ΔH eine Funktion der Spannung ist, wird bei Sherby und Dorn A als eine Funktion der

Spannung und ΔH als Konstante interpretiert. Die daraus resultierenden Parameter werden im Folgenden näher erläutert. [12]

1.4.1 Larson-Miller Parameter

Durch Logarithmieren und Auflösen der Gleichung (1.10) nach ΔH kann der Larson-Miller Parameter (1.11) mit T als Temperatur in K angeschrieben werden. [5]

$$P_{LM}(\sigma) = T \cdot (C + \log_{10} t_r) \quad (1.11)$$

Die einzige Konstante in der Gleichung des Larson-Miller Parameters ist C , welche als Materialkonstante deklariert wird und einen erheblichen Einfluss auf die Vorhersage der Zeitstandfestigkeit hat. [13]

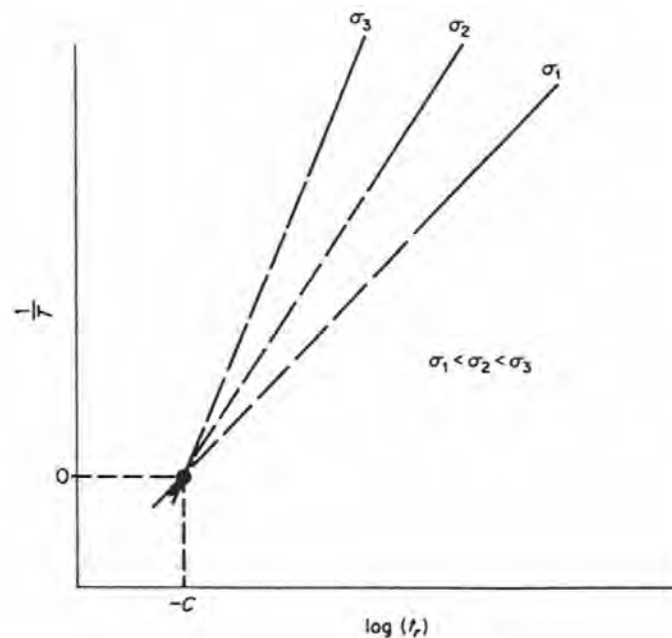


Abbildung 12: Grafische Darstellung des Larson-Miller Parameters [12]

Die Materialkonstante C ist in Abbildung 12 durch den Kreuzungspunkt der sich schneidenden Geraden dargestellt und kann mit Hilfe der Gleichung (1.12) errechnet werden, die sich wiederum aus dem Gleichsetzen der Larson-Miller Parameter von 2 Punkten auf einer Geraden gleicher Spannung ergibt.

$$C = \frac{T_2 \cdot \log t_2 - T_1 \cdot \log t_1}{T_1 - T_2} \quad (1.12)$$

Die Modellierung mittels Larson-Miller Parameter ist äußerst einfach und erzielt gute Ergebnisse betreffend der Vorhersage von Ausfallszeit und Ausfallstemperatur unter Berücksichtigung des Kriechmechanismus. Der Parameter ist jedoch für

jedes einzelne Material mit bestimmter Geometrie und gewünschten Anwendungsfall separat zu eruiieren. [14]

1.4.2 Sherby-Dorn Parameter

Der Sherby-Dorn Parameter resultiert aus einer Zeittransformation der Arrhenius Gleichung (1.8), wobei A als Funktion der Spannung festgelegt wird. Die Zeittransformation wird dabei über eine neu eingeführte Größe θ bewerkstelligt, die durch Gleichung (1.13) beschrieben wird und sich Dorn θ -Parameter nennt. [12]

$$\theta = \int e^{\frac{-\Delta H}{RT}} dt \quad (1.13)$$

Über diesen Dorn θ -Parameter kann die Arrhenius Gleichung (1.8) zu einer Form (1.14) reduziert werden, die lediglich von A, der Funktion der Spannung, abhängt.

$$\frac{d\varepsilon}{d\theta} = A(\sigma) \quad (1.14)$$

Eine äquivalente Schreibweise zur Darstellung des Dorn θ -Parameters ist in folgender Gleichung (1.15) gezeigt. [12]

$$P_D(\sigma) = t_r \cdot e^{\frac{-\Delta H}{RT}} \quad (1.15)$$

Die resultierenden Geraden des Sherby-Dorn Parameters der Abbildung 13 sind parallel und weisen stets eine Steigung von $2.3R/\Delta H$ auf, dessen Betrag konstant ist, da ΔH von Sherby und Dorn als Konstante definiert wurde.

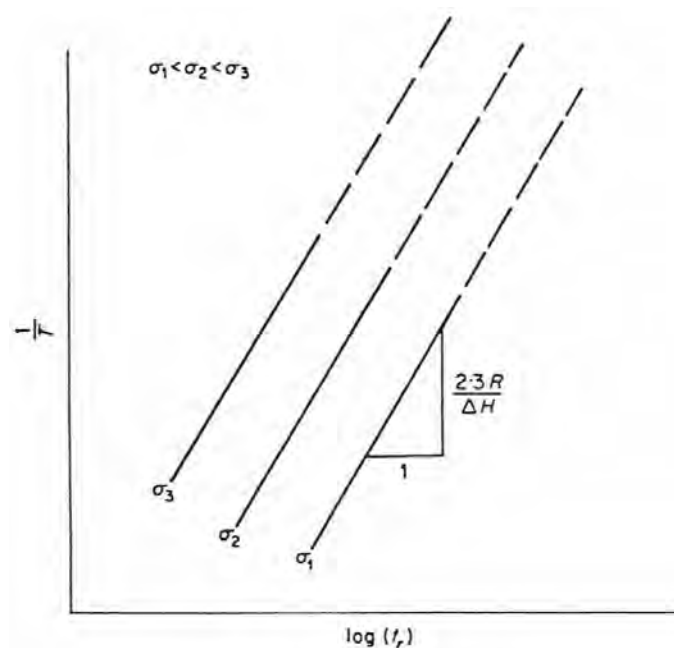


Abbildung 13: Grafische Darstellung des Sherby-Dorn Parameters [12]

1.4.3 Manson-Haferd Parameter

Der Manson-Haferd Parameter ist wie der Larson-Miller und Sherby-Dorn Parameter von linearer Natur, basiert jedoch ausschließlich auf einer empirischen Untersuchung von einer Vielzahl von Kriechkurven. Ebenso wie bei der Larson-Miller Methode konvergieren die Extrapolationsgeraden an einem bestimmten Punkt, welcher auf der Temperaturachse mit T_a und auf der Zeitachse mit $\log t_a$ spezifiziert ist. Der Manson-Haferd Parameter (1.16) kann als Steigung der Geraden interpretiert werden und hat im Gegensatz zu den beiden vorher beschriebenen Methoden 2 (T_a und $\log t_a$) anstatt 1 unabhängige Konstante. [12]

$$P_{MH}(\sigma) = \frac{T - T_a}{\log t_r - \log t_a} \quad (1.16)$$

Die beiden Konstanten können jedoch bei einem linearen Korrelationskoeffizienten von nahe 1 nicht gänzlich als unabhängig betrachtet werden und zeigen dementsprechend einen linearen Zusammenhang. Die Selektion der beiden Konstanten kann aus einem großen Wertebereich erfolgen, die auf die gewünschte Korrelationsgenauigkeit abgestimmt werden sollte. [13]

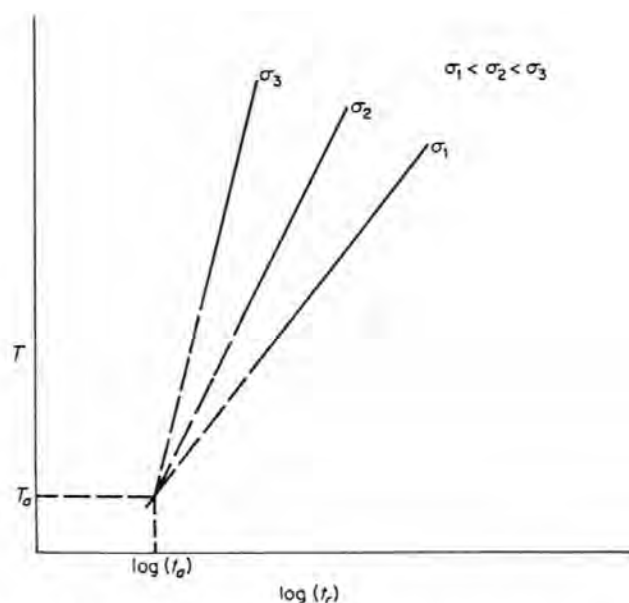


Abbildung 14: Grafische Darstellung des Manson-Haferd Parameters [12]

Durch Logarithmieren der Monkman-Grant Beziehung (1.9) kann folgende Gleichung (1.17) angeschrieben werden.

$$\log t_r + \log \dot{\epsilon}_{min} = const. \quad (1.17)$$

Damit besteht die Möglichkeit für alle 3 besprochenen Parameter einen Austausch der logarithmierten Zeit bis zum Bruch gegen die logarithmierte minimale Kriechrate vorzunehmen.

$$P_{LM}(\sigma) = T \cdot (C - \log \dot{\epsilon}_{min}) \quad (1.18)$$

$$P_D(\sigma) = \dot{\epsilon}_{min} \cdot e^{\frac{\Delta H}{RT}} \quad (1.19)$$

$$P_{MH}(\sigma) = \frac{T - T_a}{\log \dot{\epsilon}_{min} - \log \dot{\epsilon}_{a,min}} \quad (1.20)$$

Besonders im Hinblick auf den Larson-Miller Parameter ist zu erwähnen, dass bei Aluminiumlegierungen eine äußerst gute Korrelation für die minimale Kriechrate sowie auch für die Zeit bis zum Bruch gefunden werden konnte. [12] Dementsprechend führt die Abschätzung der Zeitstandfestigkeit bei diesen Legierungen mit hoher Wahrscheinlichkeit zu realitätsnahen Ergebnissen.

Nichtlineare und spannungsmodifizierte Methoden sowie Methoden, die Zeit und Spannung in eine feste Beziehung setzen, werden in dieser Arbeit nicht ausgeführt, da bereits mit Hilfe der linearen Methoden gute Abschätzungen auf einfache Weise erzielt werden können.

1.5 Kriechparameter der Literatur

In vielen Literaturstellen wird die in der Arrhenius Gleichung verwendete Aktivierungsenergie für das Kriechen nicht durch eine Enthalpieänderung ΔH dargestellt, sondern durch das Symbol der Wärmemengenänderung ΔQ oder aber auch durch die Wärmemenge Q . Im Falle eines Festkörpers ist gemäß den thermodynamischen Grundlagen der Druck p konstant, sodass die innere Energie dU aus dem 1. Hauptsatz der Thermodynamik durch die Beziehung (1.21) gegeben ist.

$$dU = dQ - p \cdot dV \quad (1.21)$$

Des Weiteren kann die Enthalpie dH wiederum bei konstantem Druck p durch die Beziehung (1.22) ausgedrückt werden.

$$dH = dU + p \cdot dV \quad (1.22)$$

Da in einem Festkörper auch die Volumenänderung dV mit nahezu 0 angenommen werden kann, reduziert sich der zweite Term der rechten Seite beider Gleichungen (1.21) und (1.22), sodass die Beziehung (1.23) bei darauffolgendem Gleichsetzen resultiert.

$$dH = dQ \quad (1.23)$$

Die Beziehung (1.23) bestätigt, dass die in der Literatur verwendete Wärmemengenänderung ΔQ gleich der in dieser Arbeit verwendeten Enthalpieänderung ΔH für die Aktivierungsenergie der Arrhenius Gleichung ist.

Die jeweiligen Aktivierungsenergien für das Kriechen von Aluminium zugeordnet zu den unterschiedlichen Kriechmechanismen ist in Tabelle 2 aufgelistet.

Tabelle 2: Aktivierungsenergien der unterschiedlichen Mechanismen für reines Aluminium [9]

Mechanismus	Aktivierungsenergie Q
Coble Kriechen	84 kJ/mol
Nabarro-Herring Kriechen	142 kJ/mol
Versetzungskriechen (Versetzungskerndiffusion)	82 kJ/mol

1.6 Bruchmechanismen

Materialien, die für das Kriechexperiment mit entsprechender Temperatur und Spannung beaufschlagt wurden, erreichen nach bestimmter Zeit das tertiäre Kriechstadium, in der letztendlich Einschnürung und Bruch eintritt. Gemäß den eingestellten Parametern kann mittels einer für das jeweilige Material angefertigten Karte der Bruchmechanismus bestimmt werden und somit ein erster Hinweis auf das Bruchverhalten erfolgen. Eine allgemeine Karte der Bruchmechanismen ist in Abbildung 15 dargestellt. Weitergehende Untersuchungen des zerstörten Materials werden üblicherweise mit einem Rasterelektronenmikroskop (REM) durchgeführt, das ausreichend interpretierbare Darstellungen der Bruchflächen verspricht.

Hinsichtlich der Achsenauftragung in Abbildung 15 wurde für die Abszisse wie in der Karte der Verformungsmechanismen die homologe Temperatur gewählt, also der Quotient der Prüftemperatur T in K zur Schmelztemperatur $T_m = T_s$ des Materials in K, wohingegen die Ordinate in diesem Fall die normalisierte Zugspannung zeigt, also den Quotienten der Zugspannung σ in MPa zum Elastizitätsmodul E in MPa.

Bei geringen Spannungen und auch niedrigen Temperaturen $T < 0,3 - 0,5 \cdot T_m$ wird aufgrund nicht relevanter Verformungen ein Bruch des Materials ausbleiben. Dieser *bruchfreie Bereich* ist daher nahezu äquivalent zu dem in der allgemeinen Karte der Verformungsmechanismen (Abbildung 5) eingezeichneten Bereich der elastischen Verformung.

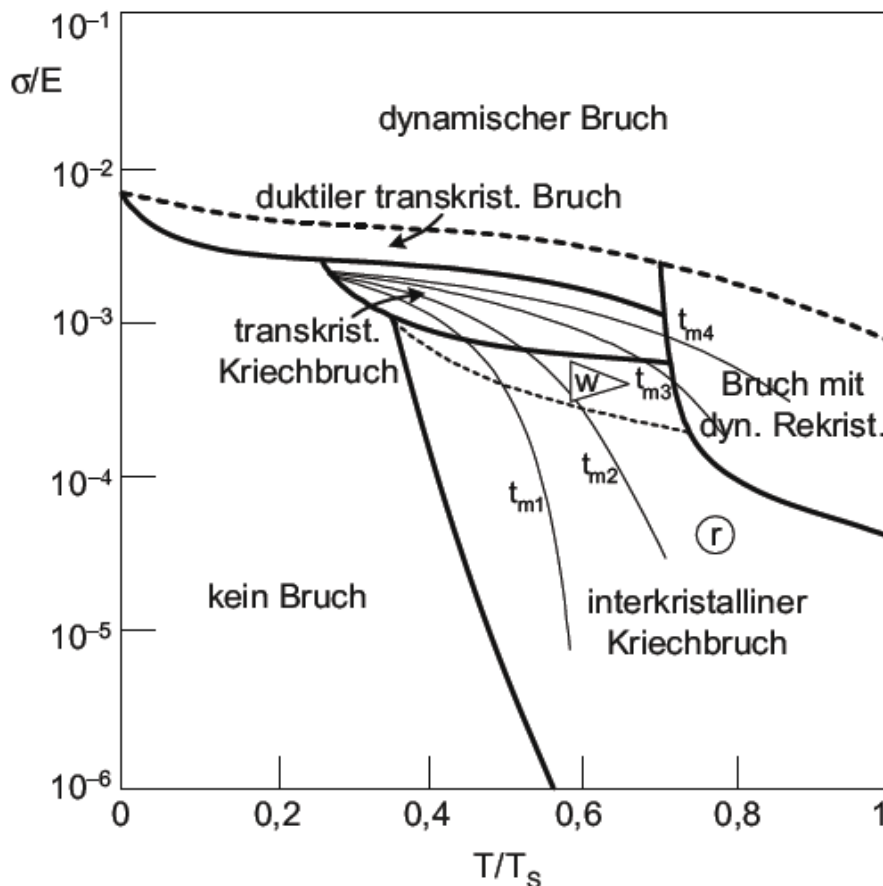


Abbildung 15: Allgemeine Karte der Bruchmechanismen von fcc-Materialien nach Ashby. Linien gleicher Bruchzeit sind mit t_m gekennzeichnet ($t_{m1} > t_{m2} > t_{m3} > t_{m4}$). Der Bereich keilförmiger Tripelkantenrisse ist mit w (wedge-type) und der Bereich runder Poren mit r (round-type) eingetragen. [5]

Bei Hochtemperatur und gleichbleibend niedriger Spannung treten die Verformungsmechanismen Coble sowie Nabarro-Herring Kriechen auf, die zu *interkristallinem Kriechbruch* aufgrund der Ansammlung von *runden Poren* bzw. *Kavernenporen* (round-type oder cavities) an den Korngrenzen führen. Im Bereich des Versetzungskriechens, also bei höherer applizierter Spannung, verlagert sich die Rissentstehung des interkristallinen Kriechbruchs in Richtung Korngrenzenecken. Die dazugehörige Bezeichnung ist mit *keilförmige Tripelkantenrisse* bzw. *Keilporen* (wedge-type) festgelegt. Beide Typen des interkristallinen Kriechbruchs sind in Abbildung 16 dargestellt.

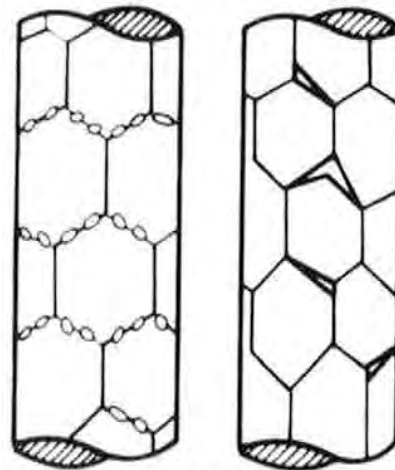


Abbildung 16: Interkristalliner Kriechbruch mit rundlichen Poren an den Korngrenzen (links) und keilförmigen Tripelkantenrissen (rechts) [15]

Bei weiterer Erhöhung des Spannungsniveaus, jedoch noch immer im Bereich des Versetzungskriechens zu finden, kann *transkristalliner Kriechbruch* festgestellt werden. Die beiden letztgenannten Kriechbruchvarianten, interkristalliner Kriechbruch mit keilförmigen Tripelkantenrissen und transkristalliner Kriechbruch, werden durch eine im höheren Temperaturbereich nahe dem Schmelzpunkt gelegenen *Bruchbereich mit dynamischer Rekristallisation* abgelöst. Der Vorgang der dynamischen Rekristallisation wird dabei während einer beginnenden Einschnürung initiiert, da die Körner bei gleichbleibender Belastung einer stetig steigenden Spannung unterworfen sind. Im Laufe der weiteren Einschnürung bis zum Bruch ist daher fortschreitende Rekristallisation des Gefüges zu erwarten.

Ein *duktiler transkristalliner Bruch* ist durch Spannungsniveaus nahe der Zugfestigkeit oder darüber anzutreffen und kann durch das typische Merkmal der Wabenbildung (dimples) identifiziert werden. Dazu sind eine ausgeprägte Einschnürung sowie auch Bruchflächentopographien in Richtung Normalspannung und Schubspannung beobachtbar. Bei einem *dynamischen Bruch* hingegen handelt es sich um einen typischen Gewaltbruch, welcher bei sehr hohen Spannungen spontan eintritt. [5]

Aufgrund des in dieser Arbeit verwendeten Materials, ungeachtet der Herstellungsmethode, werden 2 typische Karten der Bruchmechanismen für Aluminium-Legierungen mit unterschiedlicher Reinheit vorgestellt. In Abbildung 17 ist die Karte der Bruchmechanismen für hochreines Aluminium mit einer Reinheit zwischen 99,88% und 99,995% dargestellt, während kommerziell reines Aluminium mit einer Reinheit zwischen 99,0% und 99,3% durch Abbildung 18 repräsentiert wird.

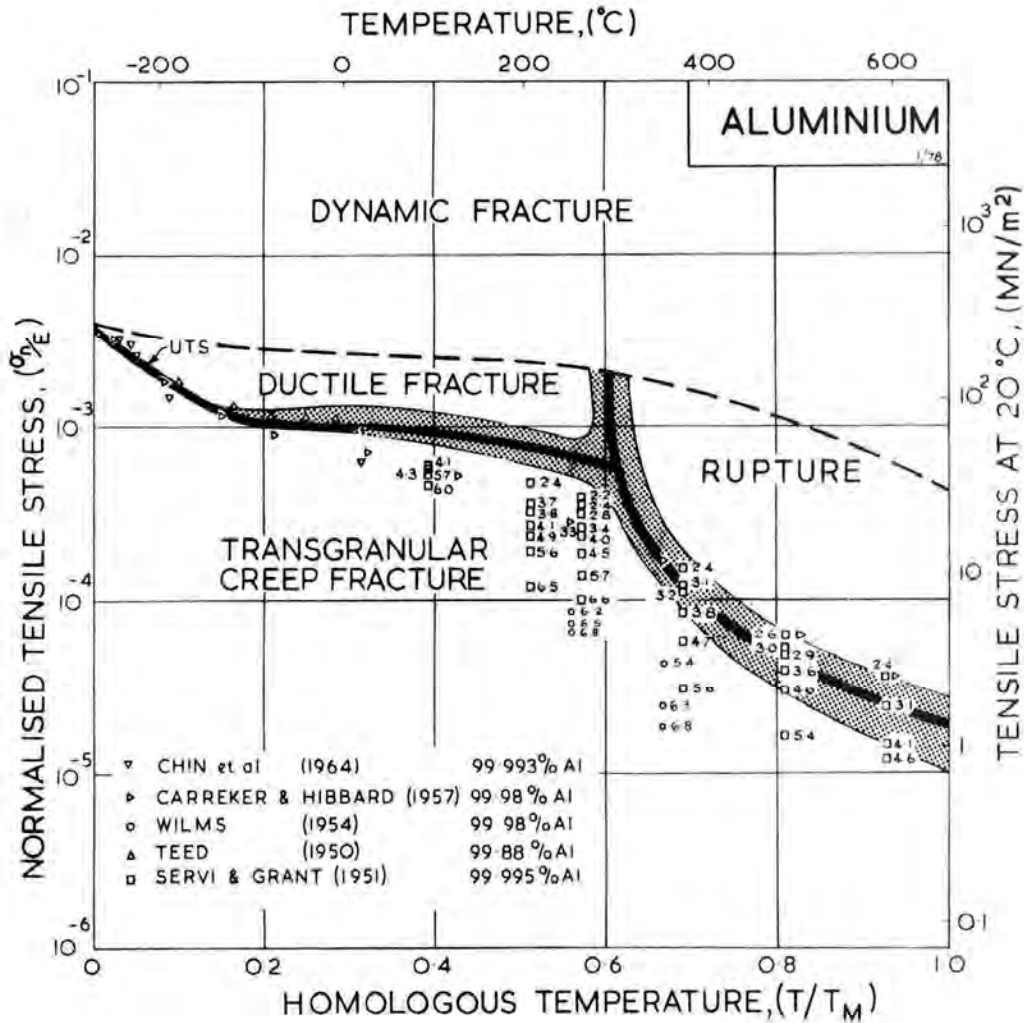


Abbildung 17: Karte der Bruchmechanismen für hochreines Aluminium (99,9%) nach Ashby [15]

Während sich in der Abbildung 17 sowie auch in Abbildung 18 die Variablenbezeichnung der Ordinate im Vergleich zur Abbildung 15 unterscheidet, bleibt jedoch die Bedeutung gleich. Die aufgetragene Spannung σ_n soll auf die Verwendung der beim Kriechen bzw. bei einer Zugprüfung auftretenden nominellen Spannung hinweisen. Die grau hinterlegten Felder, welche um manche Bereichsgrenzen sichtbar sind, stellen die Unschärfe in den Übergängen der Bruchmechanismen dar und sind im Allgemeinen bei zunehmender Temperatur ausgeprägter.

Ein wesentlicher Unterschied der Abbildung 17 zur allgemeinen Karte der Bruchmechanismen in Abbildung 15 ist der fehlende interkristalline Kriechbruchbereich. Es tritt lediglich transkristalliner Kriechbruch auf, da die Keimbildung von Leerstellen an den Korngrenzen in Aluminium aus den folgenden 2 Gründen erschwert ist. Einerseits ist das Material sehr weich sowie homogen und andererseits benetzt das Material die Einschlüsse aufgrund dieser Tatsache auch sehr gut. Erst ein Absenken der Reinheit durch Legieren würde sich der Bereich des interkristallinen

Kriechbruch einstellen, da das Spannungsniveau im Gefüge dann generell etwas höher liegt. [15]

Ein weiteres Merkmal von hochreinem Aluminium ist der dargestellte Bruchbereich mit Einschnürung und dadurch auftretenden dynamischen Rekristallisation (Rupture), der bei wesentlich geringeren Temperaturen und geringeren Spannungsniveaus im Vergleich zur allgemeinen Karte in Erscheinung tritt.

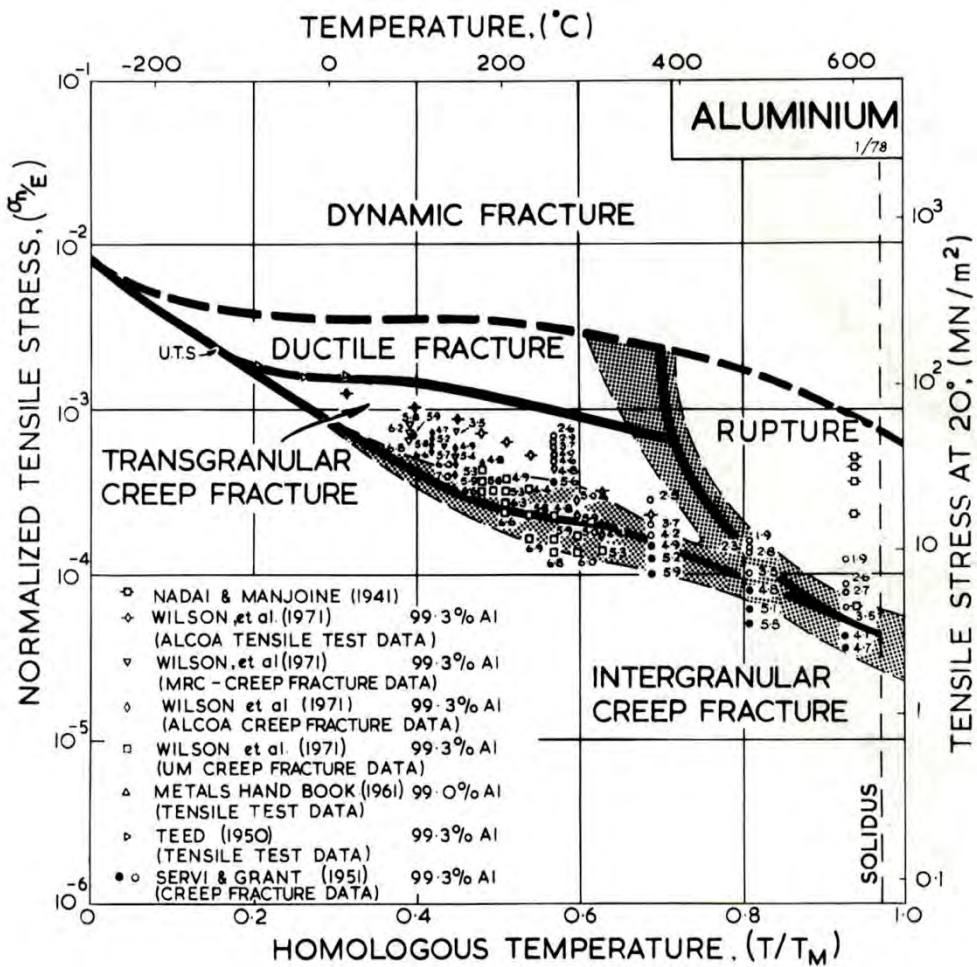


Abbildung 18: Karte der Bruchmechanismen für kommerziell reines Aluminium (99,3%) nach Ashby [15]

Die Karte der Bruchmechanismen für kommerziell pures Aluminium in Abbildung 18 ist der allgemeinen Karte der Bruchmechanismen in Abbildung 15 viel ähnlicher. Der Bereich des interkristallinen Kriechbruchs erhält wieder Einzug in die Karte, wobei der Bereich des transkristallinen Kriechbruchs nicht mehr in dem auf der allgemeinen Karte dargestellten hohen Spannungsniveau verweilt, sondern hinsichtlich dessen einen Teil des interkristallinen Kriechbruchbereichs einnimmt. Im Allgemeinen vergrößert sich die Fläche des transkristalline Kriechbruchbereichs nicht nur betreffend der Spannung sondern auch betreffend der Tempera-

tur, sodass transkristalliner Kriechbruch bereits in geringeren Temperaturregionen anzutreffen ist.

Die Gemeinsamkeit beider Karten, also der Karte für hochreines Aluminium und kommerziell reines Aluminium, im Vergleich zur allgemeinen Karte ist der nicht explizit ausgewiesene bruchfreie Bereich, der selbstverständlich existiert.

Auch hier sei darauf hingewiesen, dass eine Karte der Bruchmechanismen für pulvermetallurgisch hergestelltes Aluminium in der Literatur nicht gefunden werden konnte.

1.7 Hypothese

Die Ergebnisse sollen folgende Fragestellungen beantworten.

Sind die Kriechraten dieses Werkstoffs ebenso außergewöhnlich wie die Zugfestigkeiten, die in den Veröffentlichungen zu finden sind? Unterscheiden sich dabei extrudierte und geschmiedete Proben?

Sind spezifische Ausprägungen in der Mikrostruktur und im Bruchbild zwischen den extrudierten und geschmiedeten Proben zu erkennen?

2 Experimentelle Methoden

Der Prozess ab Anlieferung des Aluminiumpulvers über die Durchführung der Kriechversuche bis hin zur metallographischen Untersuchung ist in Abbildung 19 dargestellt.

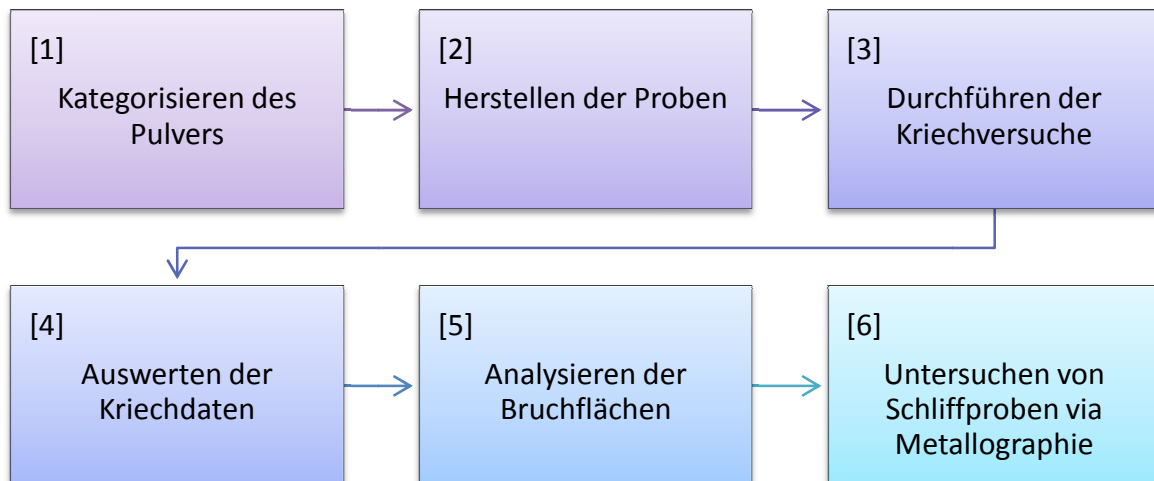


Abbildung 19: Prozessschabild betreffend der Herangehensweise zur Ergebnisfindung

Die Kategorisierung des in dieser Arbeit verwendeten Aluminiumpulvers für die Anfertigung der Proben sowie die beiden Herstellungsrouten betreffend Extrusion und Schmieden werden im Kapitel 2.1 ausführlich beschrieben. Während die ersten beiden Prozessschritte der Abbildung 19 am Institute of Materials and Machine Mechanics der Slovak Academy of Sciences (SAS) durchgeführt wurden, konnte erst nach dortiger Fertigstellung der Proben die Kriechversuche am Kriechstand der TU Wien gestartet werden.

2.1 Charakterisierung des verwendeten Materials

Das für die Herstellung der Proben verwendete Material besteht aus einem sehr fein luftzerstäubten kommerziell reinen Aluminiumpulver mit der Bezeichnung A27A, welches vom Unternehmen New Materials Development GmbH geliefert wurde. Das weitere Verarbeitungsverfahren unterscheidet sich maßgeblich von der eines gesinterten Materials und wird auch im Vergleich betreffend der Hochtemperaturbeständigkeit als HITEMAL (High Temperatur Aluminium) bezeichnet. Zudem ist HITEMAL in vielen Eigenschaften, aufgrund der einzigartigen Verfestigungs- und Stabilisierungseffekte der Al_2O_3 -Phasen, den gesinterten Materialien überlegen. [16]

Die Reinheit des von New Materials Development GmbH gelieferten Aluminiumpulvers wurde mit 99,8% angegeben, wobei die mittlere Korngröße d_{50} bei $1,3 \mu\text{m}$ liegt. Als Verfahren zur Messung der mittleren Korngröße d_{50} , welche die maximale Korngröße der Partikel in 50% des Gesamtvolumens angibt, wurde die Laserbeugung verwendet, zudem die Pulverpartikel in einer wässrigen Lösung dispergiert werden mussten. [16] Um die äquivalente BET-Korngröße d_{BET} gemäß der Beziehung (2.1) bestimmen zu können, müssen die gemessene spezifische Oberfläche A_{spez} in m^2/g und die Dichte ρ des Materials bzw. Substrats in g/cm^3 bekannt sein. [17]

$$d_{\text{BET}} = \frac{6}{A_{\text{spez}} \cdot \rho} \quad (2.1)$$

Die Bestimmung der spezifischen Oberfläche A_{spez} wiederum wurde durch das physikalischen Adsorptionsverfahren nach Brunauer, Emmett und Teller, kurz *BET-Verfahren*, bewerkstelligt, welches auf einer Erweiterung der Annahmen betreffend der Langmuir-Isotherme basiert und der Norm DIN 66131 bzw. ISO 9277 unterliegt. [18] Wohingegen die Theorie von Langmuir besagt, dass eine Adsorption von Molekülen höchstens zu einer Monolage auf dem Substrat führt, so kann die BET-Isotherme zur Beschreibung einer weiteren Deckschicht auf einer bereits bestehenden Monolage herangezogen werden. Das Anhaften der Deckschicht auf einer Monolage wird durch Physisorption bzw. ähnliche Kräfte bewerkstelligt, die auch ursächlich für eine Kondensation sind. Die sogenannte Mehrschichtadsorptionstheorie nach BET kennt keine Mengeneinschränkung an adsorbierten Material, sodass eine BET-Isotherme zu keinem Sättigungswert konvergiert und daher immer weiter ansteigt, wenn der Druck erhöht wird. Die praktische Bestimmung einer adsorbierten Menge erfolgt daher unter der notwendigen Bedingung einer monomolekularen Bedeckung von Stickstoff N_2 , welcher bei einer Temperatur von 77 K und einem relativen Druck von ca. 0,15 (dimensionslose Größe) über das Substrat geleitet wird. Der relative Druck berechnet sich aus dem Quotienten des Partialdrucks des Stickstoffs N_2 in der Gasphase und des Dampfdrucks über einer bestehenden Monolage, die mit einer gewöhnlichen Flüssigkeit verglichen werden kann. [19] Bei der Messung des verbrauchten Stickstoffvolumens, welches dem Volumen einer Monoschicht V_{Mono} entspricht, spielt der relative Druck eine essentielle Rolle um ein Adsorptions-Desorptions-Gleichgewicht aufrechtzuerhalten, ohne ein Verdampfen einer bestehenden Monolage auszulö-

sen. Die zusätzliche Kenntnis des mittleren Platzbedarfs A_M eines Stickstoffmoleküls N_2 von ca. $0,162 \text{ nm}^2$ führt über die Beziehung (2.2) zur belegten bzw. spezifischen Oberfläche A_{spez} .

$$A_{\text{spez}} = \frac{N_A \cdot A_M \cdot V_{\text{Mono}}}{m_p \cdot V_m} \quad (2.2)$$

Für die übrigen Terme N_A , V_m und m_p werden die Avogadro-Konstante, das molare Volumen des Stickstoffs N_2 und die Masse des Substrats eingesetzt. Der experimentellen Erfahrung zufolge beläuft sich die Fehlerbreite der spezifischen Oberfläche A_{spez} bei der Durchführung einer exakten Messung nach dem BET-Verfahren auf etwa $\pm 35 \text{ cm}^2/\text{g}$. [20]

Die durch das oben ausgeführte BET-Verfahren bestimmte spezifische Oberfläche A_{spez} beträgt bei dem verwendeten Aluminiumpulver $4,6 \text{ m}^2/\text{g}$. Die BET-Korngröße ergibt sich durch Anwendung der Gleichung (2.1) mit einer Dichte des Aluminiums $\rho = \rho_{\text{Al}}$ von $2,7 \text{ g/cm}^3$ zu $d_{\text{BET}} = 0,48 \text{ }\mu\text{m}$. Das Verhältnis von mittlerer Korngröße d_{50} zur BET-Korngröße d_{BET} (d_{50}/d_{BET} ratio) erlaubt die Feststellung von asphärischen Formen. Der Aluminiumoxidgehalt Al_2O_3 ist mit 2,3 vol.% spezifiziert. [17]

Das Aluminiumpulver wurde einem 3-stufigen Fertigungsprozess unterzogen. Dieser umfasste kaltisostatisches Pressen (CIP) bei 200 MPa, Entgasung bei 420°C unter Hochvakuum bei $5 \cdot 10^{-2} \text{ Pa}$ für 12 h und anschließende direkte Extrusion oder quasi-isostatisches Schmieden. [16]

Der Grund einer Vakuumentgasung ist unter Anderem die notwendige Entfernung von Wasserstoff, welcher sich in Form von chemisch gebundener Feuchtigkeit bereits vor dem kaltisostatischen Pressen an die Pulverpartikel anlagert. Nach dem Fertigungsprozedere würde der Wasserstoff in einer finalen Wärmebehandlung bei Temperaturen unter 550°C expandieren und zur Schädigung des Materials führen. Dieser Expansionseffekt ist bei sehr feinen Partikeln viel stärker ausgeprägt als bei groben Partikel. Durch eine Vakuumentgasung bzw. auch durch unidirektionales Warmpressen des Grünlings, das dem Produkt nach dem kaltisostatischen Pressen entspricht, kann die Expansionstemperatur so weit angehoben werden, um Risse oder Blasen bei Hochtemperaturbeanspruchung zu verhindern. [17]

2.1.1 A27A extrudiert

Der Fertigungsweg der extrudierten Proben umfasste nach dem kaltisostatischen Pressen und der Vakuumentgasung das Extrudieren bzw. Strangpressen bei 450°C mit einem Umformgrad R von 11:1 und einer Kolbengeschwindigkeit von ca. 1 mm/s. [16] Dabei wurden die Grünlinge vor dem Extrudieren im Extrusionsbehälter auf Extrusionstemperatur gebracht und für 30 min gehalten. Als Extrusionswerkzeug wurde ein Laborextruder verwendet, um einen Vollstab mit kreisrundem Querschnitt herzustellen. Zur endgültigen Formgebung der Kriechproben wurden die Extrusionsprodukte longitudinal zur Extrusionsrichtung in einer Drehmaschine bearbeitet. [17]

Durch die von Balog gefundene Beziehung (2.3) können die Werte für die Zugfestigkeit (UTS) der nicht wärmebehandelten extrudierten Proben (as-extruded) bei einer Temperatur von 300°C und bei Raumtemperatur (RT) in Abhängigkeit der BET-Korngröße d_{BET} berechnet werden, welche durch Einsetzen von 3,9 für 300°C und 5,3 für RT als Konstante a_1 sowie mittels der Angaben zu dem in dieser Arbeit verwendeten Aluminiumpulvers einem Wert von 198,2 MPa bei 300°C und 269,4 MPa bei RT entspricht. [17]

$$UTS = a_1 \cdot d_{\text{BET}}^{-0,27} \quad (2.3)$$

Ebenso können durch die von Balog gefundene Beziehung (2.4) die Werte für die Fließgrenze (YS) der nicht wärmebehandelten extrudierten Proben bei einer Temperatur von 300°C und bei RT in Abhängigkeit der BET-Korngröße d_{BET} errechnet werden, die wiederum durch Einsetzen von 3,6 für 300°C und 6 für RT und den Angaben des verwendeten Aluminiumpulvers zu dem Ergebnis 158,2 MPa bei 300°C und 263,7 MPa bei RT führt. [17]

$$YS = a_2 \cdot d_{\text{BET}}^{-0,26} \quad (2.4)$$

Der Elastizitätsmodul des extrudierten Materials beträgt bei Raumtemperatur 71,6 GPa und nimmt mit steigender Temperatur sukzessive ab. Somit ergibt sich ein Elastizitätsmodul von nur mehr 51,5 GPa bei einer Temperatur von 300°C, 47,8 GPa bei 350°C und ungefähr 44,9 GPa bei 400°C. [21]

2.1.2 A27A geschmiedet

Der Fertigungsschritt der geschmiedeten Proben nach dem kaltisostatischen Pressen und der Vakuumentgasung war das quasi-isostatische Schmieden bei

420°C und einer Aufprallenergie von maximal 57 kJ in einer servohydraulischen Presse. Das Schmieden wurde nach dem Aufheizen des entgasten Grünlings auf 420°C und halten bei dieser Temperatur über 60 min gestartet, wobei währenddessen auch das Schmiedewerkzeug auf eine Temperatur von 110°C erhitzt wurde. [22] Ein regelmäßiges Benetzen des Gesenks durch eine wässrige Graphitdispersion während des Schmiedevorgangs war notwendig, um nicht nur der thermischen Ermüdung des Gesenks entgegenzuwirken, sondern auch für einen kontrollierten Materialfluss zu sorgen und eine einfache Trennung des fertigen Werkstücks vom Gesenk sicherzustellen. Zur finalen Formgebung wurde wie bei den extrudierten Proben eine Bearbeitung an der Drehmaschine gewählt.

Die Zugversuche der nicht wärmebehandelten geschmiedeten Proben (as-forged) zeigen bei einer Temperatur von 300°C einen recht hohen Wert für die Zugfestigkeit (UTS) von 219 ± 3 MPa, für die Fließgrenze (YS) von 213 ± 3 MPa und für den Elastizitätsmodul von 57 GPa im Vergleich zu den extrudierten Proben, wobei die Bruchdehnung ϵ_R bei 2% liegt. Bei Raumtemperatur können Werte für die Zugfestigkeit (UTS) von 280 ± 8 MPa, für die Fließgrenze (YS) von 266 ± 5 MPa, für den Elastizitätsmodul von 67 GPa und für die Bruchdehnung ϵ_R von $7 \pm 2\%$ ermittelt werden. [22]

2.1.3 Effekte der Kompaktierungstechnik

Im Anlieferungszustand sind die Aluminiumpartikel des Pulvers A27A stets mit einer feinen Al_2O_3 -Hülle umzogen, die während des Fertigungsprozesses einer Veränderung unterworfen werden. Besonders die Kompaktierungstechnik, also ob das Material im letzten Formgebungsschritt extrudiert oder geschmiedet wird, hat erheblichen Einfluss auf das Gefüge betreffend der Morphologie der Aluminiumpartikel und des Aluminiumoxids Al_2O_3 .

Bei den extrudierten Proben unterliegen die Pulverpartikel aufgrund der Scherbeanspruchung während des Extrudiervorgangs einer zweidimensionalen Verformung bzw. Stauchung senkrecht zur Extrudierrichtung, wobei die Al_2O_3 -Hülle in fein verteilte, nanometrisch kleine und plattenartige Dispersoide zerfällt, die als α - Al_2O_3 (Korund) identifiziert werden können. [16, 17] Das Gefüge des extrudierten Materials ist in Abbildung 20 dargestellt und kann im Hinblick auf die zu erwartenden Eigenschaften als anisotrop angenommen werden.

Bei den geschmiedeten Proben hingegen unterliegt das Material einer nur sehr geringen Scherbeanspruchung während des Schmiedevorgangs, sodass die Matrix aus polyedrischen Aluminiumkörnern umgeben von einer amorphen Al_2O_3 -Hülle ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) besteht. [16] Das Gefüge des geschmiedeten Materials ist in Abbildung 20 zu erkennen und lässt auf ein weitgehend isotropes Verhalten schließen.

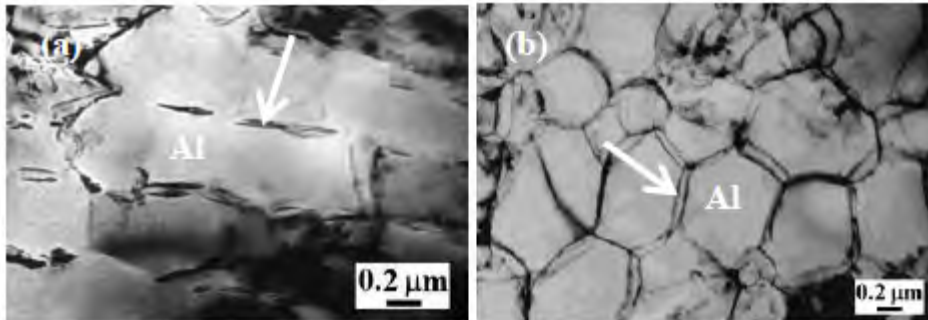


Abbildung 20: TEM (BF) Aufnahme von extrudiertem Gefüge (a) und geschmiedetem Gefüge (b) mit Al_2O_3 gekennzeichnet durch die weißen Pfeile [16]

Die beiden Herstellungsverfahren beeinflussen aufgrund der damit verbundenen unterschiedlichen Textur auch die Eigenschaften des Materials, wie beispielsweise Kriecheigenschaften sowie thermische und elektrische Leitfähigkeit. Bei Raumtemperatur aufgenommene Spannungs-Dehnungs-Kurven einer nicht wärmebehandelten extrudierten sowie geschmiedeten Probe sind schematisch in Abbildung 21 dargestellt, um die Unterschiede der Kompaktierungstechnik hervorzuheben. Während die extrudierte Probe in diesem Zustand eine Bruchdehnung ϵ_R von ca. 9,5% aufweisen, liegt der Wert der geschmiedeten Probe in dieser Darstellung wider erwarten weit darunter bei ca. 4%. [16] Dieses Ergebnis sowie die gezeigte Zugfestigkeit (UTS) der extrudierten Probe korrespondieren nicht mit den davor genannten Werten, dessen Ursache in der statistischen Auswertung von mehreren Zugversuchen liegt, die zu den in Kapitel 2.1.1 und Kapitel 2.1.2 genannten Werte führt.

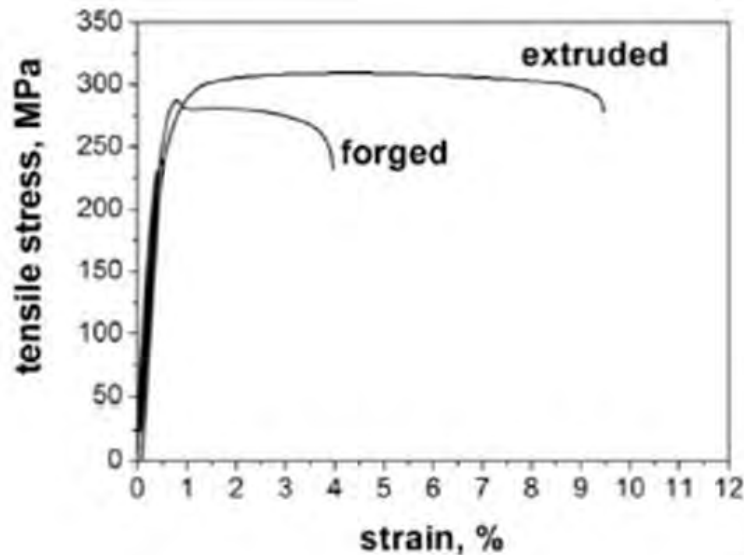


Abbildung 21: Spannungs-Dehnungs-Kurven von extrudierten und geschmiedeten Material bei RT [16]

Eine weitere hervorzuhebende Äquivalenz beider Texturen ist neben der Erhöhung der Zugfestigkeiten sowie der Fließgrenzen mit abnehmender BET-Korngröße d_{BET} , besonders wenn diese unter $1 \mu\text{m}$ fällt, die Umwandlung von amorphen $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ bzw. $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ in $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, die während einer Wärmebehandlung bzw. Glühbehandlung bei Temperaturen um ca. 500°C über 24 h stattfindet. Die Umwandlung bewirkt eine Einförmung der $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ -Hülle bei geschmiedeten Proben bzw. eine Einförmung der plattenartigen $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ -Dispersoide, sodass diese als $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ -Partikel in sphärischer Form in Dimensionen kleiner 100 nm an den Großwinkelkorn Grenzen (HAGBs) vorliegen. [16]

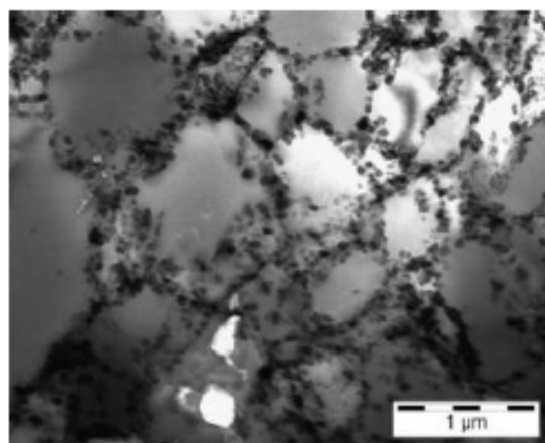


Abbildung 22: TEM Aufnahme von geschmiedetem HITEMAL nach einer Glühbehandlung bei 600°C für 24 h [16]

Die Einförmung des Al_2O_3 stellt für die extrudierten und geschmiedeten Materialien einen wesentlichen Eingriff in den Gefügebau dar. Wie in Abbildung 22 zu se-

hen ist, wird eine α - Al_2O_3 -Hülle durch die Temperaturerhöhung aufgebrochen, wobei ein Anstieg der elektrischen Leitfähigkeit festgestellt werden kann. Letzt genannter Effekt ist lediglich bei geschmiedeten Proben festzustellen, wohingegen ein Absinken der Zugfestigkeit (UTS), der Fließgrenze (YS), des Elastizitätsmoduls und der Kriechfestigkeit sowie auch ein Absinken der Bruchdehnung ϵ_R bei beiden Materialien beobachtet werden konnte. [22] Abbildung 23 und Abbildung 24 zeigen die Veränderung der mechanischen Eigenschaften bei steigender Glüh-temperatur.

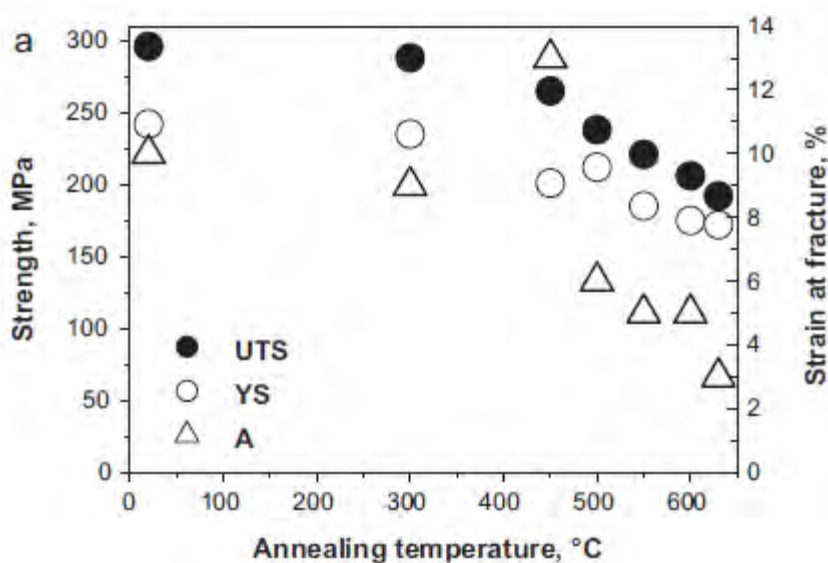


Abbildung 23: Zugfestigkeit (UTS), Fließgrenze (YS) und Bruchdehnung ϵ_R (A) des extrudierten Materials (gemessen bei RT) in Abhängigkeit der Glüh-temperatur über eine Dauer von 24 h [17]

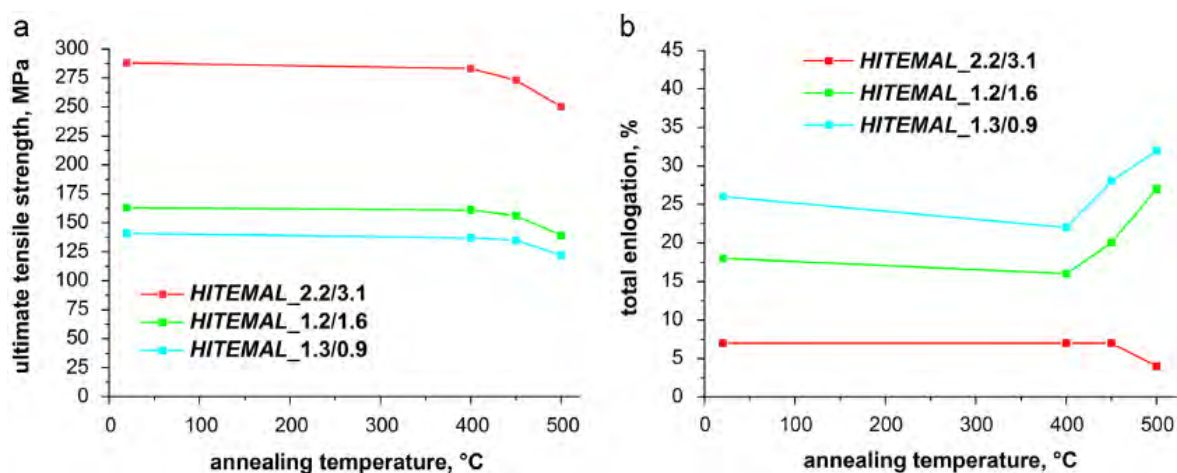


Abbildung 24: Zugfestigkeit (UTS) (a) und Bruchdehnung ϵ (b) des geschmiedeten Materials (gemessen bei RT) in Abhängigkeit der Glüh-temperatur bei 400, 450 und 500°C über eine Dauer von 24 h [22]

Eine Kornvergrößerung sowie eine veränderte Anzahl an Kleinwinkelkorngrenzen (LAGBs), die in solch einem Fall erwartet werden würden, wurden bei beiden Materialien nicht beobachtet. [16]

Nähere Details bezüglich der Umwandlungsgeschwindigkeit von $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ bzw. $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ in $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ sowie der zeitliche Umwandlungsstart bei ausgewählten Temperaturen konnten nicht recherchiert werden und bedürfen weiteren Untersuchungen. Das für diese Arbeit relevante Fazit ist eine Vermeidung von Temperaturregionen über 450°C für geschmiedete Proben, die eine Umwandlung von $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ in sphärischen $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ initiieren und die Materialeigenschaften drastisch verschlechtern würden.

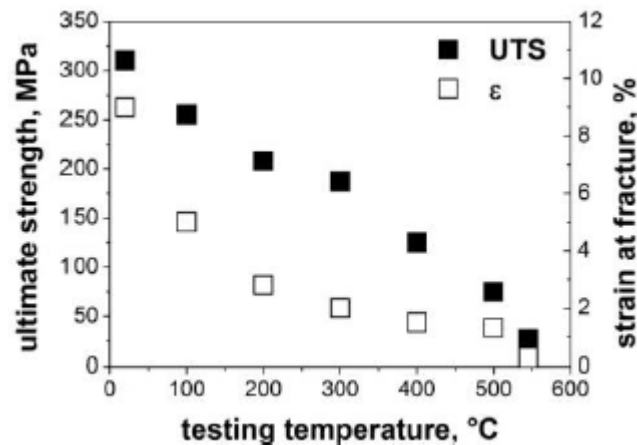


Abbildung 25: Zugfestigkeit (UTS) und Bruchdehnung ϵ_R in Abhängigkeit der Prüftemperatur [16]

Bei extrudierten Proben konnte betreffend die Bruchdehnung ϵ_R nicht nur ein inverses Verhalten zur Glüh Temperatur festgestellt werden, sondern auch ein inverses Verhalten zur Prüftemperatur, so wie in Abbildung 25 dargestellt ist. Dabei sinkt die Bruchdehnung ϵ_R , wenn die Temperatur steigt, das gänzlich in Kontrast zu den üblichen schmelzmetallurgisch hergestellten Aluminiumlegierungen steht. [16] Der Mechanismus dazu wurde noch nicht ausführlich untersucht. Annahmen zufolge könnte die geringe Bruchdehnung ϵ_R an Spannungslokalisierungen und dadurch entstehenden plastischen Instabilitäten zwischen wachsenden Mikroporen liegen. [23]

2.2 Kriechversuch und Kriechdatenauswertung

Der 3. und 4. Prozessschritt in Abbildung 19, welche die Durchführung der Kriechversuche und die Auswertung der Kriechdaten umfassen, wird im folgenden Kapitel näher behandelt. Für die Untersuchung der Proben betreffend Kriechverhalten steht ein eigens entworfener und erbauter Kriechstand mit 10 Ofeneinheiten am Institut für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnologie an der TU Wien seit 2010 am Standort Karlsplatz zur Verfügung, der in Abbildung 26 dargestellt ist.

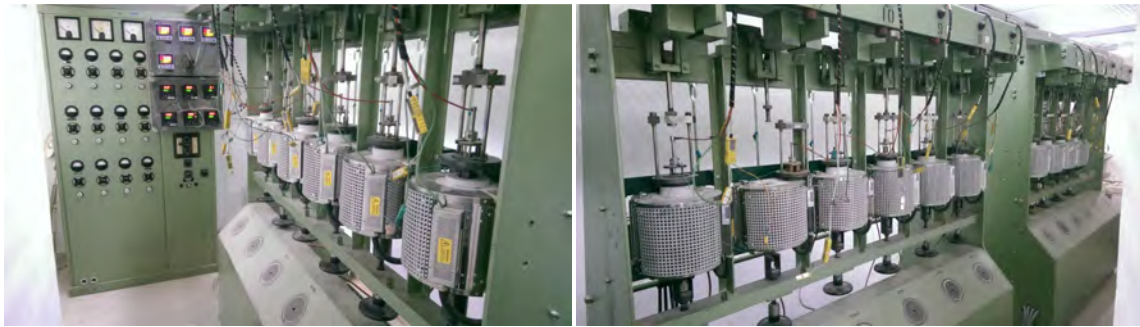


Abbildung 26: Kriechstand mit 10 Ofeneinheiten und Bedienpanel (Ofenregler)

Eine schematische Darstellung des Kriechstandes mit den einzelnen Geräten und deren Vernetzung bis hin zur Datenaufzeichnung ist in Abbildung 27 ersichtlich.

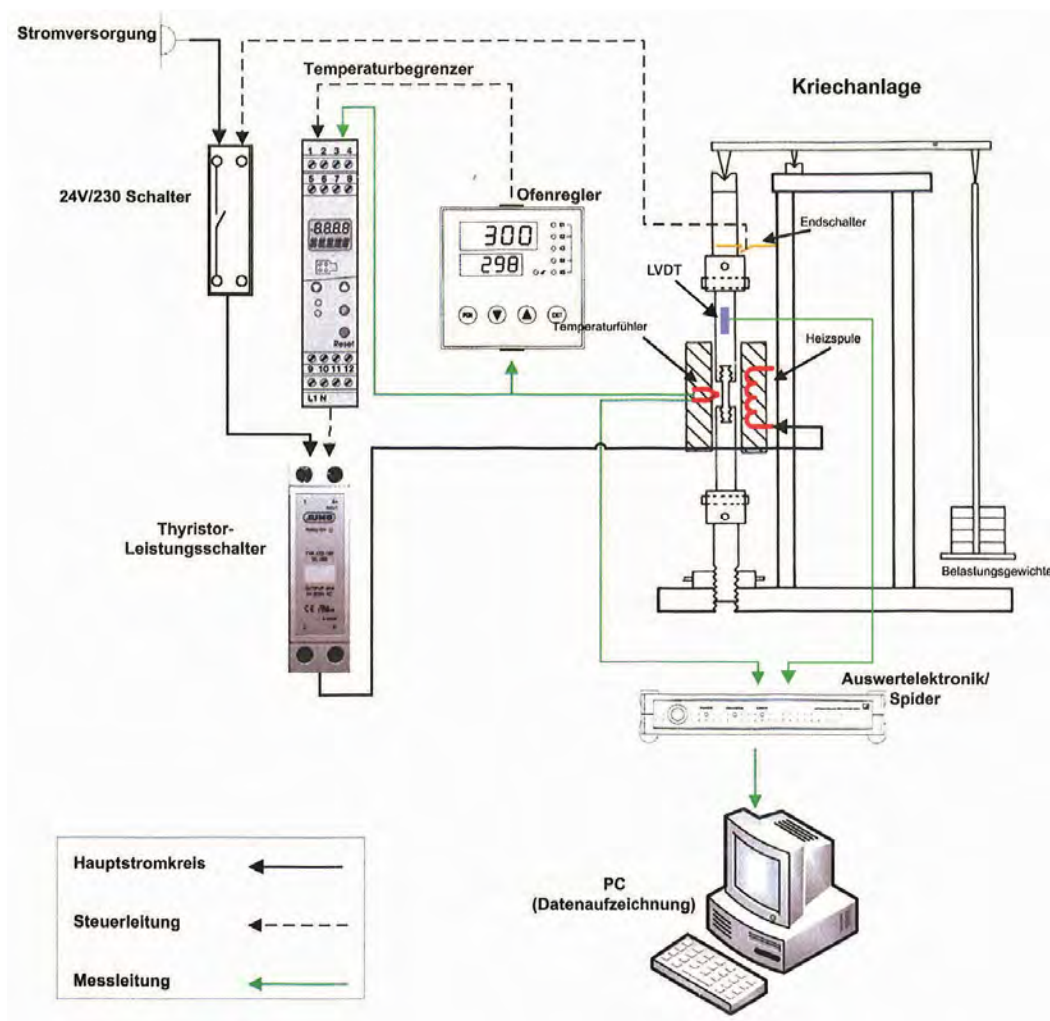


Abbildung 27: Schematischer Aufbau des Kriechstandes mit den Signalleitungen (Messleitung) für Temperatur und Dehnung, adaptiert von [24]

Die wichtigsten Aspekte sind die Temperaturregelung des Ofens inklusive dessen Temperaturmessung, die Übertragung der Belastung auf die Probe sowie die Bestimmung deren Verlängerung. Die Temperaturregelung erfolgt über 3 separate Geräte, welche im Zusammenspiel nicht nur zahlreiche Einstellungsmöglichkeiten

zulassen, sondern auch eine sicherheitsrelevante Abschaltung bei Temperaturüberschreitungen ermöglichen. Die relevanten Steuereinheiten für die Ofentemperatur sind die Ofenregler *Jumo dTron 304* und *Jumo dTron 04.1*. Die neuen Ofenregler *Jumo dTron 304* werden dabei für die Öfen 7 bis 9 und 12 verwendet, wobei die alten Ofenregler *Jumo dTron 04.1* für die Öfen 3 bis 5 sowie 10 und 11 zuständig sind. Die Öfen 1 und 2 sind aus Platzgründen nicht aktiv. Da im Ofenregler keine Funktion für eine sicherheitsrelevante Abschaltung bei einer Temperaturüberschreitung integriert ist, kann über den separaten Temperaturwächter bzw. Temperaturbegrenzer *Jumo TB/TW* diese Möglichkeit bei Bedarf realisiert werden. Der Ofenregler steuert über den Temperaturwächter bzw. -begrenzer den Thyristor Leistungsschalter *Jumo TYA 423-100/30, 265 (660)*, der den Stromkreis für die Heizspule der Öfen entsprechend schließt oder öffnet.

Die Temperaturmessung wird mittels 2 Thermoelementen des Typs K (NiCr-Ni oder NiCr-NiAl) am unteren Ende der Probe bewerkstelligt, die für einen Temperaturbereich zwischen -230°C und 1372°C ausgelegt sind. Thermoelement 1 ist dabei für die Temperaturerfassung am Ofenregler sowie am Temperaturwächter bzw. -begrenzer verantwortlich, wohingegen Thermoelement 2 für die Temperatureaufzeichnung an den Spezial-Messverstärker *HBM Spider8* gekoppelt ist.

Aus der Wahl der Prüfspannung σ ergibt sich durch die Beziehung (2.5) das notwendige Gewicht m , welches an die dafür vorgesehene Vorrichtung des jeweiligen Kriechstands vor dem Start des Kriechversuchs angebracht sowie durch das Schiebegewicht am Belastungsbalken eingestellt werden musste.

$$\sigma = \frac{F}{A} = \frac{m \cdot g}{r^2 \cdot \pi} \quad (2.5)$$

Der noch erforderliche Parameter dazu ist der Querschnitt A des polierten Schafts der Probe, der in dieser Arbeit ebenso wie die Erdbeschleunigung g und die Kreiszahl π konstant ist.

Die Vorrichtung für das anzubringende Gewicht ist ein Auflageteller am Ende des Belastungsbalkens, an dem 5 kg Gewichtsscheiben aufgelegt werden können. Zur Belastungsübertragung auf die Probe ist der Belastungsbalken entsprechend gelagert, sodass das Hebelgesetz angewendet werden kann und die Summe des Gewichts der angebrachten Gewichtsscheiben mit dem Faktor 10 multipliziert werden muss, um an der Probe die richtige Belastung zu erhalten. Darüber hinaus kann ein Schiebegewicht am Belastungsbalken zu einer feinen Justierung des

Gesamtgewichts herangezogen werden, welches entsprechend der Skalierung am Belastungsbalken ohne zusätzlichen Faktor an die Probe weitergegeben wird. Eine Übersicht zu den genannten Bauteilen sowie dem Hebel für die Belastungsaufnahme der Probe sind durch Abbildung 28 gegeben.

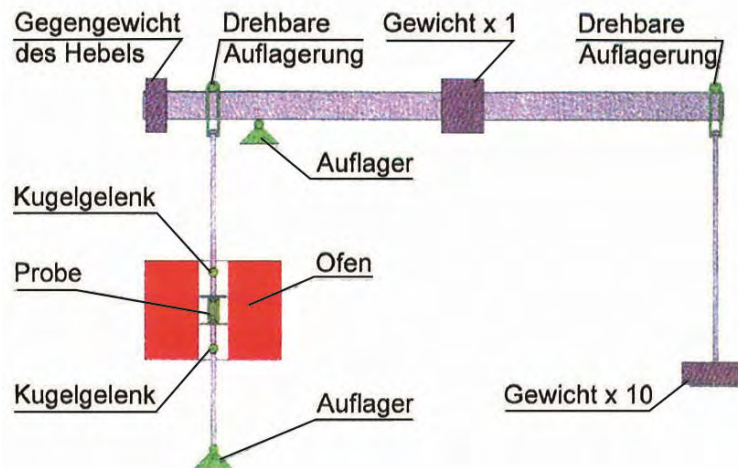


Abbildung 28: Prinzip der Belastungsübertragung auf die Probe, adaptiert von [24]

Die Geometrie der verwendeten Proben ist in Abbildung 29 zu erkennen. Die Gewindeenden dienen der Übertragung der Belastung auf den in der Mitte dargestellten Schaft, zudem der mit einer Toleranz versehene Durchmesser dieses polierten Schafts zur Berechnung der Spannung herangezogen wird. Der Anlieferungszustand aller Proben wurde überprüft und keine merklichen Fertigungsabweichungen von der Werkstattzeichnung sowie äußeren Beschädigungen festgestellt, welche Einfluss auf das Ergebnis der Kriechversuche haben könnten.

Zur Längenänderung bzw. Verformungsaufnahme der Probe wird ein Differentialtransformator, kurz LVDT für Linear Variable Differential Transformator, verwendet, dessen Ausgangssignal wiederum an den Messverstärker *HBM Spider8* weitergegeben wird. Durch den inneren Aufbau des LVDT ist dieser bereits unempfindlich gegen äußere Störeinflüsse, wonach lediglich die Signalleitungen von störenden elektrischen oder elektromagnetischen Feldern beeinflusst sein können.

Ein an jeder Einheit montierter Endschalter oberhalb des Belastungsbalkens unterbricht bei Bruch der Probe sofort den Stromkreis für die Heizspule des jeweiligen Ofens und überbrückt damit den Thyristor Leistungsschalter, sodass der Ofen trotz Steuersignal des Ofenreglers zur Aktivierung der Heizspulen nicht mehr beheizt wird.

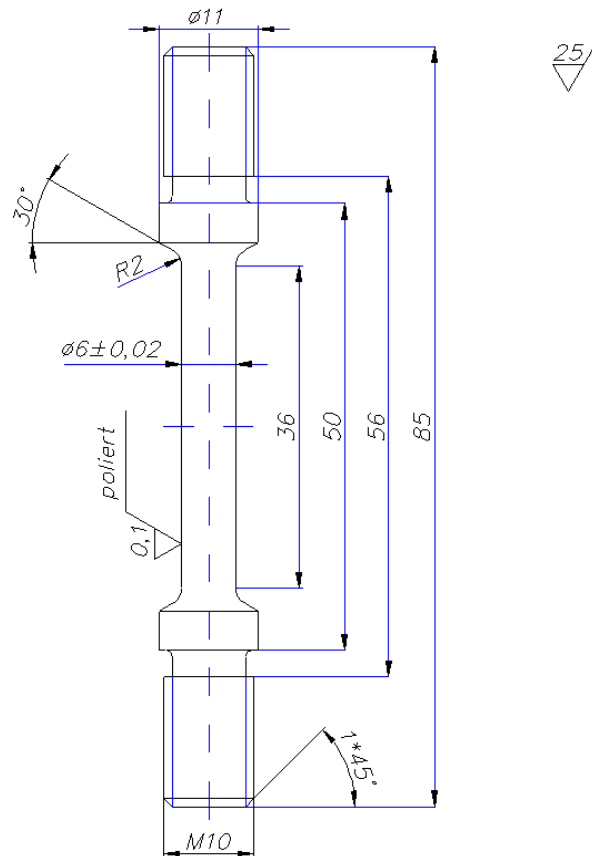


Abbildung 29: Ausschnitt der Werkstattzeichnung zur Darstellung der Geometrie der verwendeten Proben

Die Erfassung der gemessenen Daten für Temperatur und Verformung erfolgt durch eine auf einem handelsüblichen PC mit *Windows XP* Betriebssystem installierte Software *HBM Catman*, welche auf den Messverstärker *HBM Spider8* entsprechend abgestimmt wurde. Die Software *HBM Catman* zeichnet je nach Einstellung in einem gewissen zeitlichen Abstand die Temperatur- und Verformungsdaten in einer Datei auf, sodass diese mittels der Software *OriginPro* des Herausgebers *OriginLab* aufbereitet werden können.

Laufende Kriechversuche wurden in regelmäßigen Abständen ausgewertet, sodass sich zwischen den Prozessschritten 3 und 4 ein iterativer Vorgang etabliert. Die erlangten Daten der abgeschlossenen Kriechversuche, also diejenigen Proben die durch den Kriechversuch zu Bruch gekommen sind, wurden einer finalen Auswertung zugeführt, um weitere Darstellungen für Vergleiche bzw. Gegenüberstellungen mit anderen Proben zu ermöglichen.

2.2.1 Auswertung der Kriechkurven (OriginPro)

Die Aufbereitung der Kurven erfolgte in mehreren Schritten, sodass sich aus diesen letztendlich auswertbare Ergebnisse erzielen lassen. Anhand der extrudierten

A27A-Probe mit einer applizierten Spannung von 120 MPa (Nr. 2) wird das Aufbereitungsprozedere im Detail erklärt. Die in Abbildung 30 gezeigte Kurve wurde ohne Veränderung aus den von der Software *HBM Catman* aufgezeichneten Daten erstellt.

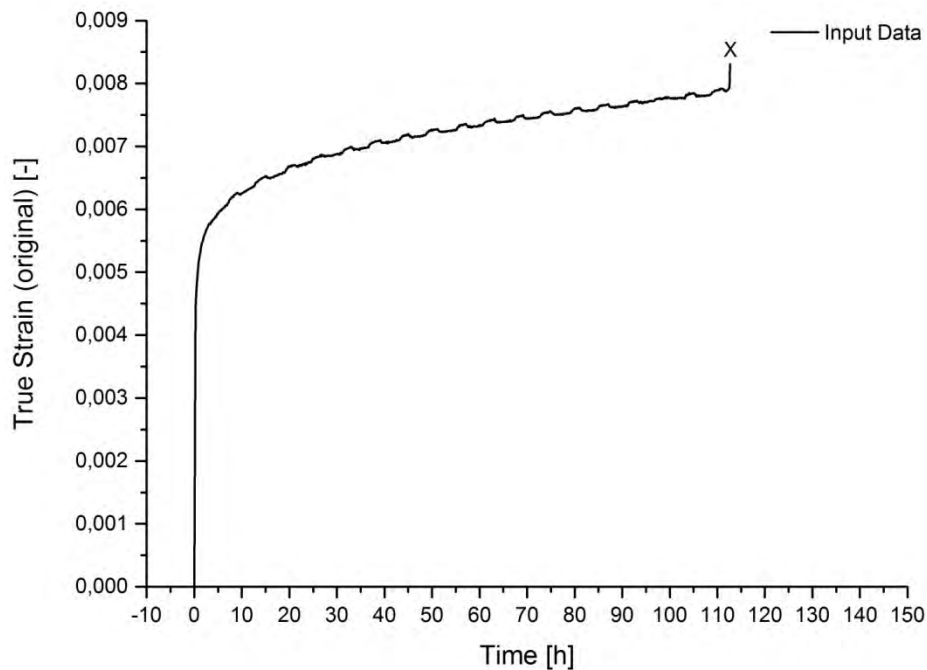


Abbildung 30: Eingangsdaten einer Kriechprobe

Die Weiterverarbeitung der Originalkurve erfolgte durch eine 300 Punkte Interpolation der Eingangsdaten. Ausgenommen davon waren die Versuche, bei denen weniger als 300 Messwerte aufgezeichnet wurden, wobei in diesen Fällen eine Interpolationsmethode mit 100 Punkten zur Anwendung kam. Im Anschluss daran war partielles Glätten notwendig, um die Einflüsse von Messschwankungen weiter zu unterdrücken. Die Einstellungen des partiellen Glättens lagen zwischen 10 und 100 Punkten, je nach Schwankungsbreite der interpolierten Kurve. Das partielle Glätten wurde aufgrund des Übergangs zwischen dem primären und sekundären Kriechstadium angewandt, da es im Übergangsbereich bei nicht-partiellen Glätten zu großen Abweichung von der Originalkurve kommen würde. Daher sind kaum Abweichungen der in Abbildung 31 dargestellten interpolierten (Interpolated Input Data) und zusammengeführten geglätteten wahren Dehnung (Smoothed True Strain) ersichtlich.

Die zusammengeführte geglättete wahre Dehnung wurde einer Ableitung ersten Grades zugeführt, die in Abbildung 32 zu sehen ist. Eine partielle Glättung der abgeleiteten Kurve (Derivative of Smoothed True Strain), deren Einstellung zwischen

5 und 60 Punkten lag, reduzierte die verbleibenden Messschwankungen, um die finale Kurve der Kriechrate (Smoothed Strain Rate) nach dem Zusammenführen der partiell geglätteten Kurven zu erhalten.

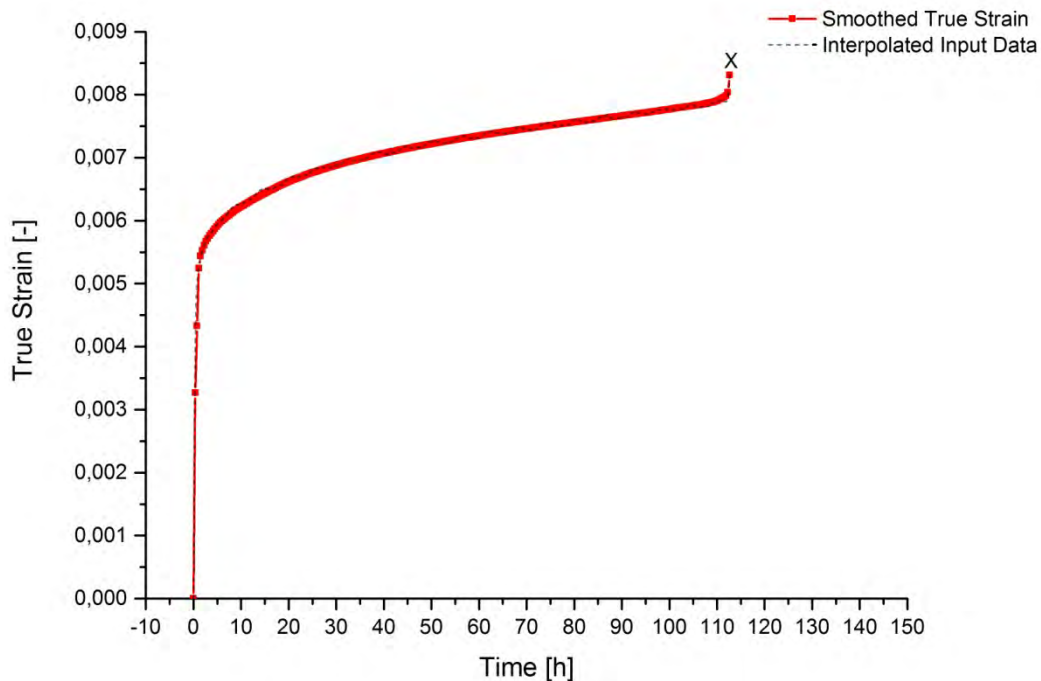


Abbildung 31: Interpolierte wahre Dehnung über der Zeit (schwarz punktiert) und geglättete wahre Dehnung über der Zeit (rot punktiert)

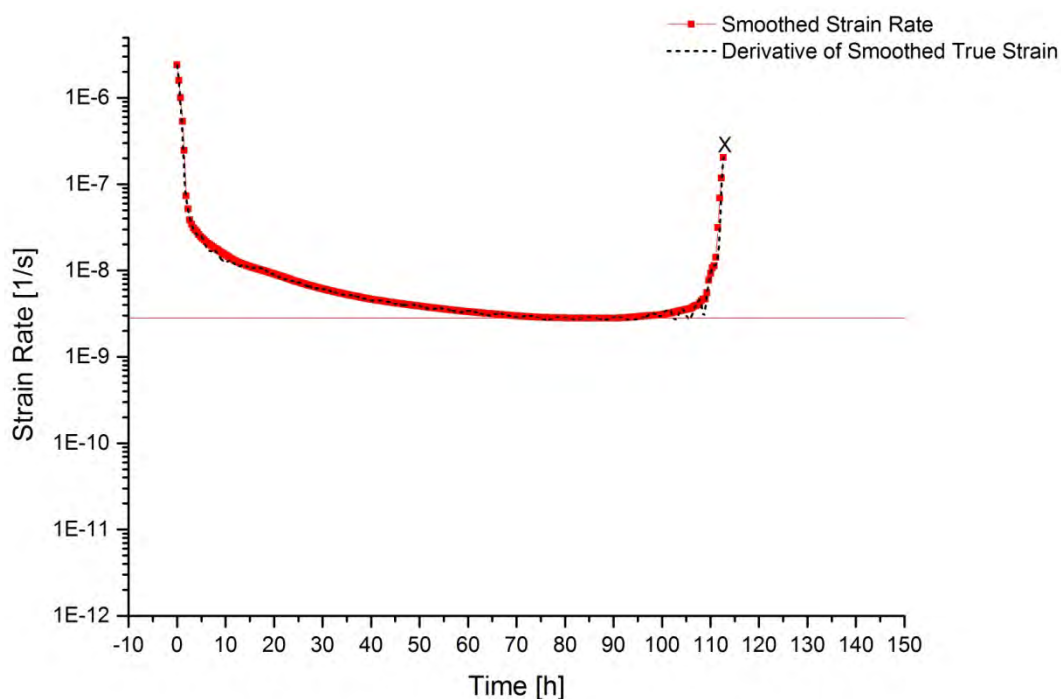


Abbildung 32: Kriechrate über der Zeit (schwarz punktiert) und geglättete Kriechrate über der Zeit (rot punktiert)

Die horizontale Linie in Abbildung 32 kennzeichnet die resultierende minimale Kriechrate $\dot{\epsilon}_{\min}$ dieses Kriechversuchs.

Um eine Darstellung frei von der zeitlichen Komponente zu erhalten, wurde in Abbildung 33 als Abszisse anstatt der Zeit die wahre Dehnung gewählt.

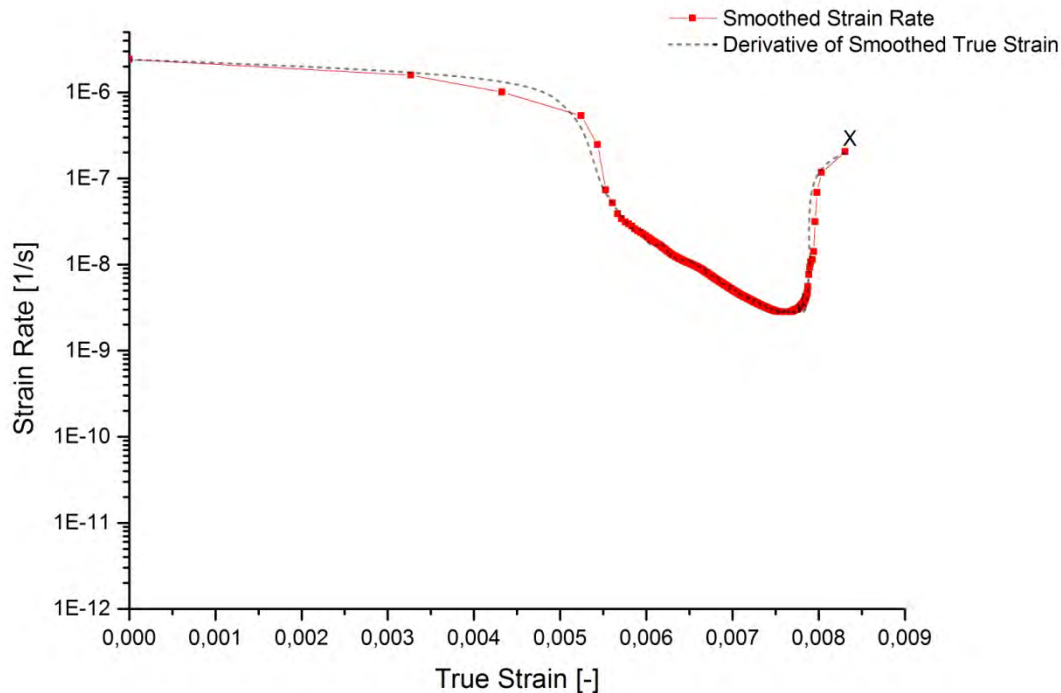


Abbildung 33: Kriechrate über interpolierter wahrer Dehnung (schwarz punktiert) und geglättete Kriechrate über der geglätteten wahren Dehnung (rot punktiert)

2.2.2 Relativer Fehler der Verformungsmessung

Der relative Fehler basiert auf der temperaturabhängigen Verformung der Bauteile aus Stahl, die einen zusätzlichen Beitrag zur Verformungsmessung der Proben liefern. Dieser Verformungsbeitrag Δx der Bauteile wird mit $1 \mu\text{m}$ angegeben, so dass sich bei einer der Temperatur beeinflussten Bauteillänge von 36 mm der temperaturbedingte Messfehler der wahren Dehnung $\Delta \epsilon$ zu $2,78\text{E-}5$ ergibt. Je nach zeitlichem Fortschritt des Kriechversuchs kann ein Grenzwert der Kriechrate $\Delta \epsilon / \Delta t$ errechnet werden. [24]

2.3 Analysieren der Bruchfläche

Der 5. Prozessschritt in Abbildung 19, das Analysieren der Bruchfläche, erfolgte in 2 Phasen. Zuerst wurde eine makroskopische Untersuchung mit bloßem Auge durchgeführt, worauf eine mikroskopische Untersuchung mittels eines Rasterelektronenmikroskops (REM) folgte. Die Kombination beider Untersuchungsmethoden versprechen eine exakte Feststellung des Bruchmechanismus, der mit den zuvor besprochenen Karten der Bruchmechanismen für reines Aluminium (Kapitel 1.6) abgeglichen werden kann. Die Vorgehensweise dazu ist die Beurteilung des makroskopischen Aussehens der Bruchfläche, also ob kristallin oder matt bzw.

Vorhandensein von Scherlippen, und der mikroskopischen Erscheinungsform, wie Spaltflächen oder Wabenbildung, um eine Einteilung in einen der bereits erwähnten Bruchmechanismen zu treffen. Durch die zusätzliche Kenntnis der eingestellten Temperatur und der applizierten Spannung ist eine Verifikation des analysierten Bruchmechanismus mit den Karten der Bruchmechanismen für reines Aluminium vorgesehen, um bei Übereinstimmung auf den Verformungsmechanismus schließen und des Weiteren ein mögliches Fehlerpotential bei Anwendung der Extrapolationsmethoden identifizieren zu können.

2.3.1 Makroskopische Untersuchung

Die makroskopische Untersuchung der Bruchfläche wurde ohne besondere Hilfsmittel durchgeführt. Zu Dokumentationszwecken jedoch wurden die Proben der abgeschlossenen Kriechversuche mit der Spiegelreflexkamera *Canon EOS 400D Digital* und aufgesetzten Zoomobjektiv *EF-S 18 – 55 mm 1 : 3,5 – 5,6 II* abgelichtet. Die ISO-Empfindlichkeit für die Lichtempfindlichkeit des Bildsensors betreffend des Umgebungslichtes wurde auf 400 eingestellt, sodass die effektive Blitzreichweite bei Verwendung von Weitwinkel (18 mm) 1 bis 7,4 m und bei Verwendung des Teleobjektives (55 mm) 1 bis 4,6 m beträgt. Auch der Belichtungskorrekturwert musste zusätzlich zum aktivierten integrierten Blitzgerät noch manuell auf einen Wert zwischen +1 und +2 adjustiert werden, da ansonsten die Aufnahmen keine ausreichende Helligkeit hinsichtlich mancher Farbtöne aufweisen würden. Die Blendenwahl für die Schärfentiefe, Verschlusszeit für eventuelle Bewegungsunschärfe sowie die Fokussierung wählte die Kamera aufgrund der Automatik-Einstellung entsprechend der jeweiligen Situation sowie den zuvor getroffenen Parametern von selbst. Die Bildaufnahmequalität wurde auf hoch (L) und der Weißabgleich auf eine Farbtemperatur von ca. 5200 K, das in etwa Tageslichtweiß entspricht, eingestellt. In manchen Fällen jedoch wurde eine Farbtemperatur von ca. 3200 K, welches Kunstlicht entspricht, gewählt, um eine bessere Farbgebung zu erhalten.

Zusätzlich zur Verwendung eines Stativs für die Kamera unterstützte eine hinter dem zu fotografierenden Objekt angebrachte Beleuchtungseinheit mit einer Leistung von 4 x 15 Watt und einer Farbtemperatur von 5000 K die Ablichtungsqualität.

2.3.2 Mikroskopische Untersuchung

Für die mikroskopische Untersuchung der Bruchfläche wurde ein Rasterelektronenmikroskop (REM) der Marke *Philips* mit der Typenbezeichnung *XL30*, welches in Abbildung 34 dargestellt ist, verwendet.



Abbildung 34: Philips XL30 Rasterelektronenmikroskop (REM) des Instituts für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnologie an der TU Wien

Die getroffenen Einstellungen am REM umfassten die Beschleunigungsspannung, die mit 20 kV festgelegt wurde, und den Strahldurchmesser (Spotsize), der mit einem Wert von 5 auf einer Skala zwischen 1 und 9 für eine hohe Schärfentiefe sorgte. Ein weiterer Vorteil des REMs gegenüber einem Lichtmikroskop ist neben der hohen Schärfentiefe die hohe Vergrößerung von bis zu $10^6\times$.

Die Auflösung der erhaltenen Bilder beträgt 712×484 oder 1.424×968 Pixel, so dass sich die Anzahl der Pixel zu 344.608 oder 1.378.432 ergibt. Aus dem Maßstab können die Abmessungen eines Pixels berechnet werden, die je nach Vergrößerung von $13,07 \mu\text{m}$ (16x Vergrößerung und 2 mm Maßbalken) bis $43,48 \text{ nm}$ (4000x Vergrößerung und $5 \mu\text{m}$ Maßbalken) bei einer Auflösung von 712×484 Pixel und von $5,63 \mu\text{m}$ (16x Vergrößerung und 2 mm Maßbalken) bis $21,65 \text{ nm}$ (4000x Vergrößerung und $5 \mu\text{m}$ Maßbalken) bei einer Auflösung von 1.424×968 Pixel reichen.

2.4 Längsschliffe

Nach der mikroskopischen Untersuchung der Bruchfläche erfolgte die Vorbereitung der Probe für den 6. und damit letzten Prozessschritt der Abbildung 19, die metallographische Auswertung anhand von Schliffen, um die Porenanzahl und Porengrößen in Bruchflächennähe zu ermitteln. Dieses Vorgehen liefert dabei ein weiteres Indiz zur Feststellung des Verformungs- bzw. Bruchmechanismus.

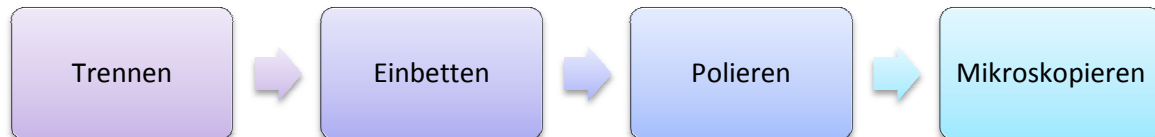


Abbildung 35: Prozessablauf von der Vorbereitung bis zur Begutachtung der Längsschliffe

Die Aufbereitungsschritte sind in Abbildung 35 dargestellt und umfassten als ersten Schritt das Schneiden der Probe in Längsrichtung sowie ein Ablängen in Querrichtung, um das zu untersuchende Probenstück folglich entsprechend Einbetten zu können. Das Trennen in Längsrichtung erfolgte durch eines der in Abbildung 36 dargestellten Präzisionsschneidemaschinen *Struers Accutom-5*, wobei das Trennen in Querrichtung durch eine handelsübliche Metallsäge bewerkstelligt wurde. Die Schneidemaschine wurde dabei mit einer Trennscheibe bestückt, welche die Bezeichnung 10S15 trägt und ausschließlich für weiche Materialien eingesetzt wird. Durch die Änderung der Trennscheibenbezeichnung entspricht die 10S15 einer 450CA. Die Umdrehungsgeschwindigkeit sowie die Vorschubgeschwindigkeit wurden entsprechend der verwendeten Trennscheibe und des Materials gewählt und daher auf 3000 U/min sowie 0,02 mm/s eingestellt. Die Wahl der Kraftgrenze reguliert die Vorschubgeschwindigkeit, falls der Druck zwischen Trennscheibe und Probe zu hoch werden sollte. Die Einstellung dazu wurde aus 3 Auswahlmöglichkeiten mit dem mittleren zu wählenden Wert „medium“ festgelegt. Da eine Kühlung der Trennscheibe aus Zwecken der Vermeidung von Überhitzung sowie Hitzeinbringung in die Probe unumgänglich ist, wurde die Kühlmittelzufuhr während dem Trennprozedere aktiviert.



Abbildung 36: Struers Accutom-5 Präzisionsschneidemaschinen

Der zweite Prozessschritt ist das Einbetten, welches im Anschluss an den Trennvorgang erfolgte. Dazu wurde aufgrund der Probendimensionen eine Kunststoffform mit einem Volumen für ca. 20 g Einbettmittel gewählt. Nach einem kurzen Reinigungsschritt folgte das Einfetten der Form mittels eines handelsüblichen salbenartigen Gemisches aus Kohlenwasserstoffen und das Platzieren der Probe mit der Schnittfläche in Richtung Boden der Kunststoffform.

Als Einbettmittel wurde Araldit verwendet, welches ein Gemisch bestehend aus 2 Komponenten ist und in einem bestimmten Verhältnis verrührt werden musste. In einem sauberen Kunststoffbecher wurde zuerst das Harz mit der Bezeichnung AY103-1 eingewogen, alsdann der Härter HY956 hinzuzufügen war. Das Mischungsverhältnis zwischen Härter und Harz beträgt 1 : 5,88235, sodass bei einer verwendeten Menge von 20 g Harz exakt 3,4 g Härter hinzugegeben werden muss, um eine optimale Einbettmasse zu erhalten. Unmittelbar nach Zugabe des Härters musste für ca. 1 min das Gemisch mit einem Holzstäbchen gerührt werden, um eine feine Bläschenbildung zu erwirken. Diese Bläschenbildung ist eine Indikation dafür, dass das Gemisch ausreichend verrührt wurde und nach einer kurzen Ruhephase von ca. 1 min in die Kunststoffform eingegossen werden konnte. Als Richtwerte betreffend der Aushärtung des Einbettmittels gelten 6 h für ein erstes grobes Hantieren, 12 h für die Möglichkeit einer Einzelprobenpräparation und 24 h für die Möglichkeit einer Probenhalterpräparation.

Nach dem Aushärten der Einbettmasse wurde das Schleifen und Polieren der Schnittfläche durchgeführt. Die dazu verwendete Poliereinrichtung *Struers TegraPol-31* mit Schwenkarm *Struers TegraForce-5* für die Probenapplikation erlaubte dabei eine Einzelprobenpräparation mit manuell auswählbarer Anpresskraft zwi-

schen der zu schleifenden bzw. polierenden Oberfläche und der verwendeten Schleif- bzw. Polierscheibe sowie eine exakt einstellbare Dosierung der Poliersuspension durch die Dosiereinrichtung *Struers TegraDoser-5*. Die Poliereinrichtung mit Schwenkarm und angeschlossener Dosiereinrichtung ist in Abbildung 37 dargestellt.



Abbildung 37: Struers TegraPol-31 Poliereinrichtung mit Struers TegraForce-5 Schwenkarm und Struers TegraDoser-5 Dosiereinrichtung

Das Schleifen und Polieren erfolgte durch das voreingestellte Schema mit der Bezeichnung „Al-Molto 220“, welches in der in Tabelle 3 angeführten Reihenfolge von oben nach unten abgearbeitet wurde.

Tabelle 3: Schleif- bzw. Polierschema für die geprüften HITEMAL Proben

Schleif- bzw. Polierscheibe	Suspension	Lubrikant	Bearbeitungszeit	Scheibengeschwindigkeit	Anpresskraft
Piano 220	-	Wasser	1 min	300 U/min	25 N
MD-Largo	DP-P9 μ m	Blau	5 min	150 U/min	30 N
MD-Mol	DP-P3 μ m	Blau	4 min	150 U/min	20 N
MD-Nap	DiaDuo 1 μ m	-	2 min	150 U/min	25 N
MD-Chem	OP-U	-	5 min	150 U/min	15 N

Der Drehteller des *TegraPol-31* für die Aufnahme der Schleif- bzw. Polierscheiben und auch die am Schwenkarm angebrachte Probenhalterung wurden dem Uhrzeigersinn entgegengesetzt, jedoch mit unterschiedlicher Umdrehungszahl, betrieben.

Während bei den Polierschritten „MD-Largo“ bis „MD-Nap“ eine Diamantsuspension (DP bzw. DiaDuo) unterschiedlicher Korngröße verwendet wurde, kam beim letzten Polierschritt „MD-Chem“ die chemo-mechanische Oxidpoliersuspension Struers OP-U NonDry (kolloidales SiO₂) unverdünnt zur Anwendung. Zur Feststellung einer ausreichend bearbeitenden Oberfläche musste nach jedem Polierschritt die Schnittfläche mit dem Lichtmikroskop *Zeiss Opto* begutachtet werden, um zu entscheiden, ob ein repetitiver Vorgang erforderlich ist.

Nach dem letzten Polierschritt erfolgte die Reinigung der Probenoberfläche unter fließendem Wasser, Abspülen mit Ethanol und Trocknen mittels heißer Luft. Unmittelbar danach wurde der frische Schliff im Lichtmikroskop betrachtet.

Das verwendete Lichtmikroskop *Zeiss Imager.M2m* ist mit einer Kamera des Typs *AxioCam MRc5* des gleichnamigen Herstellers ausgerüstet, welche über die Software *AxioVision 40 (Release 4.8.2.0)* Aufnahmen der Mikrostruktur des Schliffs ermöglicht. Am Lichtmikroskop selbst wurden dabei lediglich die Objektive 1,25x, 2,5x, 5x, 10x, 20x, 50x und 100x je nach gewünschter Vergrößerung eingestellt. Durch Multiplikation der Vergrößerungsleistung des Okulars, welches 10x beträgt, kann die Gesamtvergrößerung errechnet werden, die somit zwischen 25x und 1000x liegt. Für die Kameraaufnahmen des Gefüges mussten noch 2 weitere Einstellungen an der Software vorgenommen werden. Diese umfassten als ersten Schritt die Belichtungszeit und im nächsten Schritt den Weißabgleich, wobei eine optimale Einstellung der Belichtungszeit zwischen 10 und 20 s liegt. Helligkeit, Kontrast und Gammakorrektur wurden von der Software automatisch an die jeweiligen Gegebenheiten angepasst, können aber auch manuell reguliert werden, wenn gewünscht. Die Möglichkeiten des Lichtmikroskops betreffend Kontrastierung sind Hellfeld, Dunkelfeld, polarisiertes Licht und Differential-Interferenz Kontrast, die je nach Analyseziel gewählt wurden.

Mit dem Lichtmikroskop ist eine hohe Auflösung der Bilder von 2.584 x 1.936 Pixel erzielbar, sodass sich eine Gesamtzahl an Pixel von 5.002.624 ergibt. Anhand des Maßstabs kann die Dimension eines Pixels je nach gewählter Vergrößerung errechnet werden, die zwischen 2,16 µm (25x Vergrößerung) und 53,97 nm (1000x Vergrößerung) liegt.

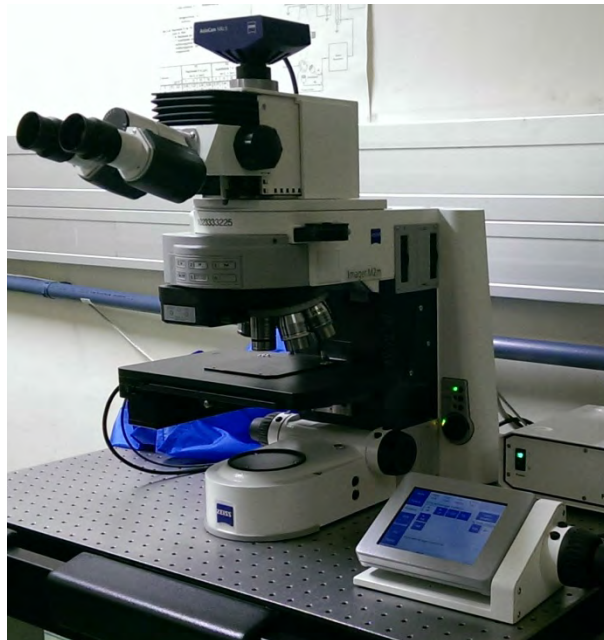


Abbildung 38: Zeiss Imager.M2m Lichtmikroskop mit Zeiss AxioCam MRc5 Kamera

Nach der Begutachtung der präparierten Schnittfläche wurde mit zahlreichen Ätzmitteln und unterschiedlichen Ätzzeiten versucht, das Gefüge so aufzubereiten, um eine Charakterisierung zu ermöglichen. Die angewandten Methoden waren 10% NaOH für 2 min, 24,67% HCl für 10 s, 20 s und 30 s, 37% HCl für 30 s, 2% NaOH bei 50°C für 1 min, 2% HF für 30 s und 8,5% H₃PO₄ für 5 min. Die Ergebnisse beschränkten sich jedoch dabei auf schwarze Punkte unterschiedlicher Größe bzw. auf Korrosionsprodukte, die eine Charakterisierung des Gefüges nicht zuließen. Lediglich die elektrolytische Barker-Ätzung brachte eine akzeptable Oberfläche hervor. Eine eindeutige Identifikation der Gefügestruktur konnte aber auch in diesem Fall nicht erfolgen, wie in Abbildung 39 ersichtlich ist.

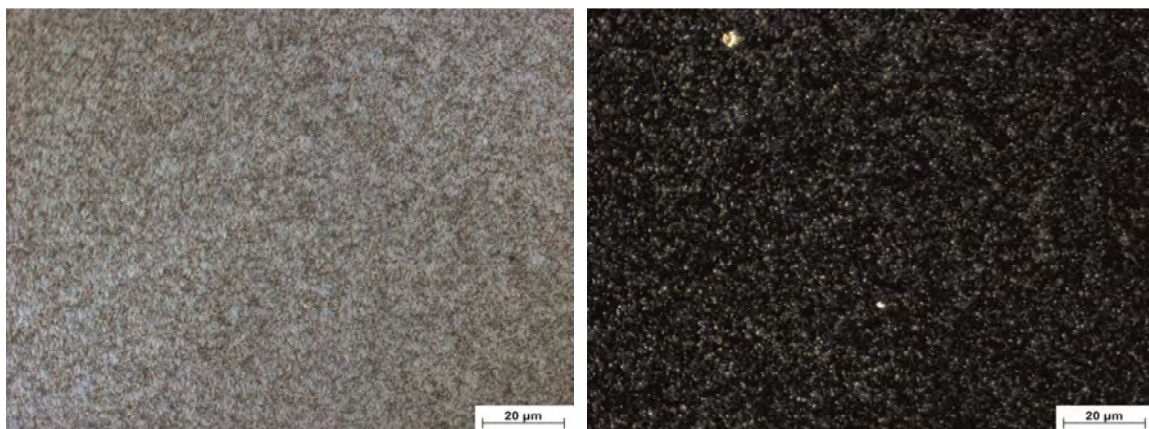


Abbildung 39: Gefüge einer geschmiedeten A27A-Probe nach der Barker-Ätzung im Differential-Interferenz-Kontrast (links) und im Dunkelfeld (rechts) bei höchster Vergrößerung (1000x)

3 Ergebnisse

3.1 Kriechversuch und Kriechdatenauswertung

Die folgende Tabelle 4 und Tabelle 5 zeigen die abgeschlossenen Kriechversuche der extrudierten und geschmiedeten A27A-Proben. In den Tabellen sind je nach applizierter Spannung σ_A und gewählter Prüftemperatur T die Zeit bis zum Bruch t_R , die minimale Kriechrate $\dot{\epsilon}_{\min}$ und die Bruchdehnung ϵ_R dokumentiert. Zusätzlich aufgenommene Daten sind die Chargennummern der an die TU Wien angelieferten Proben und die Nummer des Kriechstandes (Ofen), in der die Probe geprüft wurde.

Tabelle 4: Abgeschlossene Kriechversuche der Serie A27A extrudiert

σ_A	Nr.	T [°C]	t_R	$\dot{\epsilon}_{\min}$ [1/s]	ϵ_R [%]	Charge	Ofen
80 MPa	1	500	0 h	-	-	105	7
80 MPa	1	400	41 h (2 d)	4,1E-09	0,58	103	7
80 MPa	1	350	74 h (3 d)	1,2E-09	0,64	105	7
100 MPa	1	300	0 h	-	-	942	4
100 MPa	2	300	7.896 h (329 d)	2,1E-11	0,60	941	9
110 MPa	1	300	452 h (19 d)	7,1E-10	0,54	941	7
110 MPa	2	300	2.188 h (91 d)	1,8E-10	0,75	942	7
120 MPa	1	300	10 h	3,1E-08	0,26	939	7
120 MPa	2	300	113 h (5 d)	2,8E-09	0,83	940	7
120 MPa	3	300	21 h (1 d)	1,8E-08	0,37	103	12

Tabelle 5: Abgeschlossene Kriechversuche der Serie A27A geschmiedet. * 50 MPa Probe bei 13.992 h erhöht auf 60 MPa. ** 60 MPa Probe bei 16.080 h erhöht auf 90 MPa. *** 70 MPa Probe gestoppt.

σ_A	T [°C]	t_R	$\dot{\epsilon}_{\min}$ [1/s]	ϵ_R [%]	Ofen
50 MPa *	300	13.992 h (583 d)	9,7E-12	-	8
60 MPa **	300	2.088 h (87 d)	1,1E-11	-	8
70 MPa ***	300	18.240 h (760 d)	9,5E-12	-	12
80 MPa	300	5.544 h (231 d)	2,1E-11	0,08	4

Zum Zeitpunkt der Erstellung dieser Arbeit waren die in der Tabelle 6 und Tabelle 7 aufgelisteten Kriechversuche noch nicht abgeschlossen, sodass daher lediglich

vorläufige minimale Kriechraten $\dot{\epsilon}_{V,\min}$ und Versuchszeiten t_V ausgewiesen werden können.

Tabelle 6: Noch laufende Kriechversuche der Serie A27A extrudiert

σ_A	Nr.	T [°C]	t_V	$\dot{\epsilon}_{V,\min}$ [1/s]	Charge	Ofen
60 MPa	1	350	3.183 h (133 d)	3,1E-11	103	7
70 MPa	1	350	1.440 h (60 d)	5,5E-11	104	9
64 MPa	1	300	9.157 h (382 d)	6,2E-12	939	4
80 MPa	1	300	9.157 h (382 d)	3,0E-11	940	5
80 MPa	2	300	8.727 h (364 d)	1,2E-11	942	6
90 MPa	1	300	4.267 h (178 d)	1,8E-11	104	12
90 MPa	2	300	2.591 h (108 d)	5,0E-11	104	8
100 MPa	3	300	8.727 h (364 d)	7,4E-12	941	3

Tabelle 7: Noch laufender Kriechversuch der Serie A27A geschmiedet

σ_A	T [°C]	t_V	$\dot{\epsilon}_{V,\min}$ [1/s]	Ofen
60 MPa	300	23.050 h (960 d)	8,2E-12	10

Um den relativen Fehler für die Bestimmung von $\dot{\epsilon}_{\min}$ der jeweiligen Kriechversuche zu errechnen, wurde die im Kapitel 2.2.2 beschriebene Vorgehensweise herangezogen. Der temperaturbedingte Einfluss auf die wahre Dehnung $\Delta\epsilon$ beträgt $2,78E-5$, welche durch die jeweilige Kriechdauer Δt dividiert wird, um im Anschluss den prozentuellen Anteil des Fehlers an der erfassten minimalen Kriechrate $\dot{\epsilon}_{\min}$ oder $\dot{\epsilon}_{V,\min}$ zu ermitteln. Der relative Fehler der abgeschlossenen Kriechversuche sind in Tabelle 8 und Tabelle 9 gezeigt.

Tabelle 8: Relativer Fehler der abgeschlossenen Kriechversuche der Serie A27A extrudiert

σ_A	Nr.	T [°C]	$t_R = \Delta t$ [s]	$\dot{\epsilon}_{\min}$ [1/s]	$\Delta\epsilon/\Delta t$ [1/s]	Fehler [%]
80 MPa	1	400	147.600	4,1E-09	1,88E-10	4,58
80 MPa	1	350	266.400	1,2E-09	1,04E-10	8,66
100 MPa	2	300	28.425.600	2,1E-11	9,75E-11	4,64
110 MPa	1	300	1.627.200	7,1E-10	1,70E-11	2,40
110 MPa	2	300	7.876.800	1,8E-10	3,52E-12	1,95
120 MPa	1	300	36.000	3,1E-08	7,69E-10	2,48
120 MPa	2	300	4.068.000	2,8E-09	6,81E-12	0,24

120 MPa	3	300	75.600	1,8E-08	3,66E-10	2,04
----------------	---	-----	--------	---------	----------	-------------

Tabelle 9: Relativer Fehler der abgeschlossenen Kriechversuche der Serie A27A geschmiedet.
* Daten gewonnen aus einer einzigen Probe mit unterschiedlicher Belastung.

σ_A	T [°C]	$t_R = \Delta t$ [s]	$\dot{\epsilon}_{\min}$ [1/s]	$\Delta\epsilon/\Delta t$ [1/s]	Fehler [%]
50 MPa *	300	50.371.200	9,7E-12	5,50E-13	5,67
60 MPa *	300	7.516.800	1,1E-11	3,69E-12	33,50
70 MPa	300	65.664.000	9,5E-12	4,22E-13	4,44
80 MPa	300	19.958.400	2,1E-11	1,39E-12	6,61

Während in Tabelle 8 kein außergewöhnlich hoher temperaturbedingter Einfluss der Bauteile festgestellt werden konnte, ist in Tabelle 9 ein auffällig hoher relativer Fehler einer Probe von einem Drittel ersichtlich.

In der folgenden Tabelle 10 und Tabelle 11 sind die relativen Fehler der noch laufenden Kriechversuche gezeigt.

Tabelle 10: Relativer Fehler der noch laufenden Kriechversuche der Serie A27A extrudiert

σ_A	Nr.	T [°C]	$t_v = \Delta t$ [s]	$\dot{\epsilon}_{v,\min}$ [1/s]	$\Delta\epsilon/\Delta t$ [1/s]	Fehler [%]
60 MPa	1	350	11.458.800	3,1E-11	2,42E-12	7,80
70 MPa	1	350	5.184.000	5,5E-11	5,34E-12	9,72
64 MPa	1	300	32.965.200	6,2E-12	8,40E-13	13,55
80 MPa	1	300	32.965.200	3,0E-11	8,40E-13	2,80
80 MPa	2	300	31.417.200	1,2E-11	8,82E-13	7,35
90 MPa	1	300	15.361.200	1,8E-11	1,80E-12	10,02
90 MPa	2	300	9.327.600	5,0E-11	2,97E-12	5,94
100 MPa	3	300	31.417.200	7,4E-12	8,82E-13	11,91

Tabelle 11: Relativer Fehler des noch laufenden Kriechversuchs der Serie A27A geschmiedet

σ_A	T [°C]	$t_v = \Delta t$ [s]	$\dot{\epsilon}_{v,\min}$ [1/s]	$\Delta\epsilon/\Delta t$ [1/s]	Fehler [%]
60 MPa	300	82.980.000	8,2E-12	3,34E-13	4,07

Bei den noch laufenden Kriechversuchen sind relative Fehler von maximal 13,55% zu verzeichnen.

Im Folgenden werden die Kriechkurven dargestellt, welche für die weitere Diskussion relevante Daten liefern. Die dabei verwendeten Typen von Darstellungen sind die wahre Dehnung über der Zeit, die Kriechrate über der Zeit und Kriechrate über der wahren Dehnung.

3.1.1 A27A extrudiert

Eine Unterscheidung zwischen abgeschlossener und nicht abgeschlossener Versuche der in folgenden Diagrammen dargestellten Kriechkurven wurde durch eine Markierung realisiert. Die Markierung X weist auf einen abgeschlossenen Kriechversuch hin, wohingegen alle anderen Kriechkurven daher als vorläufig angesehen werden können.

Die Abbildungen der Kriechkurven sind im Allgemeinen mit einer Zeitskala bis 24.000 h versehen. Die Zeitskala der Proben mit einer nominalen Prüfspannung von 120 MPa sowie 80 MPa und Prüftemperaturen über 300°C sind aufgrund deren kurzen Laufzeit auf 150 h justiert, um eine bessere Darstellung zu erreichen.

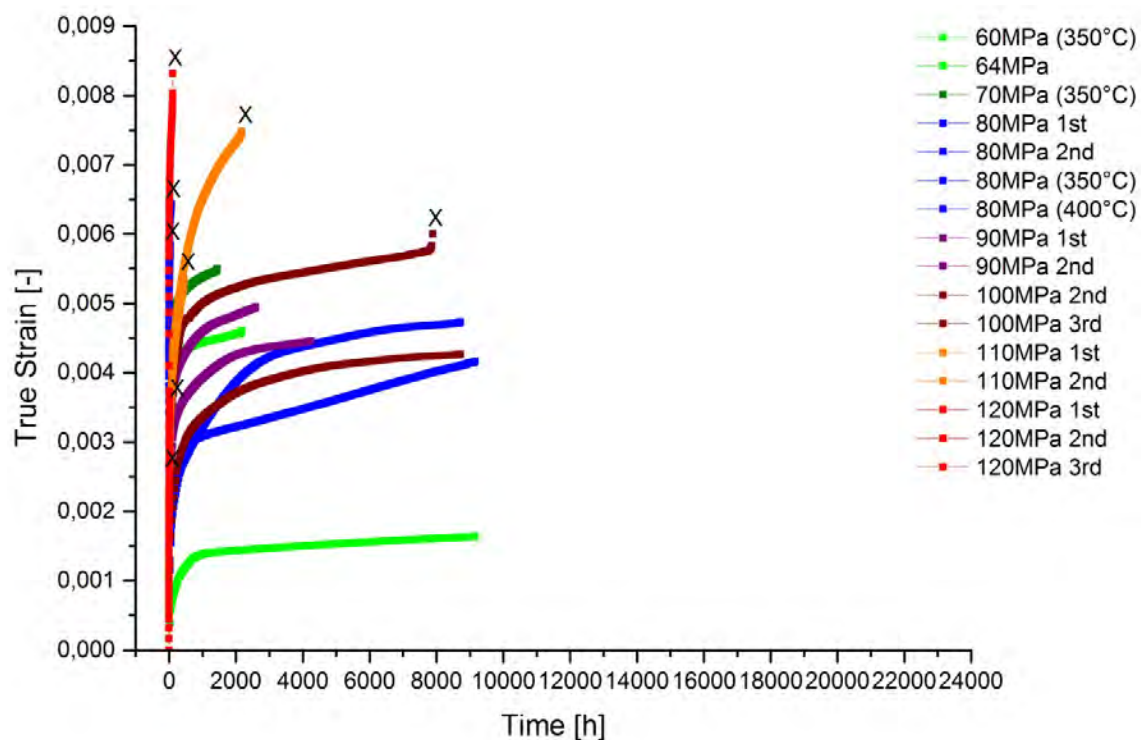


Abbildung 40: Wahre Dehnung aller extrudierten A27A-Proben, Proben ohne Temperaturangabe bei 300°C geprüft

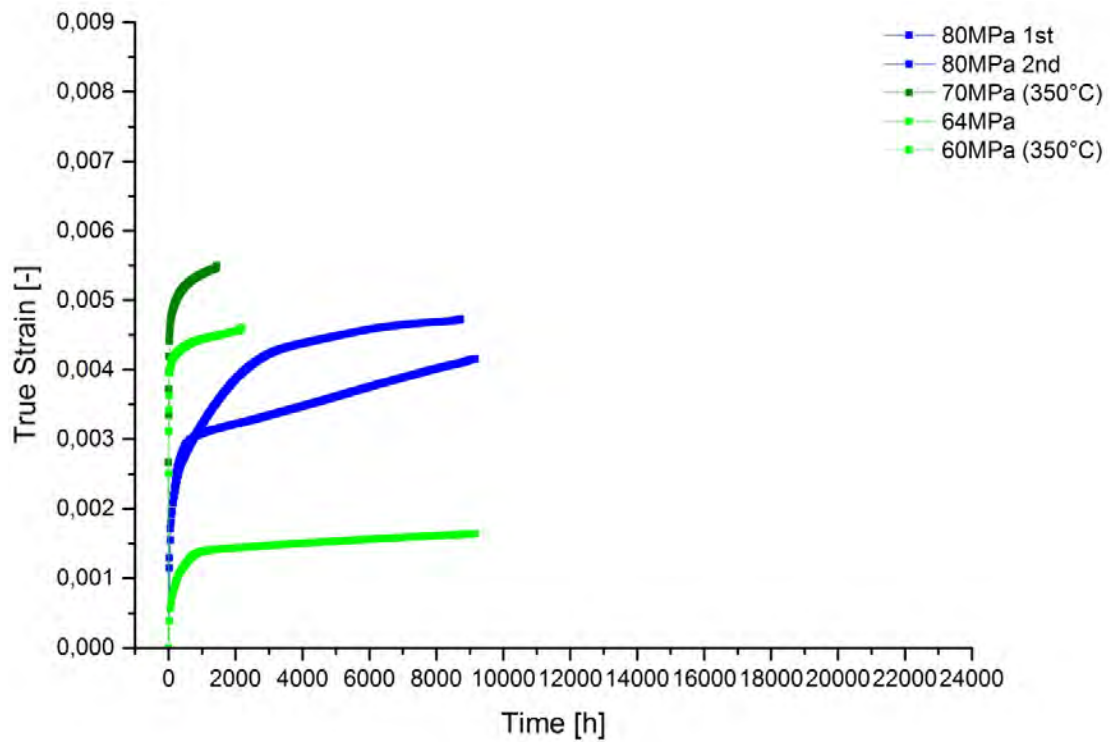


Abbildung 41: Wahre Dehnung der extrudierten A27A-Proben zwischen 60 und 80 MPa, bei unterschiedlicher Temperatur geprüft

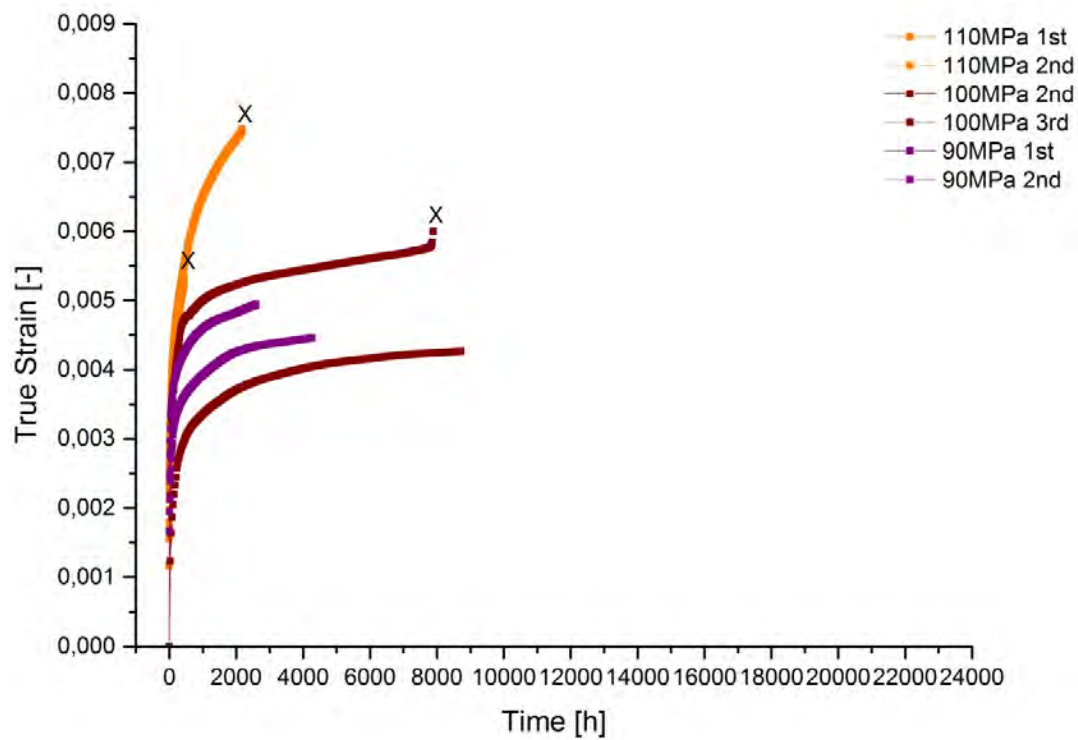


Abbildung 42: Wahre Dehnung der extrudierten A27A-Proben zwischen 90 und 110 MPa, bei 300°C geprüft

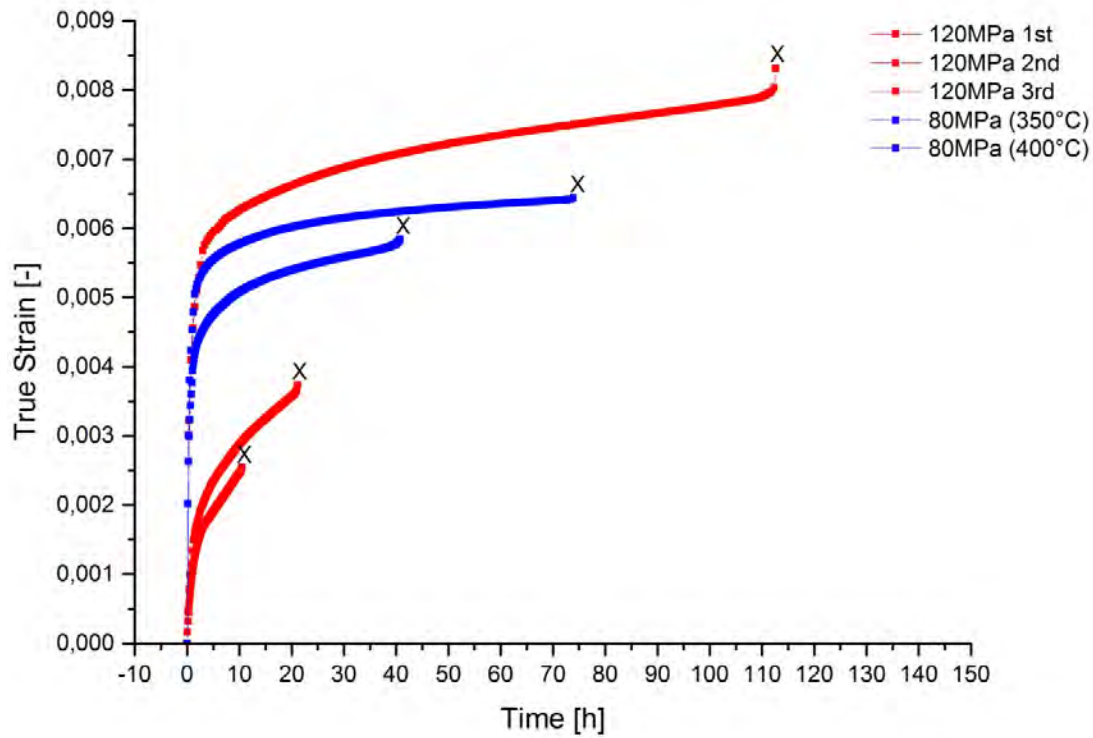


Abbildung 43: Wahre Dehnung der extrudierten A27A-Proben mit 120 MPa, bei 300°C geprüft, sowie mit 80 MPa, bei unterschiedlicher Temperatur geprüft (justierte Abszisse)

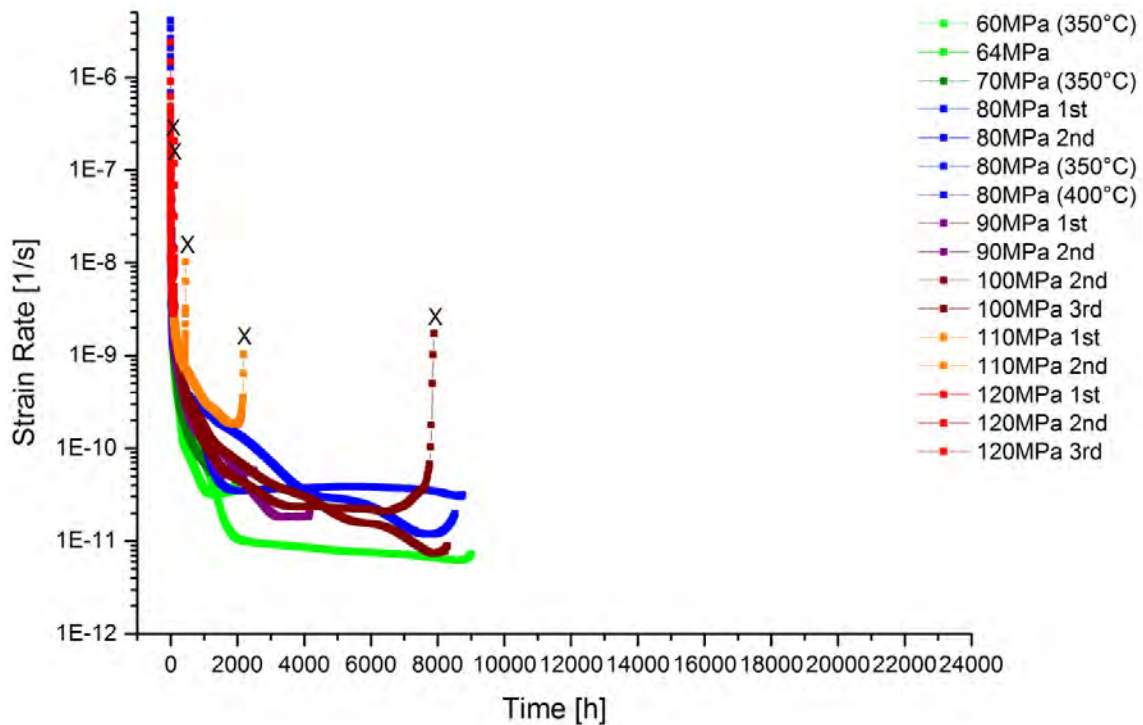


Abbildung 44: Kriechrate aller extrudierten A27A-Proben, Proben ohne Temperaturangabe bei 300°C geprüft

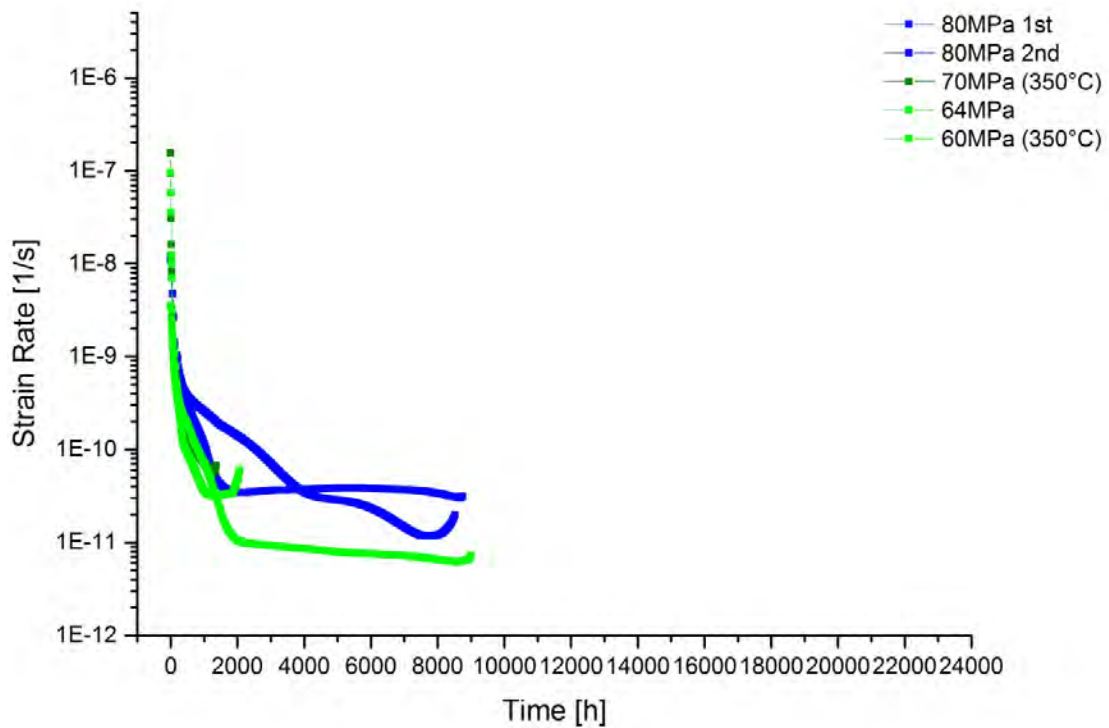


Abbildung 45: Kriechrate der extrudierten A27A-Proben zwischen 60 und 80 MPa, bei unterschiedlicher Temperatur geprüft

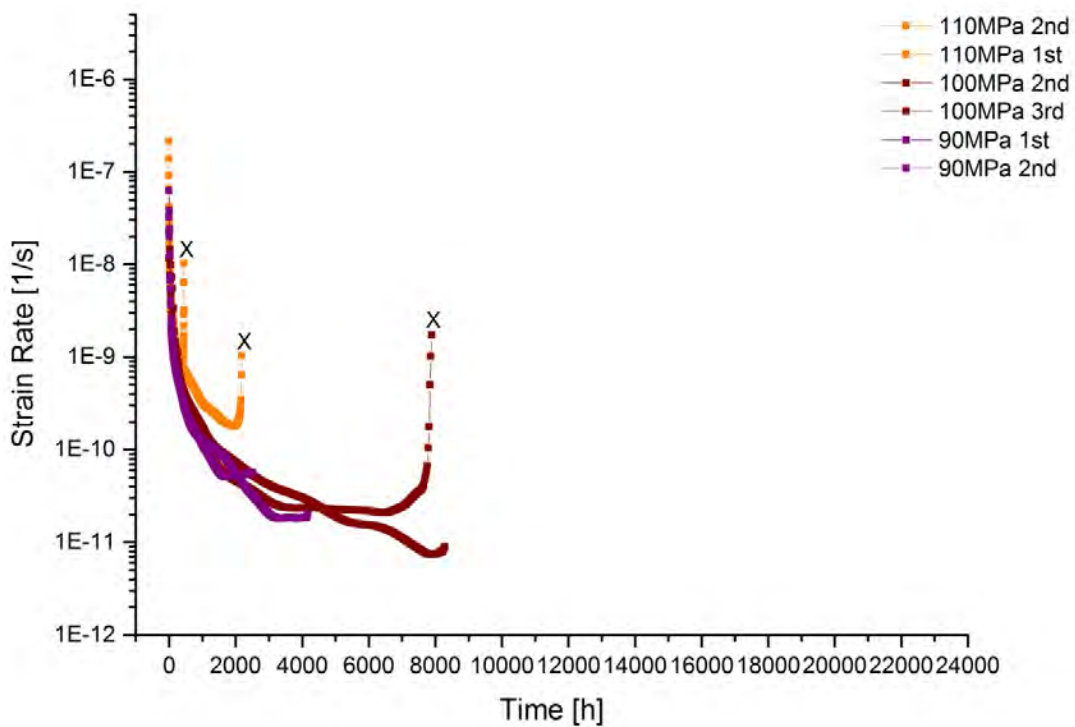


Abbildung 46: Kriechrate der extrudierten A27A-Proben zwischen 90 und 110 MPa, bei 300°C geprüft

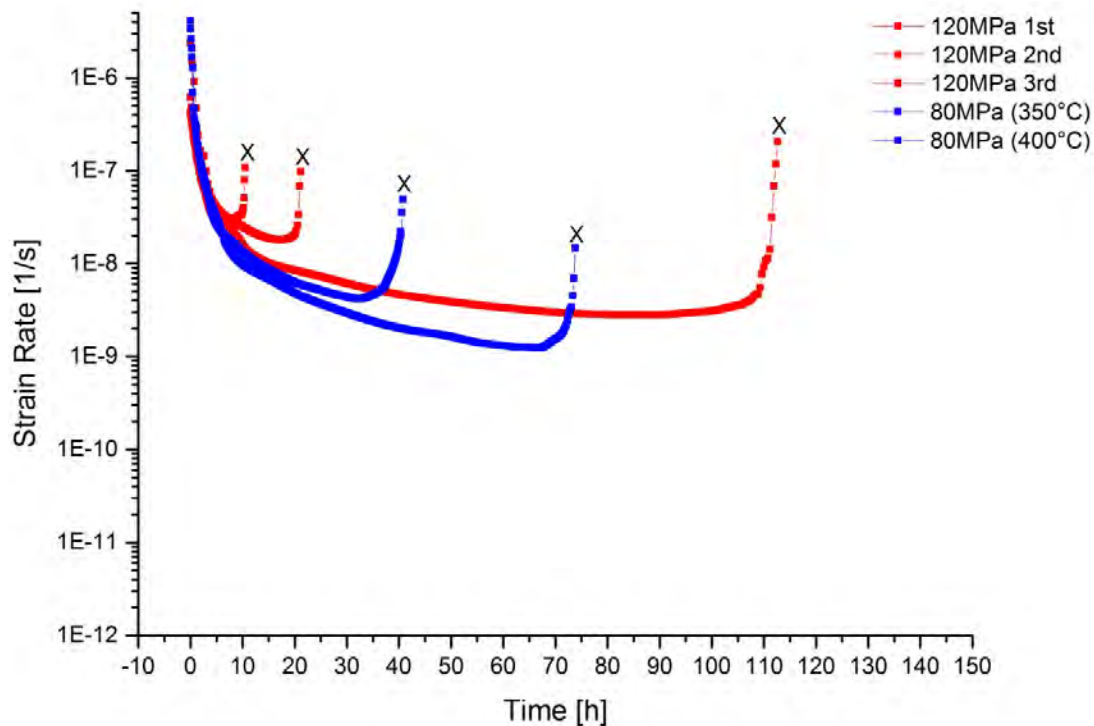


Abbildung 47: Kriechrate der extrudierten A27A-Proben mit 120 MPa, bei 300°C geprüft, sowie mit 80 MPa, bei unterschiedlicher Temperatur geprüft (justierte Abszisse)

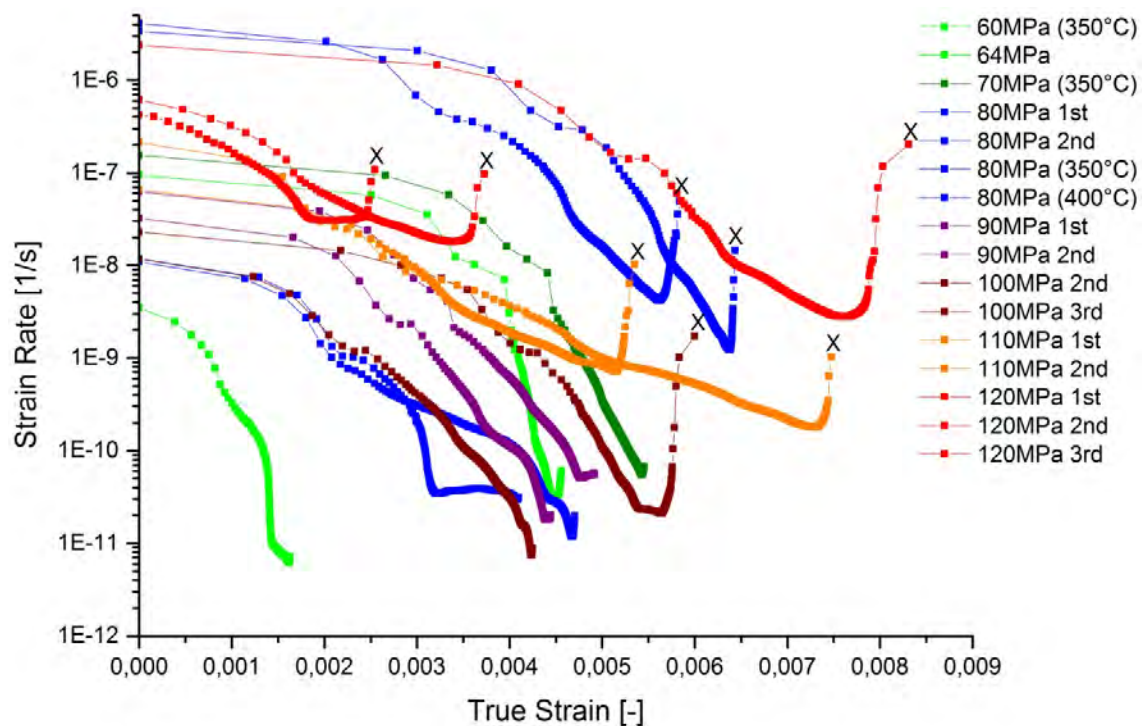


Abbildung 48: Kriechrate über der wahren Dehnung aller extrudierten A27A-Proben, Proben ohne Temperaturangabe bei 300°C geprüft

3.1.2 A27A geschmiedet

In den folgenden Diagrammen kennzeichnet die Markierung X wiederum einen abgeschlossenen Kriechversuch, wobei die Markierung S (stopped) auf einen abgebrochenen Versuch verweist. Der ungewöhnliche Verlauf findet in den Dia-

grammen keine Berücksichtigung. Die Markierung I (inc. für increased) kennzeichnet die Kriechversuche, deren applizierte Spannung nach einer gewissen Versuchszeit erhöht wurde.

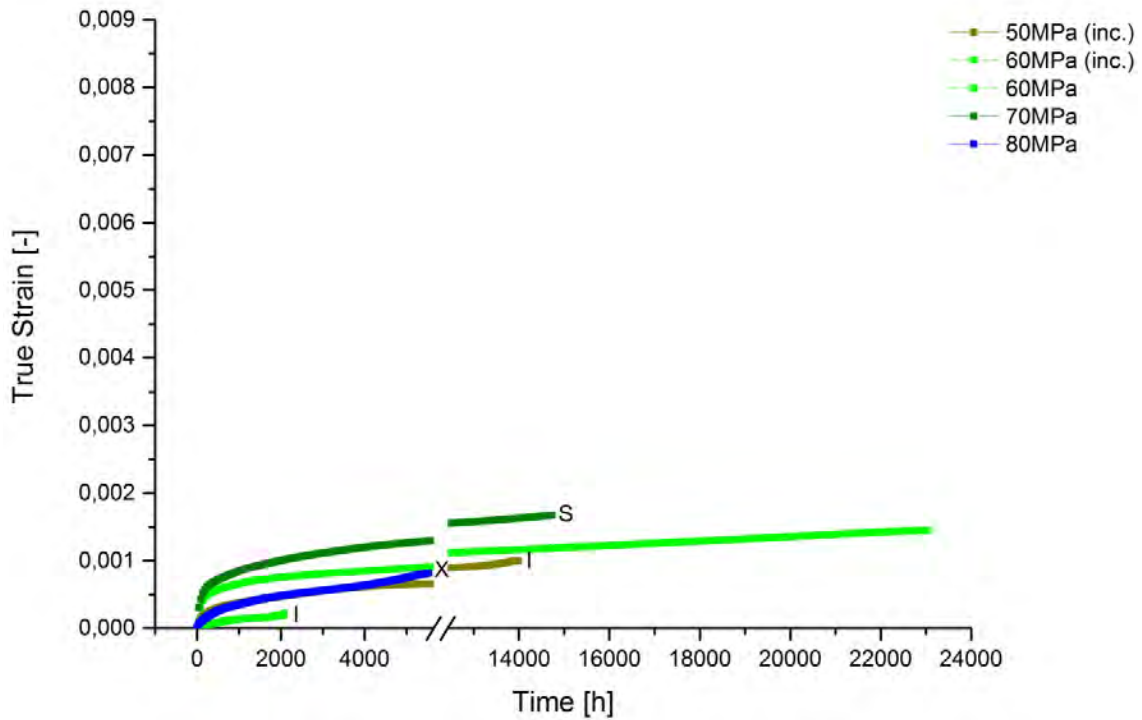


Abbildung 49: Wahre Dehnung aller geschmiedeten A27A-Proben mit Unterbrechung zwischen 5.650 h und 12.430 h, bei 300°C geprüft

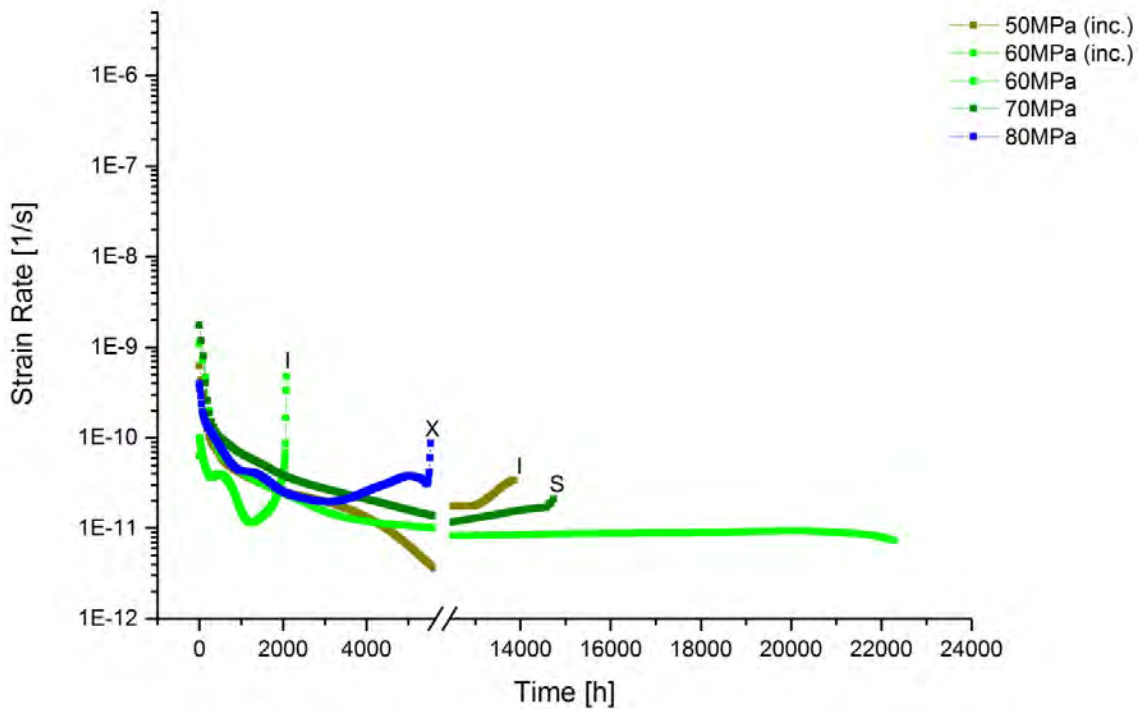


Abbildung 50: Kriechrate aller geschmiedeten A27A-Proben mit Unterbrechung zwischen 5.650 h und 12.430 h, bei 300°C geprüft

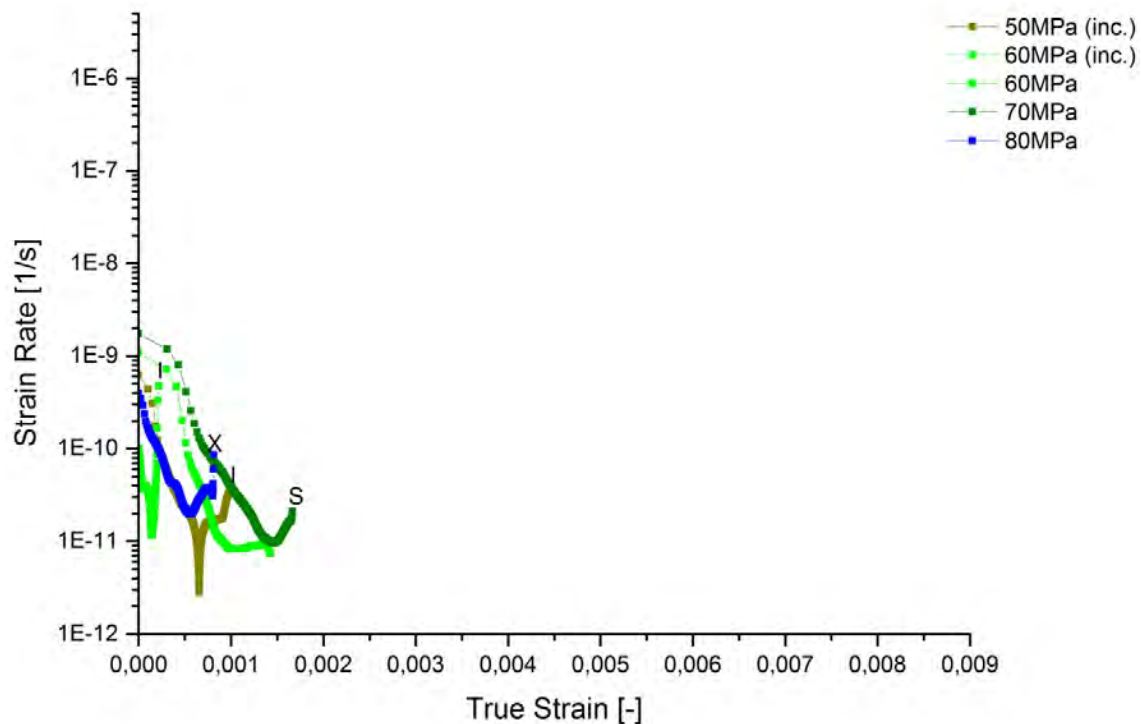


Abbildung 51: Kriechrate über der wahren Dehnung aller geschmiedeten A27A-Proben, bei 300°C geprüft

Im Allgemeinen lässt sich festhalten, dass sich die extrudierten A27A-Proben mit einer Zeitskala bis 10.000 h darstellen lassen, wohingegen der Großteil der geschmiedeten A27A-Proben eine Versuchszeit weit über 10.000 h aufweisen.

3.2 Analysieren der Bruchfläche

3.2.1 Makroskopische Untersuchung

Die Fotodokumentation der extrudierten und geschmiedeten A27A-Proben der abgeschlossenen Kriechversuche ist in den folgenden beiden Unterkapiteln ersichtlich.

3.2.1.1 A27A extrudiert

Die Probe in Abbildung 52 wurde bei einer Temperatur von 350°C, die Probe in Abbildung 53 bei einer Temperatur von 400°C und die Probe in Abbildung 54 bei einer Temperatur von 500°C geprüft.

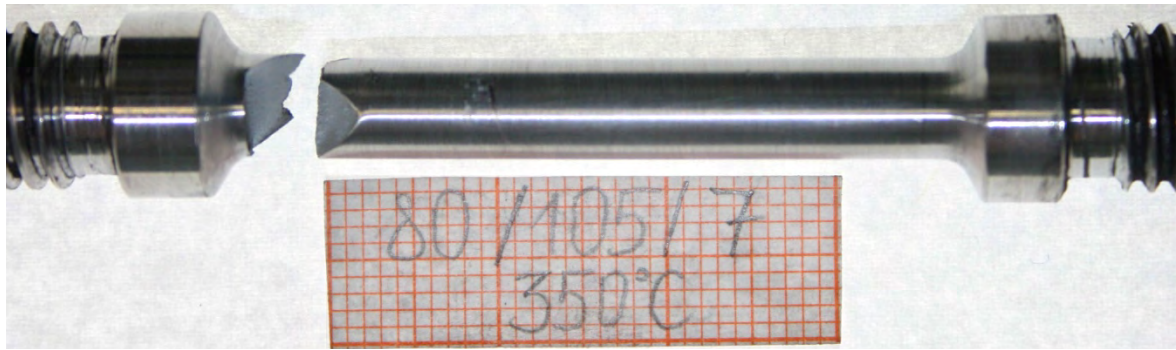


Abbildung 52: A27A extrudiert bei 80MPa und 350°C, gebrochen nach 74 h

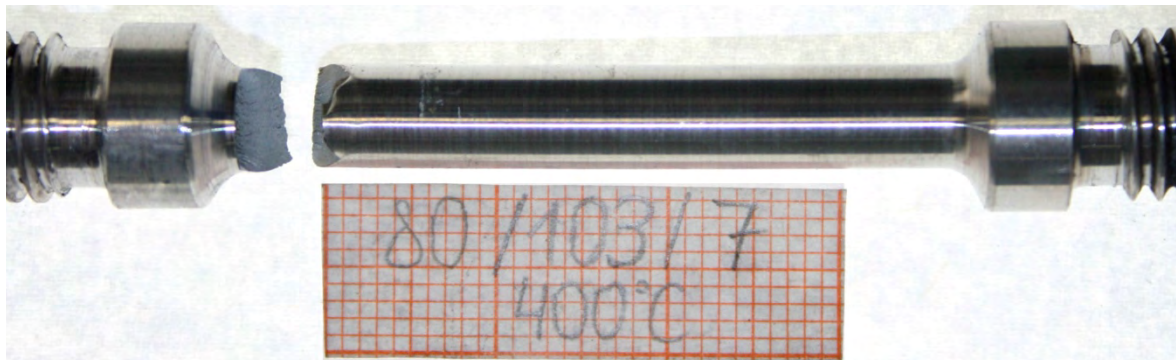


Abbildung 53: A27A extrudiert bei 80MPa und 400°C, gebrochen nach 41 h

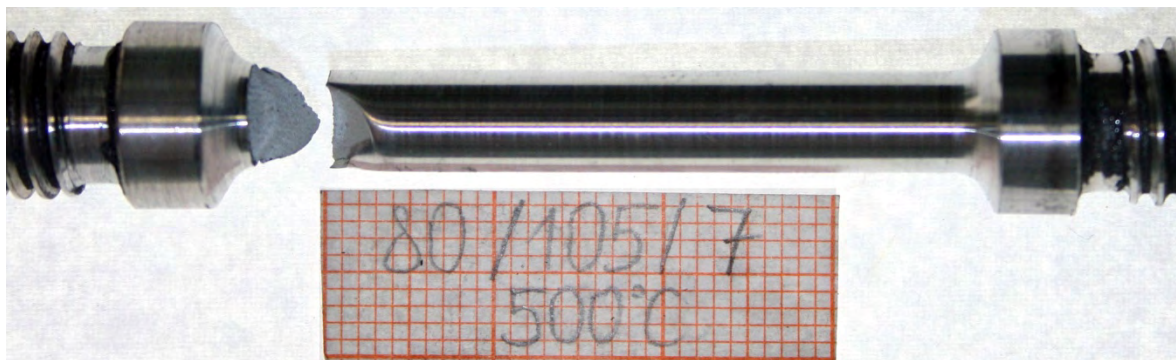


Abbildung 54: A27A extrudiert bei 80MPa und 500°C, unmittelbar nach Start gebrochen

Die Proben der Abbildung 55, Abbildung 56, Abbildung 57, Abbildung 58, Abbildung 59, Abbildung 60 und Abbildung 61 wurden bei einer Temperatur von 300°C geprüft.

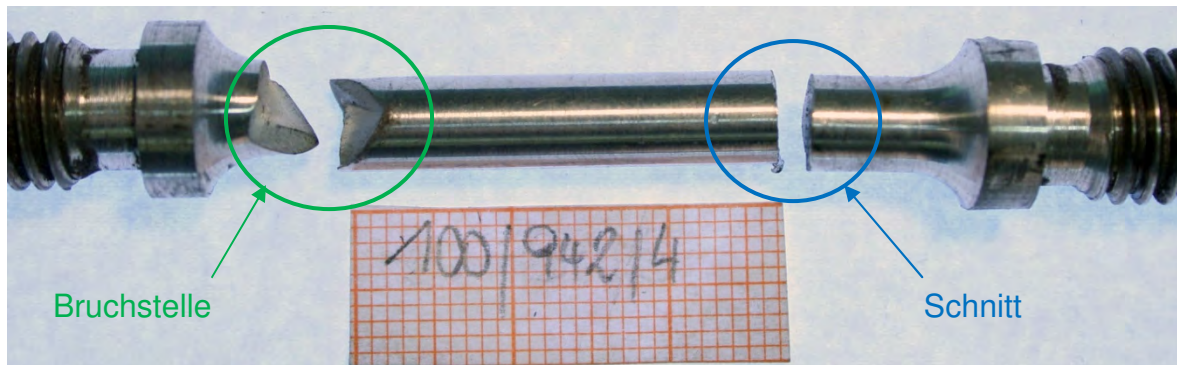


Abbildung 55: A27A extrudiert bei 100MPa (Nr. 1) und 300°C, unmittelbar nach Start gebrochen



Abbildung 56: A27A extrudiert bei 100MPa (Nr. 2) und 300°C, gebrochen nach 7.896 h

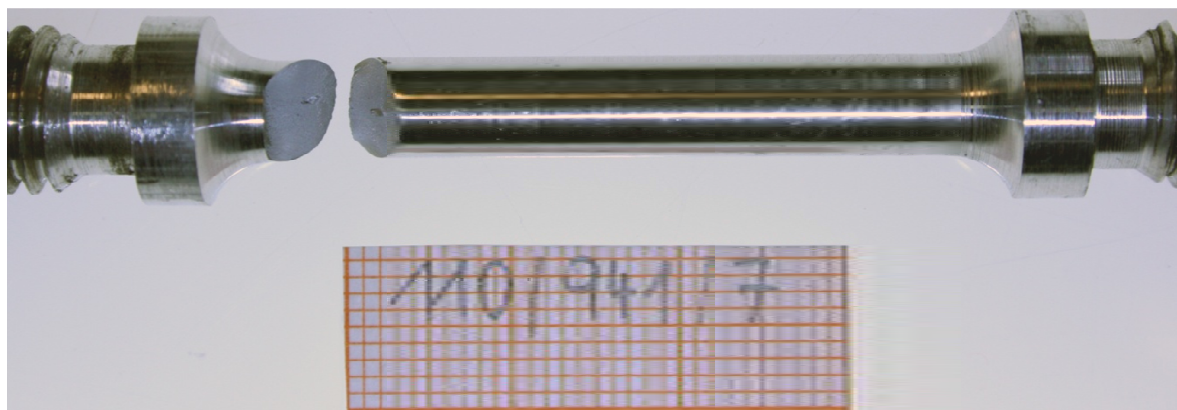


Abbildung 57: A27A extrudiert bei 110MPa (Nr. 1) und 300°C, gebrochen nach 452 h

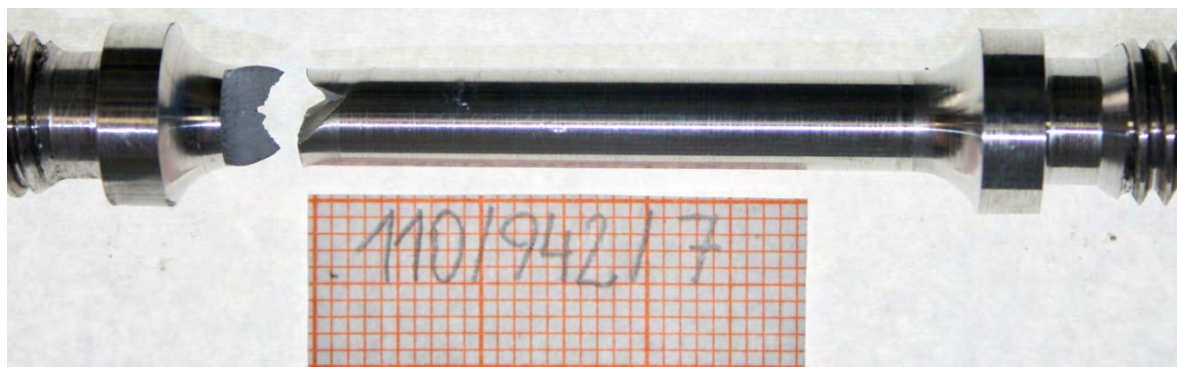


Abbildung 58: A27A extrudiert bei 110MPa (Nr. 2) und 300°C, gebrochen nach 2.188 h

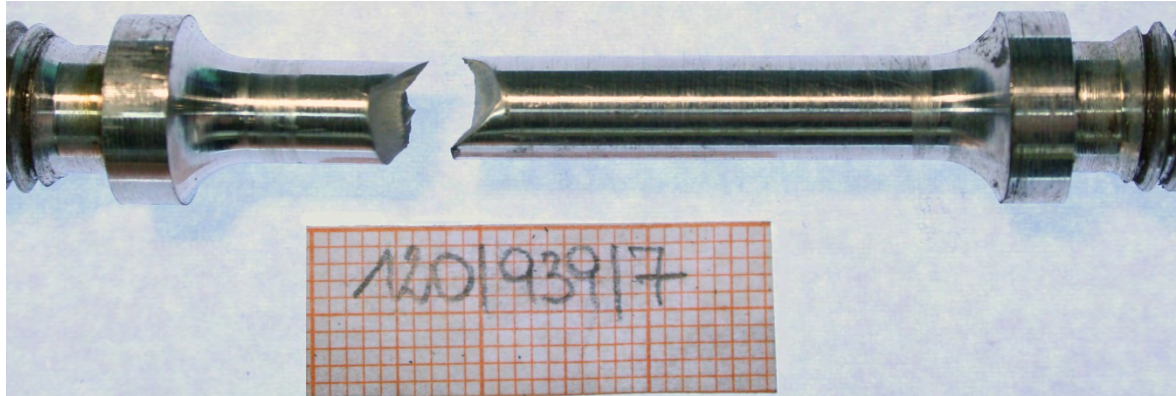


Abbildung 59: A27A extrudiert bei 120MPa (Nr. 1) und 300°C, gebrochen nach 10 h

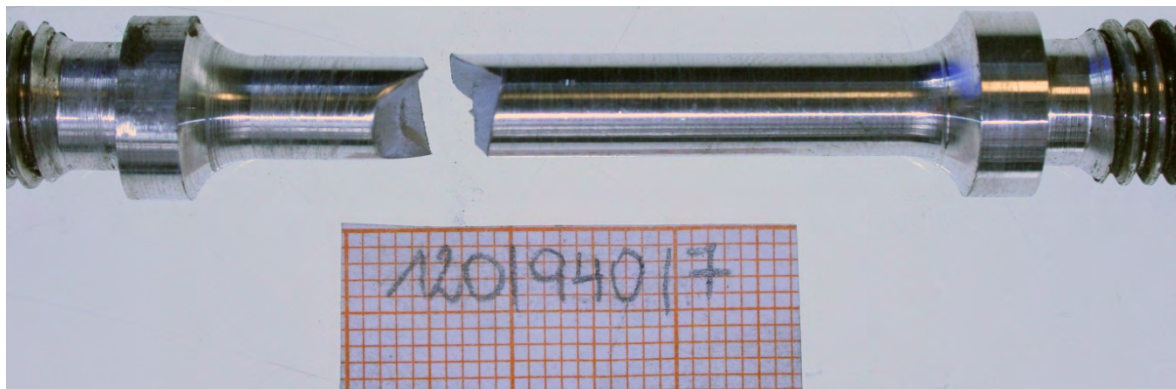


Abbildung 60: A27A extrudiert bei 120MPa (Nr. 2) und 300°C, gebrochen nach 113 h

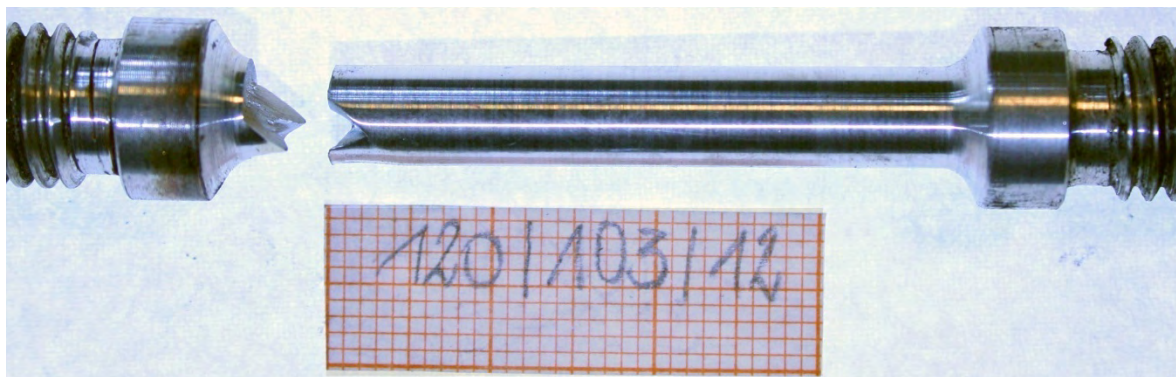


Abbildung 61: A27A extrudiert bei 120MPa (Nr. 3) und 300°C, gebrochen nach 21 h

Beim Vergleich der Bruchflächen sind keine nennenswerten Unterschiede erkennbar. Es tritt stets ein dem Mischbruch ähnlicher Kriechbruch auf, da klar ersichtliche Normalspannungsbruchbereiche mit Übergang zu Schubspannungsbruchbereichen (Scherlippen) erkennbar sind.

Die Übergänge zwischen den Normalspannungsbereichen und den Scherlippen sind bei allen Proben der Charge 941, wie in Abbildung 56 und Abbildung 57 ersichtlich ist, weicher ausgeprägt als bei den anderen Chargen, die in Abbildung 55 und Abbildung 58 zu sehen sind. Die nominalen Prüfspannungen der genannten

Charge lagen bei 100 MPa (Nr. 2) und 110 MPa (Nr. 1). Weitere spannungsabhängige Ausprägungen der Bruchstruktur sind nicht ersichtlich.

Bei keiner der Proben kann eine eindeutige Einschnürung identifiziert werden und in Anbetracht der Bruchposition ist beim Großteil der Proben der Bruch am Ende des Schaftes eingetreten. Lediglich bei 2 Proben, die höheren Prüftemperaturen (120 MPa) ausgesetzt waren und in Abbildung 59 und Abbildung 60 dargestellt sind, konnte die Bruchposition in der Mitte festgestellt werden.

3.2.1.2 A27A geschmiedet

Bei den geschmiedeten A27A-Proben konnte eine Bruchflächenanalyse lediglich an einer Probe erfolgen.

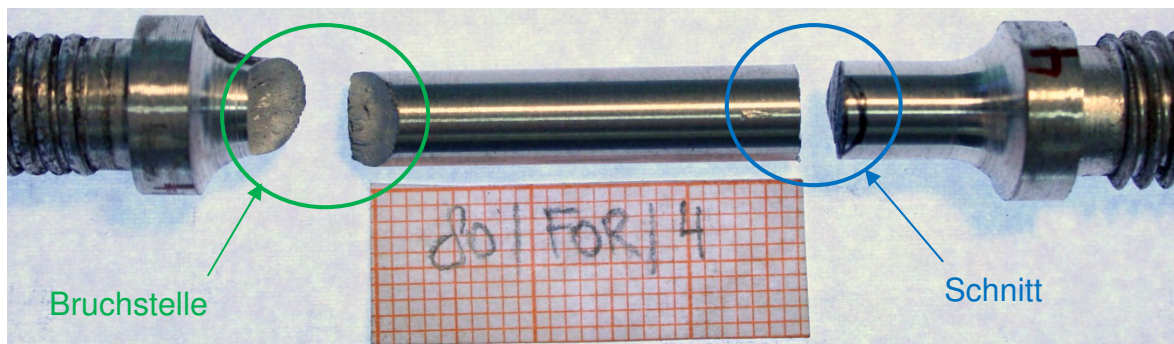


Abbildung 62: A27A geschmiedet bei 80MPa und 300°C, gebrochen nach 5.544 h

Die geschmiedete A27A-Probe zeigt hinsichtlich des Bruchbildes keinen wesentlichen Unterschied zu den extrudierten A27A-Proben. Es ist wiederum ein dem Mischbruch ähnlicher Kriechbruch ohne Einschnürung zu erkennen, dessen Übergang zwischen dem Normalspannungsbruchbereich und den Scherlippen weich erscheint und eine Ähnlichkeit mit der in Charge 941 gefundenen Form aufweist.

3.2.2 Mikroskopische Untersuchung

Die nachfolgenden Abbildungen zeigen ausgewählte REM-Aufnahmen, die charakteristisch für die jeweiligen nominalen Prüfspannungen sind.

3.2.2.1 A27A extrudiert

Die Proben der Serie A27A extrudiert mit den nominalen Prüfspannungen von 110 MPa, 100 MPa und 80 MPa bei unterschiedlicher Prüftemperatur weisen im Allgemeinen idente Bruchcharakteristik auf, die wie in Abbildung 63 dargestellt, in 3 Bereiche unterteilt werden kann.

Im makroskopisch betrachteten Bereich der Normalspannungen, zu sehen als Detail 1 in Abbildung 64, zeigt sich stets eine Wabenstruktur mit hellen umrandeten

Regionen, welche sehr hohe und massive Auszugsspitzen darstellen. Die Orientierung dieser Auszugsspitzen ist nahezu orthogonal zur Bruchoberfläche. Am Grund der Waben sind Körner vorzufinden, deren Dimensionen weitgehend der Korngröße des Materials entsprechen.

Im weiteren Verlauf in Richtung Scherlippen verändert sich die Bruchstruktur dahingehend, dass hell umrandeten Regionen zwar zum Teil noch erkennbar sind, jedoch nicht mehr das Bruchbild dominieren. Die dementsprechend resultierende Bruchstruktur besteht im Vergleich zum Detail 1 aus flacheren und kleineren Waben, die als Detail 2 in Abbildung 65 ersichtlich sind.

An den Scherlippen ist die klassische Wabenstruktur als Detail 3 in Abbildung 66 zu erkennen. Es zeigen sich Waben unterschiedlicher Dimensionen sowie unterschiedlicher Orientierungen, wobei am Grund großer Waben wiederum Körner identifiziert werden können, deren Dimensionen nur mehr der Hälfte der Korngröße des Materials entsprechen.

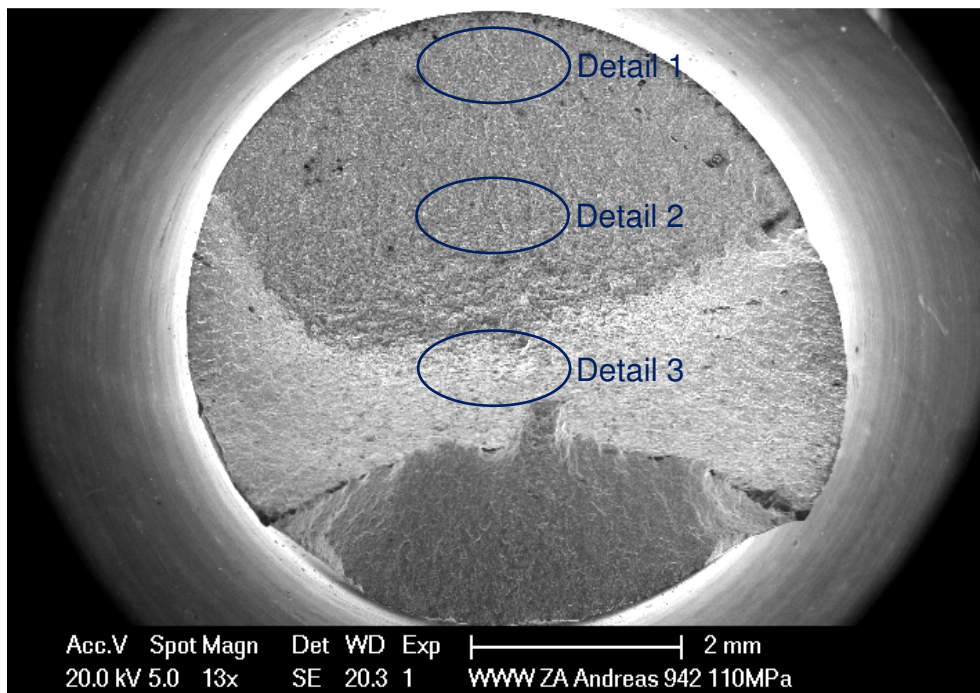


Abbildung 63: REM-Übersicht der Probe A27A extrudiert bei 110MPa (Nr. 2) und 300°C

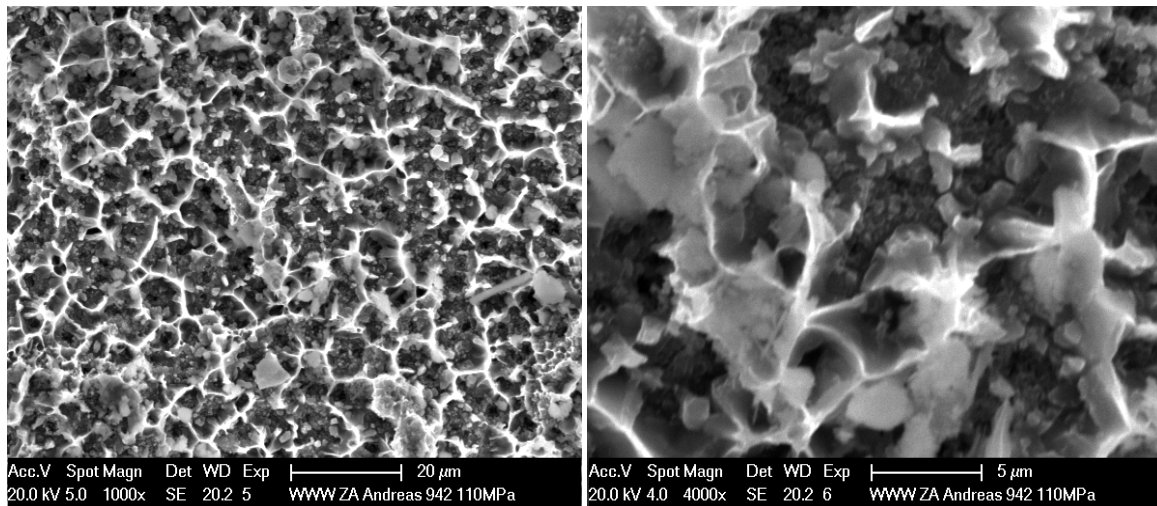


Abbildung 64: REM-Detail 1 der Probe A27A extrudiert bei 110MPa (Nr. 2) und 300°C

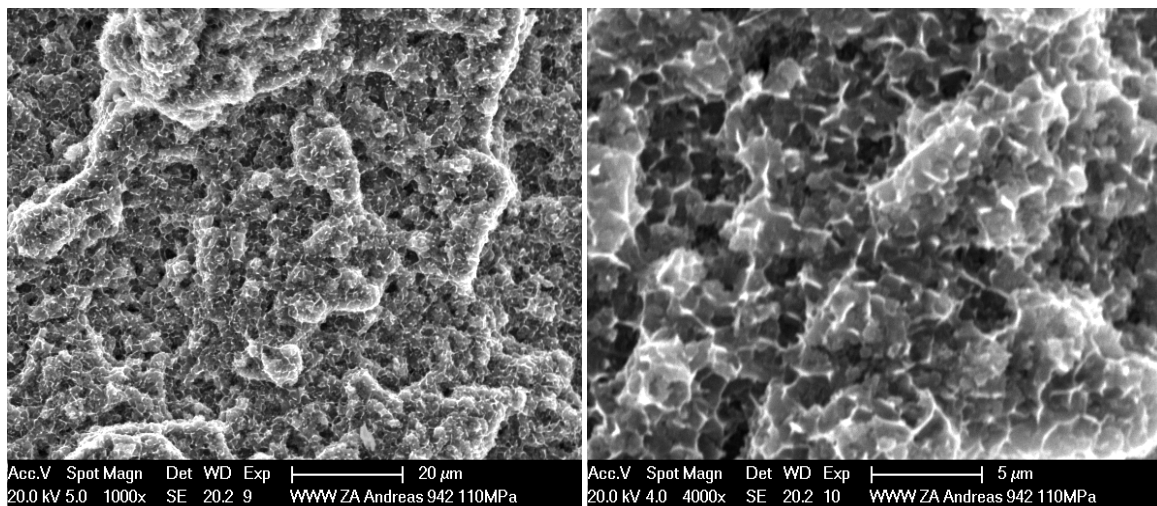


Abbildung 65: REM-Detail 2 der Probe A27A extrudiert bei 110MPa (Nr. 2) und 300°C

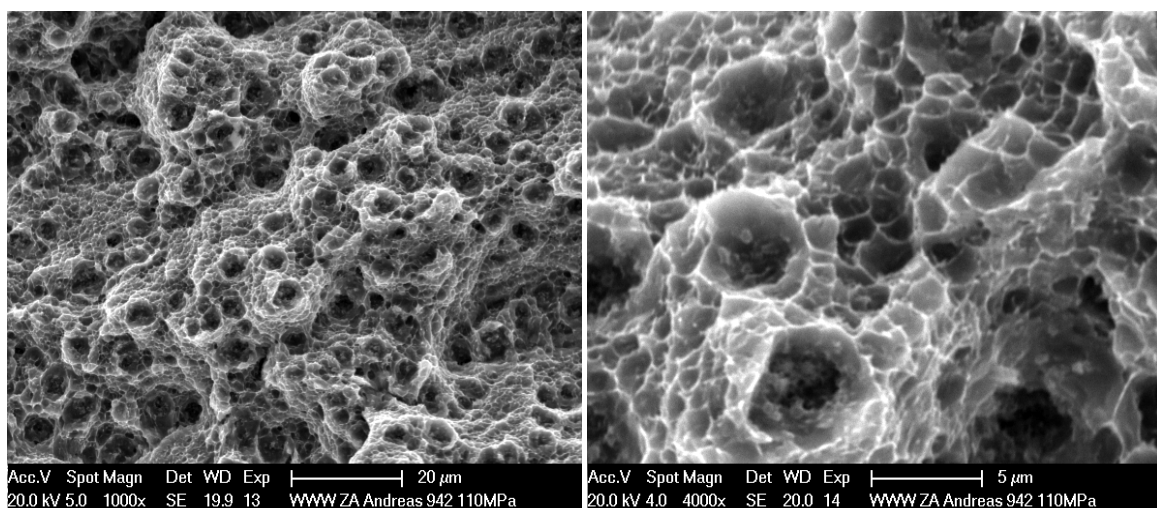


Abbildung 66: REM-Detail 3 der Probe A27A extrudiert bei 110MPa (Nr. 2) und 300°C

Die 3 geprüften Proben der Serie A27A extrudiert mit der nominalen Prüfspannung von 120 MPa fallen betreffend deren Bruchcharakteristik nicht in dieselbe Katego-

rie wie die vorher vorgestellten A27A-Proben mit den nominellen Prüfspannungen von 110 MPa, 100 MPa und 80 MPa mit unterschiedlicher Prüftemperatur. Als Referenz für diese Kategorie dient die A27A-Probe mit 120 MPa (Nr. 3), die in Abbildung 67 dargestellt ist.

Die Struktur im makroskopisch betrachteten Bereich der Normalspannungen, als Detail 1 in Abbildung 68 erkennbar, ähnelt dem Übergangsbereich (Detail 2) der Probe A27A extrudiert mit 110 MPa (Nr. 2) in Abbildung 65. Es sind flache und kleine Waben zu sehen, die zum Teil durch hell umrandete Regionen, den sogenannten Auszugsspitzen, abgegrenzt sind.

Im weiteren Verlauf in Richtung Scherlippen treten die hohen Auszugsspitzen mehr und mehr in den Hintergrund, sodass die Übergänge zwischen den Waben sehr weich erscheinen. Die Waben selbst lassen sich bereits in kleine flache und große tiefe Arten unterteilen, die als Detail 2 in Abbildung 69 zu sehen sind.

An den Scherlippen wiederum ist die klassische Wabenstruktur als Detail 3 in Abbildung 70 ersichtlich. Die Waben haben unterschiedliche Dimensionen und sind unterschiedlich orientiert. In Abbildung 70 sowie auch in Abbildung 69 lassen sich am Grund großer Waben Körner identifiziert, deren Dimensionen jedoch maximal der Hälfte der Korngröße des Materials entsprechen.

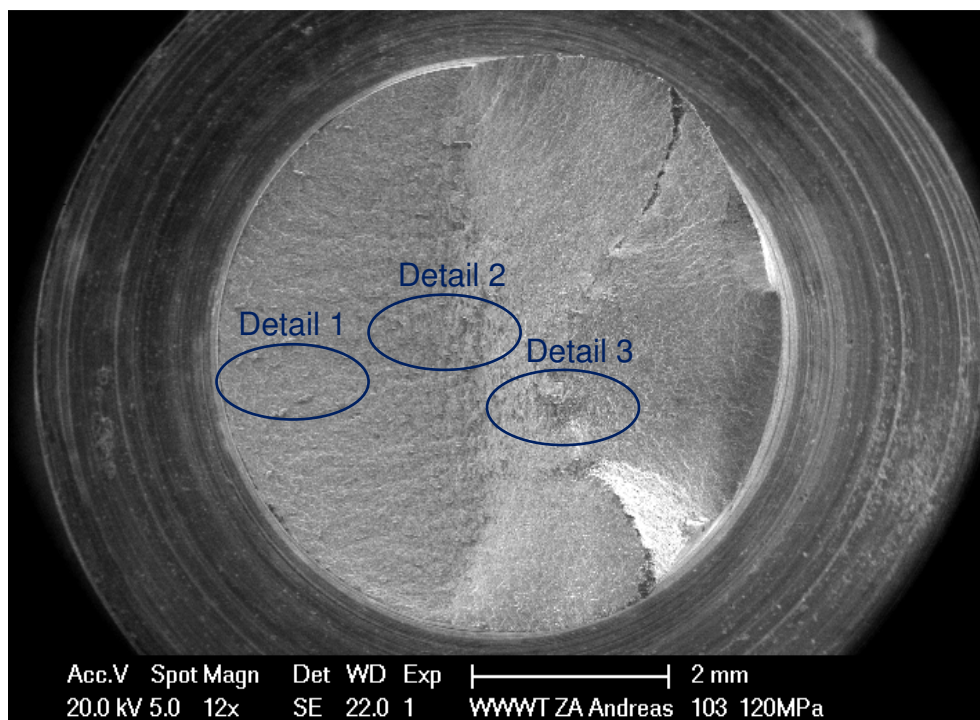


Abbildung 67: REM-Übersicht der Probe A27A extrudiert bei 120MPa (Nr. 3) und 300°C

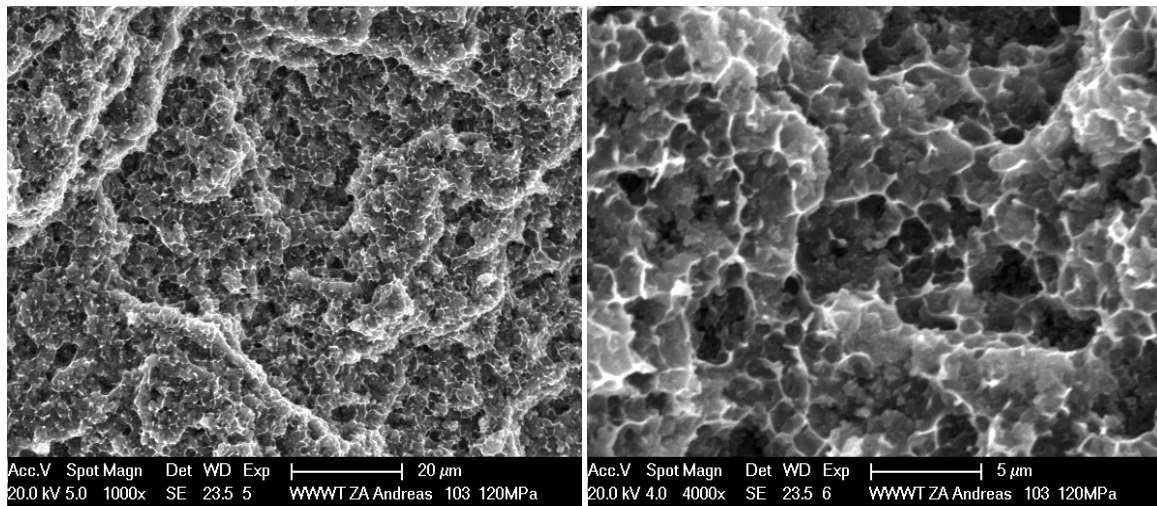


Abbildung 68: REM-Detail 1 der Probe A27A extrudiert bei 120MPa (Nr. 3) und 300°C

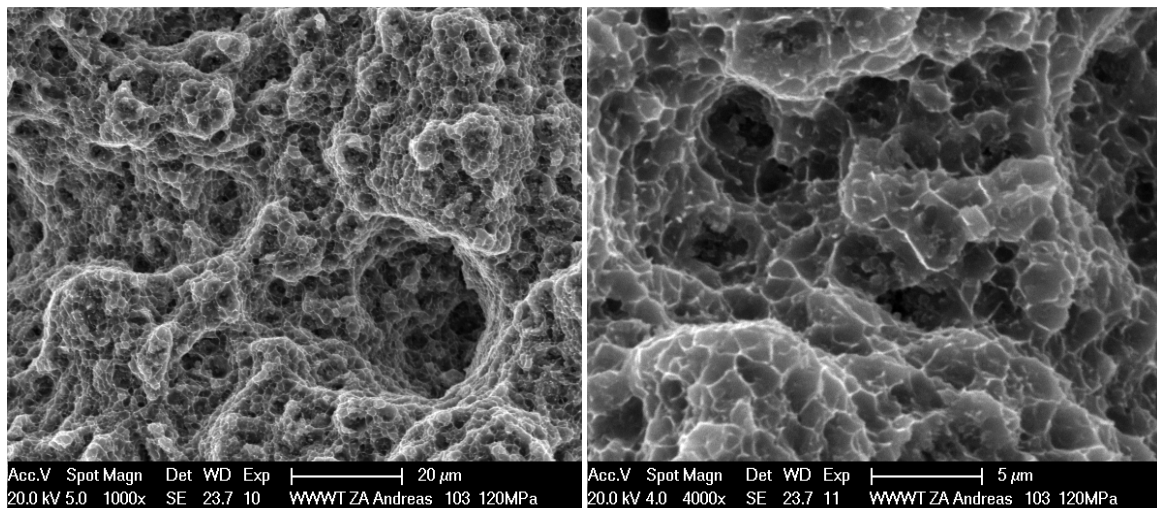


Abbildung 69: REM-Detail 2 der Probe A27A extrudiert bei 120MPa (Nr. 3) und 300°C

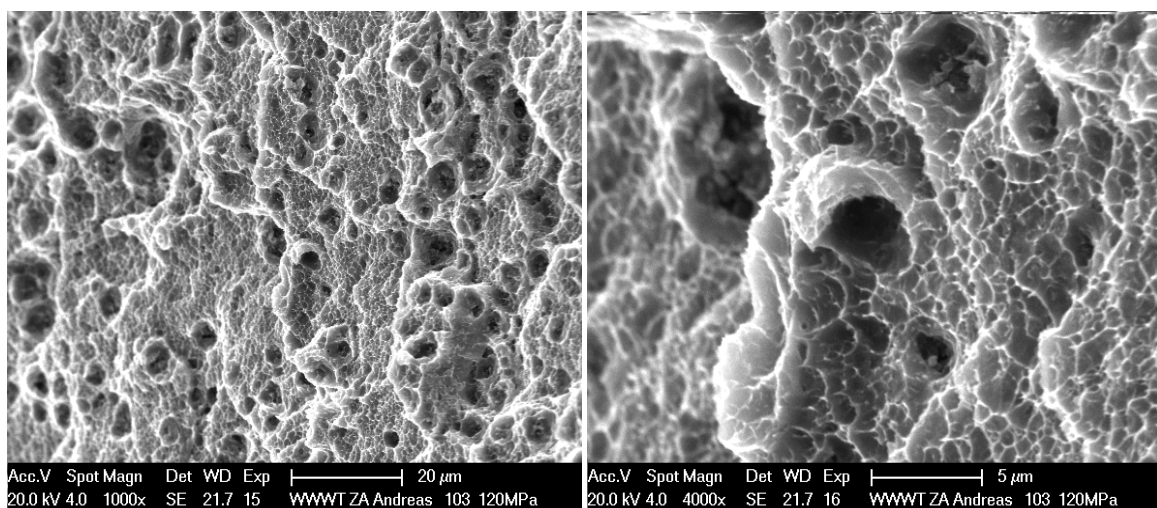


Abbildung 70: REM-Detail 3 der Probe A27A extrudiert bei 120MPa (Nr. 3) und 300°C

Bei 2 von 3 Proben, die bei einer nominellen Prüfspannung von 120 MPa geprüft wurden, zeigten sich tiefe Krater in der Mitte der Bruchfläche, wie in Abbildung 71 zu sehen ist.

Der Krater befindet sich auf einer Art Plateau, der als ein makroskopischer Normalspannungsbereich gilt. Im Krater selbst ist sowohl eine glatte Struktur als auch eine mit Waben übersäte Struktur zu identifizieren, die respektive als dunkelgraue und hellgraue Flächen erkennbar sind. Die hellgraue Fläche ist dabei so orientiert, dass eine nahezu parallele Anordnung zu den Scherlippen ausgemacht werden kann. Des Weiteren sind am Randbereich der Ausbruchsstelle ebenso Waben zu sehen, die als hellgraue Flächen in Erscheinung treten und in Abbildung 72 dargestellt sind.

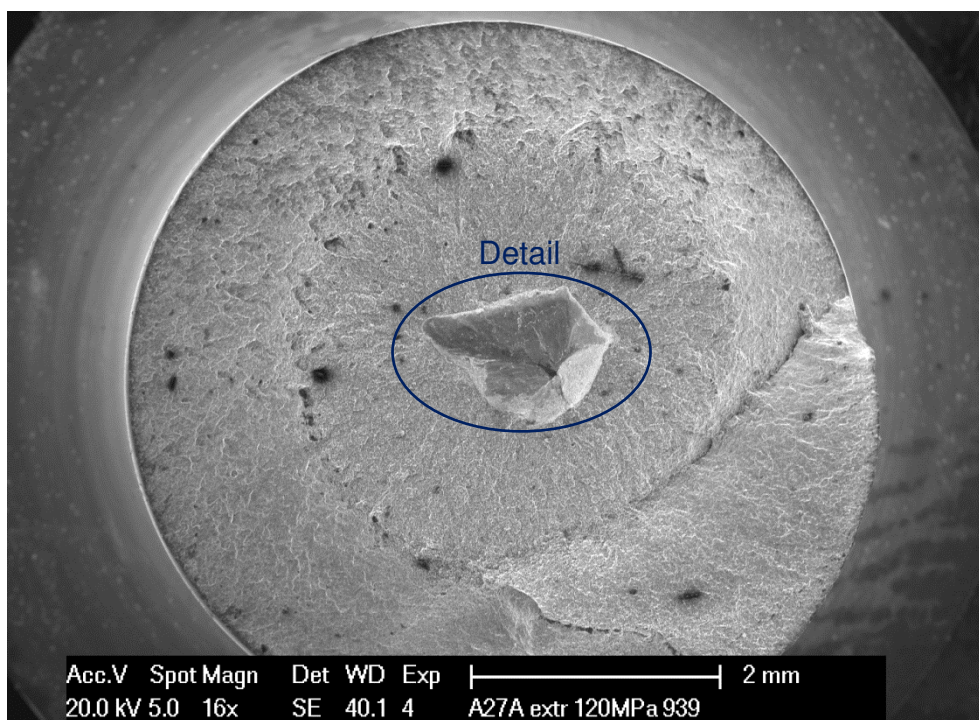


Abbildung 71: REM-Übersicht der Probe A27A extrudiert bei 120MPa (Nr. 1) und 300°C

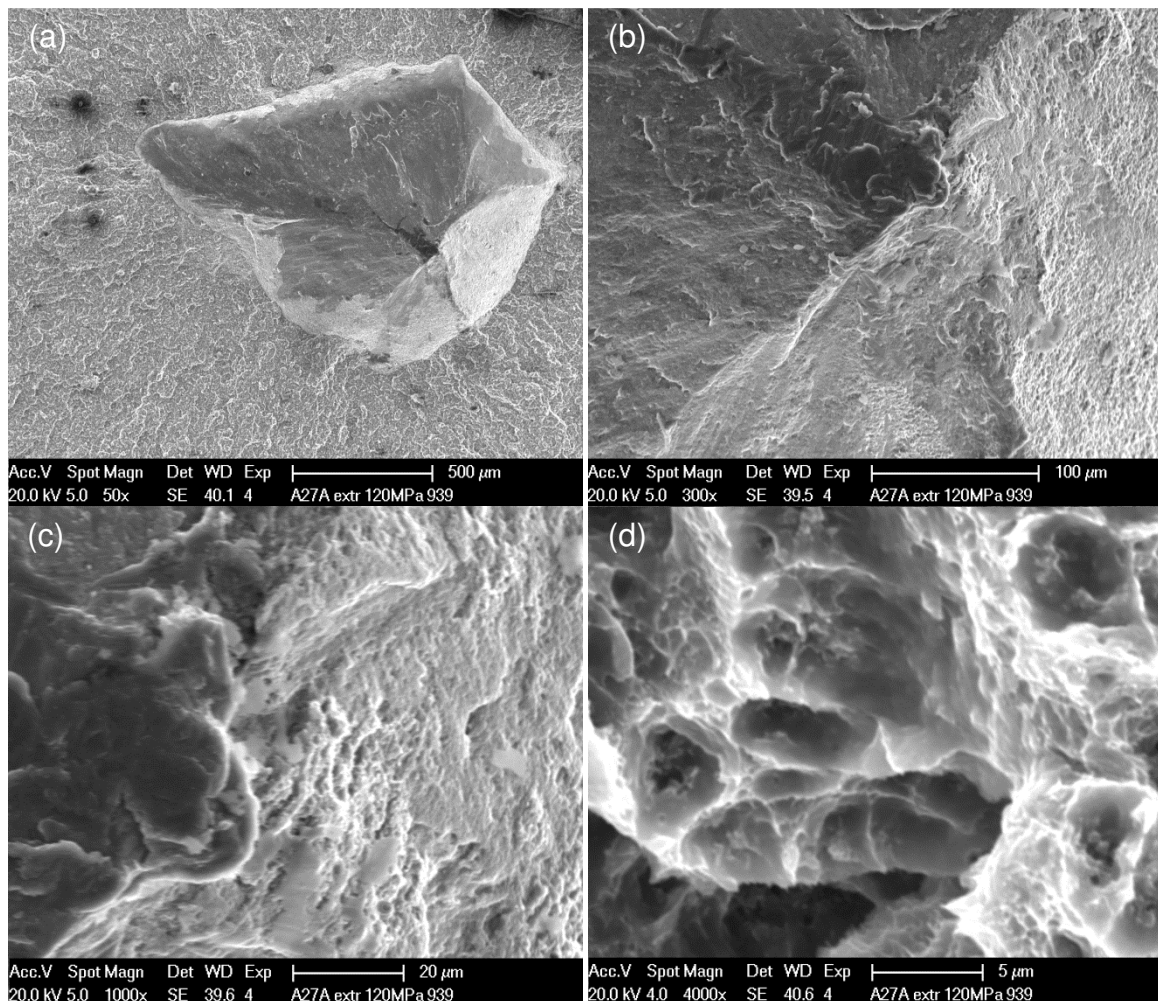


Abbildung 72: REM-Detail der Probe A27A extrudiert bei 120MPa (Nr. 1) und 300°C von (a) nach (d) mit zunehmender Vergrößerung

3.2.2.2 A27A geschmiedet

Bei der Probe der Serie A27A geschmiedet mit einer nominalen Prüfspannung von 80 MPa, dargestellt in Abbildung 73, konnten 3 Bereiche identifiziert werden, die unterschiedliche Bruchstrukturen aufweisen. Die Bruchcharakteristik ist mit den extrudierten A27A-Proben nur bedingt vergleichbar und muss daher einer eigenen Kategorie zugeordnet werden.

Die Bruchtopographie im makroskopischen Normalspannungsbereich ist in Detail 1 der Abbildung 74 zu sehen und ähnelt dem makroskopischen Normalspannungsbereich (Detail 1) der Probe A27A extrudiert mit 120 MPa (Nr. 3) in Abbildung 68 mit Ausnahme der Höhe der Auszugsspitzen. Diese ist im Vergleich geringer, sodass die Waben insgesamt flacher erscheinen. Es kann in diesem Bereich bereits ansatzweise zwischen kleinen flachen und großen tiefen Waben unterschieden werden.

Zudem ist in der Mitte der Probe, als Detail 2 in Abbildung 75 ersichtlich, eine zerrüttete Oberfläche mit abwechselnden Berg- und Talanspragungen erkennbar. Mikroskopisch gesehen ist die Bruchstruktur eine Fortsetzung der Wabenstruktur des Details 1, jedoch mit differentem Aussehen bei geringerer Vergrößerung.

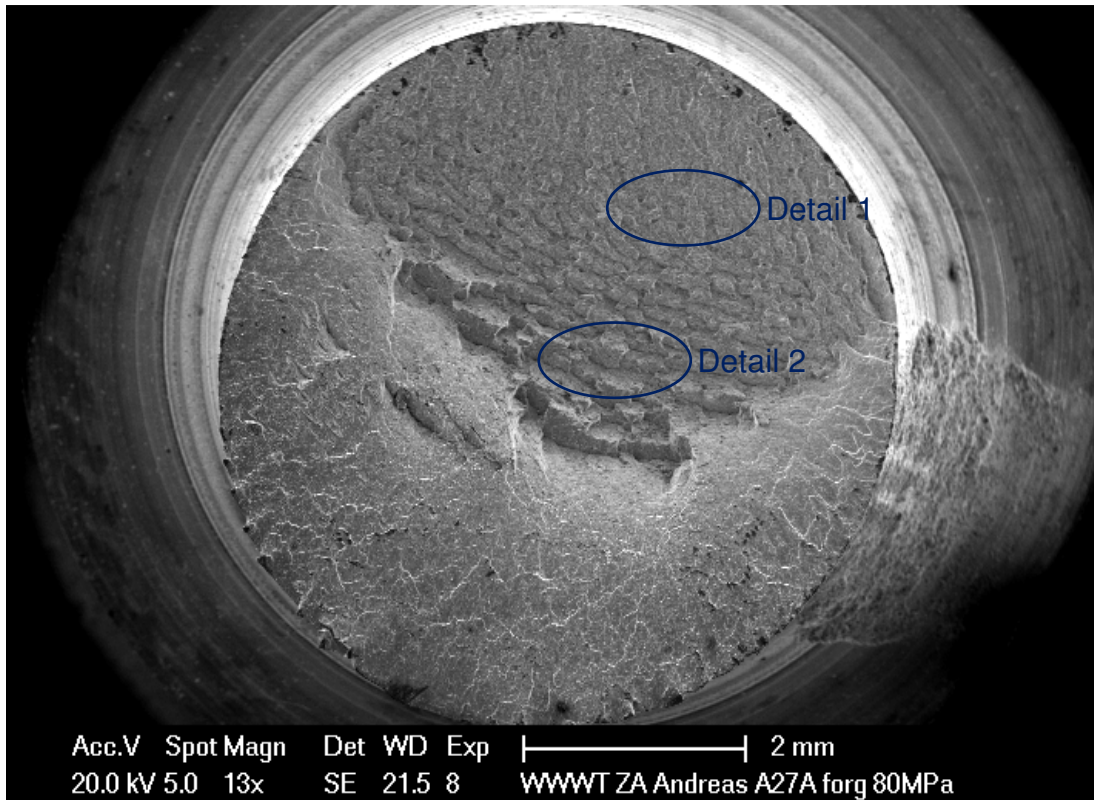


Abbildung 73: REM-Übersicht der Probe A27A geschmiedet bei 80MPa und 300°C

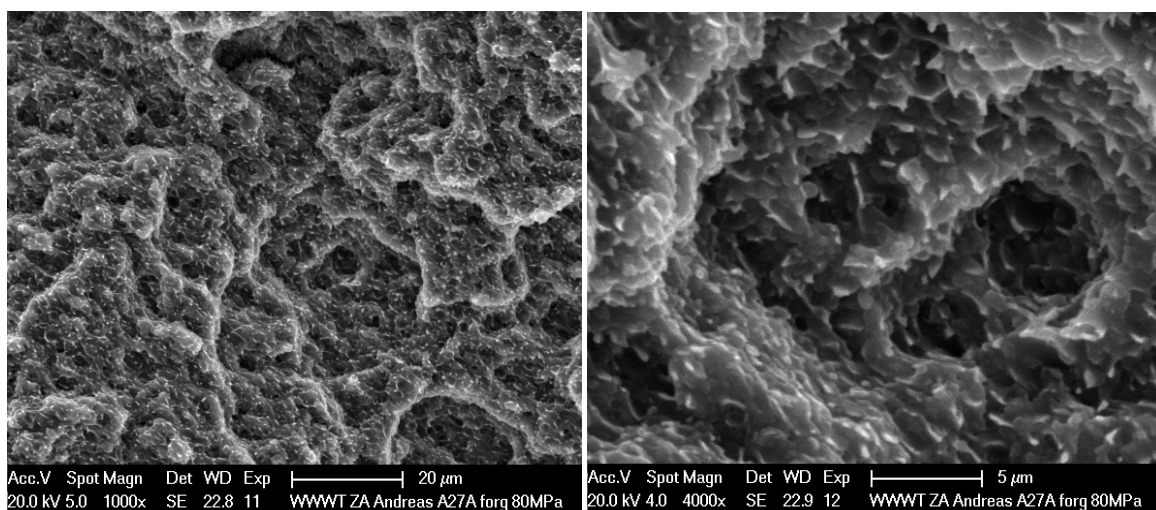


Abbildung 74: REM-Detail 1 der Probe A27A geschmiedet bei 80MPa und 300°C

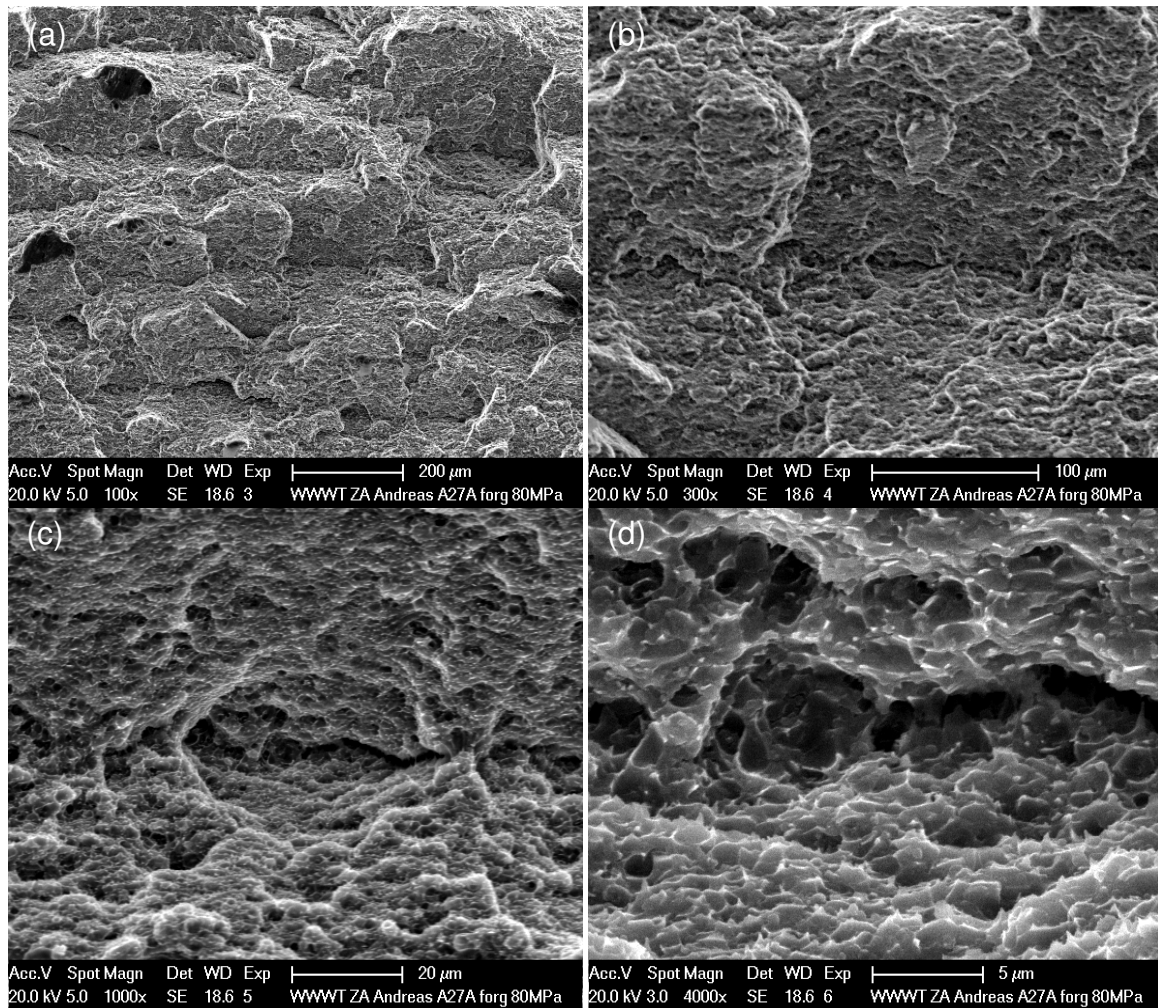


Abbildung 75: REM-Detail 2 der Probe A27A geschmiedet bei 80MPa und 300°C von (a) nach (d) mit zunehmender Vergrößerung

3.3 Längsschliffe

Aufgrund der im Rasterelektronenmikroskop festgestellten unterschiedlichen Bruchcharakteristik und dementsprechender Kategorisierung wurden die ausgewählten A27A-Referenzproben auch einer metallographischen Präparation zugeführt und ausgewertet. Aus Gründen, die bereits in Kapitel 2.4 dargelegt sind, wurden keine Ätzungen an den Proben durchgeführt.

3.3.1 A27A extrudiert

Eine erste Auffälligkeit der Proben der Serie A27A extrudiert mit den nominalen Prüfspannungen von 110 MPa, 100 MPa und 80 MPa bei unterschiedlicher Prüftemperatur, die durch die Probe A27A extrudiert bei 110 MPa (Nr. 2) und einer Prüftemperatur von 300°C in Abbildung 76 repräsentiert werden, ist die ungleichmäßige Porenanzahl pro Fläche. Während die Matrix eine hohe Anzahl von kleinen Poren aufweist, nimmt im Bereich der Bruchfläche die Porenanzahl ab, wo-

hingegen die Dimension der Poren zunimmt. Dies ist in Abbildung 77 an der Bruchfläche links deutlich erkennbar.

Eine Quantifizierung der Poren in Abbildung 78 ergab in der Matrix ungefähr 60 Poren pro 1000 x 1000 Pixel bzw. 5.150 Poren/mm² und in Nähe der Bruchfläche ungefähr 45 Poren pro 1000 x 1000 Pixel bzw. 3.860 Poren/mm². Die Porengrößen in der Matrix lassen sich dabei von ca. 10 Pixeln im Durchmesser bzw. 0,92 µm² Fläche bis ca. 25 Pixeln im Durchmesser bzw. 5,72 µm² Fläche und im Bereich der Bruchfläche sogar bis zu ca. 55 Pixeln im Durchmesser bzw. 27,68 µm² Fläche unter Berücksichtigung einer rundlichen Porenform identifizieren. Das ergibt eine Porenfläche von maximal 2,9% in der Matrix und von maximal 10,7% im Bereich der Bruchfläche.

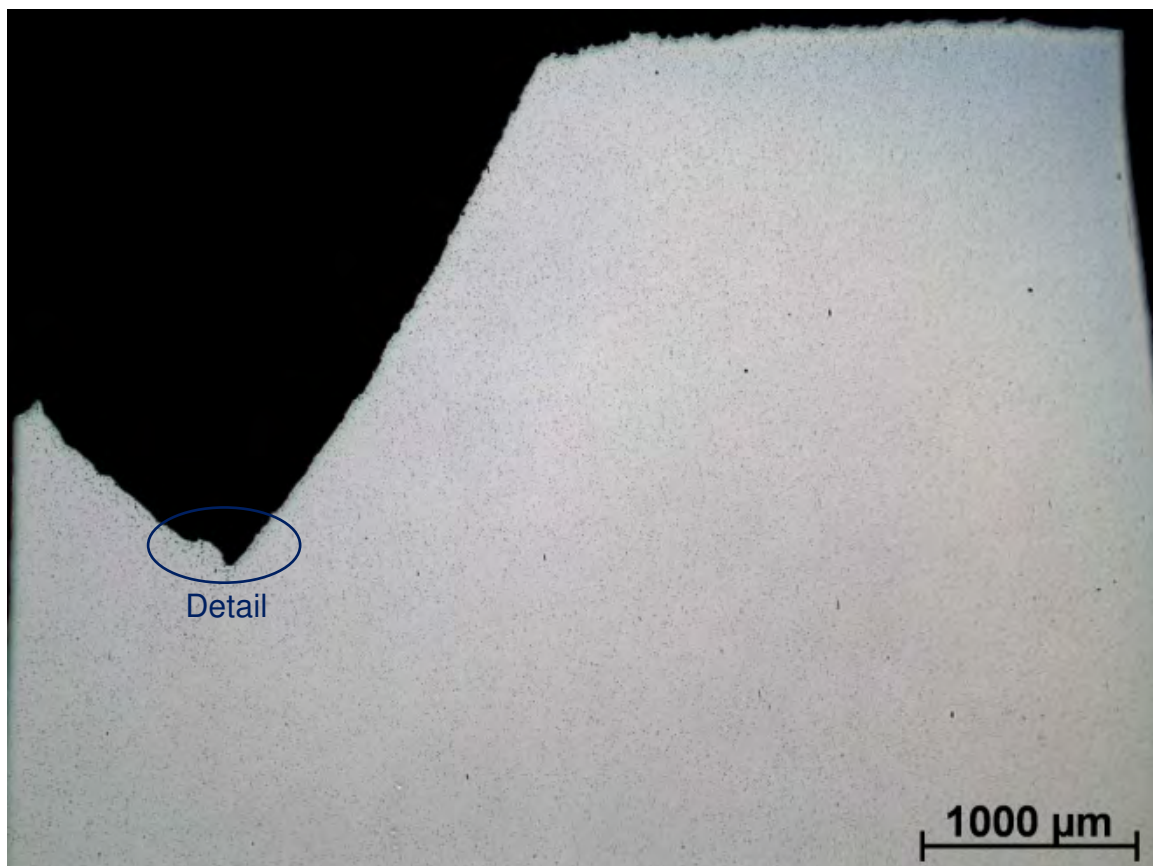


Abbildung 76: LM-Übersicht der Probe A27A extrudiert bei 110MPa (Nr. 2) und 300°C

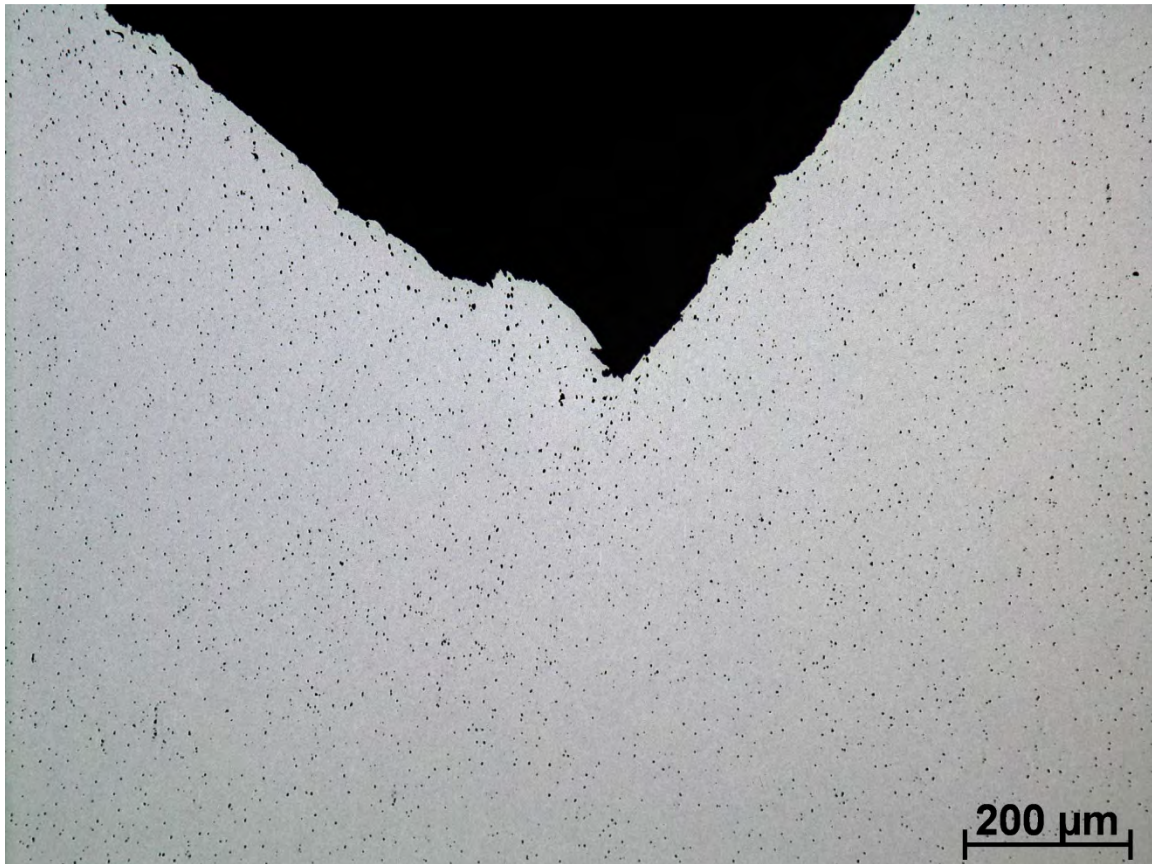


Abbildung 77: LM-Detail der Probe A27A extrudiert bei 110MPa (Nr. 2) und 300°C zum Vergleich der lokalen Porenanzahl

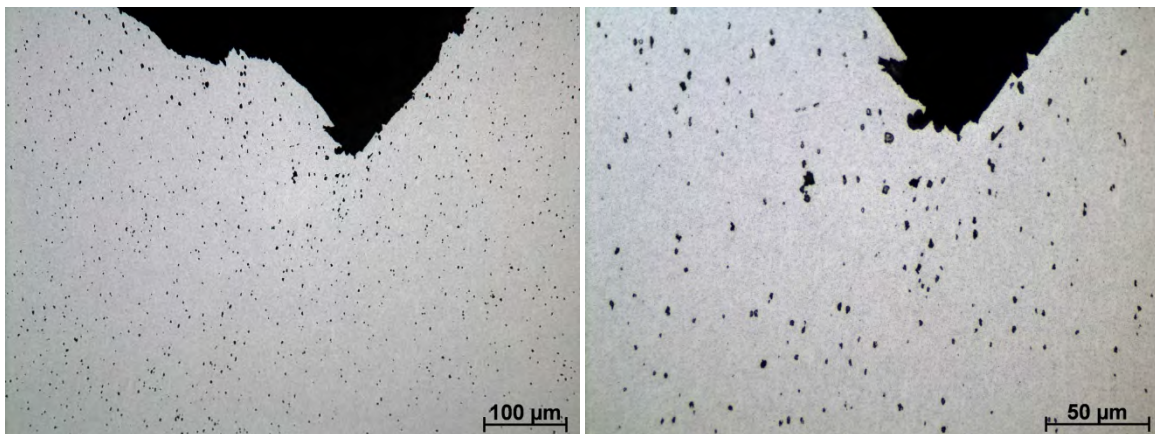


Abbildung 78: LM-Detail der Probe A27A extrudiert bei 110MPa (Nr. 2) und 300°C

Die Probe A27A extrudiert bei 120 MPa (Nr. 3) und einer Prüftemperatur von 300°C, welche als Referenzprobe aller extrudierten A27A-Proben mit einer nominalen Prüfspannung von 120 MPa dient und in Abbildung 79 dargestellt ist, weist im Vergleich mit der extrudierten A27A Probe bei 110 MPa (Nr. 2) auf den ersten Blick etwas kleinere Poren auf.

Das Schlibfbild des makroskopischen Normalspannungsbereich, als Detail 1 in Abbildung 80 zu sehen, lässt keine deutlichen Unterschiede betreffend Porenanzahl

zwischen Matrix und Bruchflächenbereich erkennen. Die Quantifizierung der Poren ergab ungefähr 120 Pixel pro 1000 x 1000 Pixel bzw. 10.230 Poren/mm². Bei genauerer Betrachtung der Porenform ist der überwiegende Teil nicht rundlich, sondern eher eckig und länglich mit zahlreichen Verästelungen, sodass die gefunden Porengrößen von ca. 5 Pixel im Durchmesser bzw. 0,23 µm² Fläche bis ca. 20 x 25 Pixel bzw. 5,83 µm² Fläche reichen.

Bei Vergleich des Details 1 mit dem Detail 2 in Abbildung 81 wird deutlich, dass die Porenanzahl im Bereich des makroskopischen Normalspannungsbereichs wesentlich höher ist. Dies bestätigt die Quantifizierung des Schlibbildes der Scherlippen, die bei ungefähr 35 Poren pro 1000 x 1000 Pixel bzw. 3.000 Poren/mm² liegt. Die Form der Poren lässt sich hauptsächlich als rund bezeichnen und die Porengrößen liegen zwischen 10 Pixeln im Durchmesser bzw. 0,92 µm² Fläche und 30 Pixeln im Durchmesser bzw. 8,24 µm² Fläche.

Das ergibt eine Porenfläche von maximal 6,0% im makroskopischen Normalspannungsbereich und von maximal 2,5% im Bereich der Scherlippen.

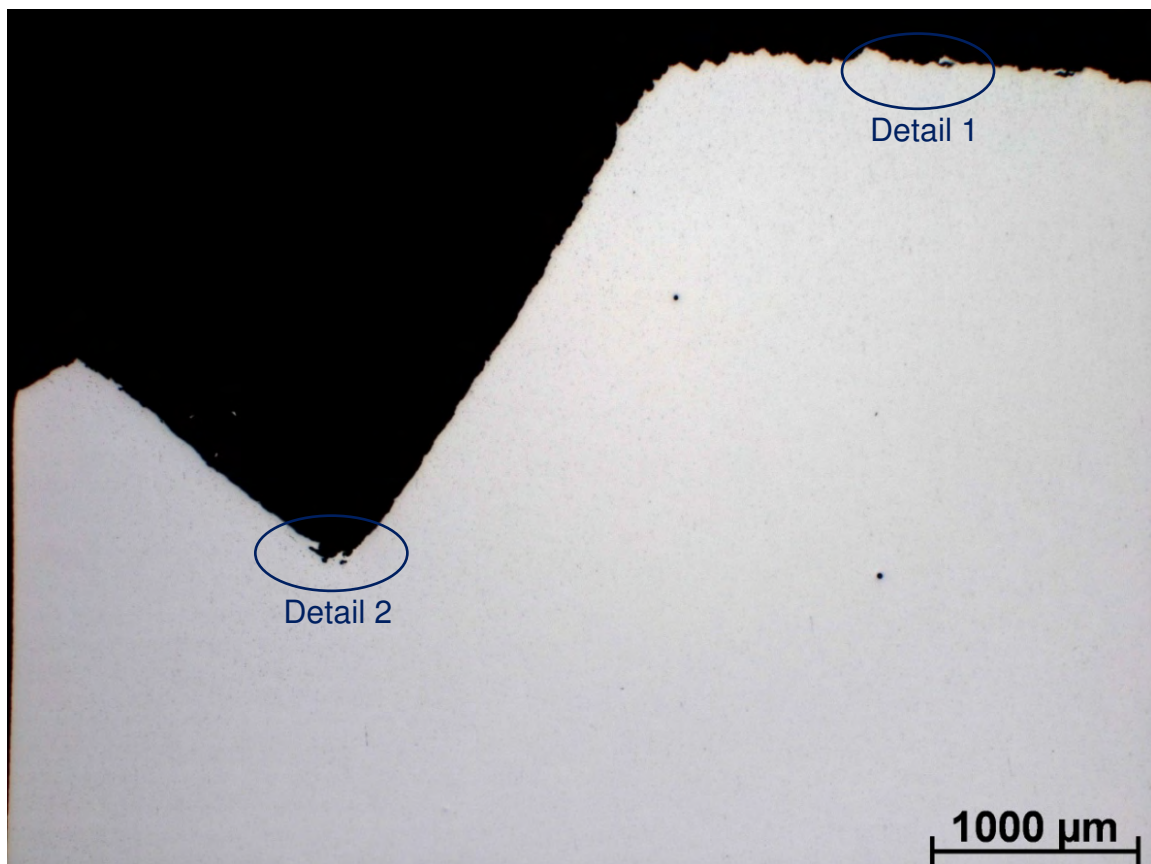


Abbildung 79: LM-Übersicht der Probe A27A extrudiert bei 120MPa (Nr. 3) und 300°C

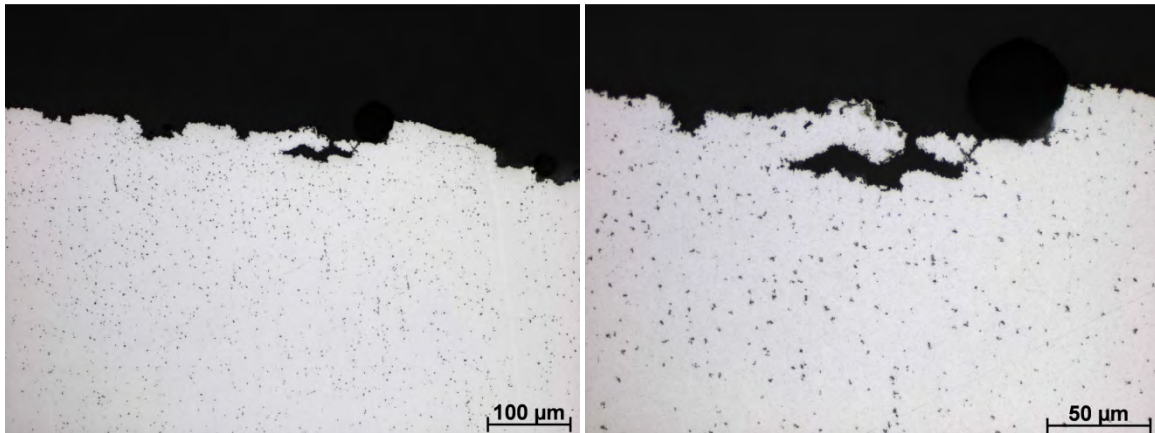


Abbildung 80: LM-Detail 1 der Probe A27A extrudiert bei 120MPa (Nr. 3) und 300°C

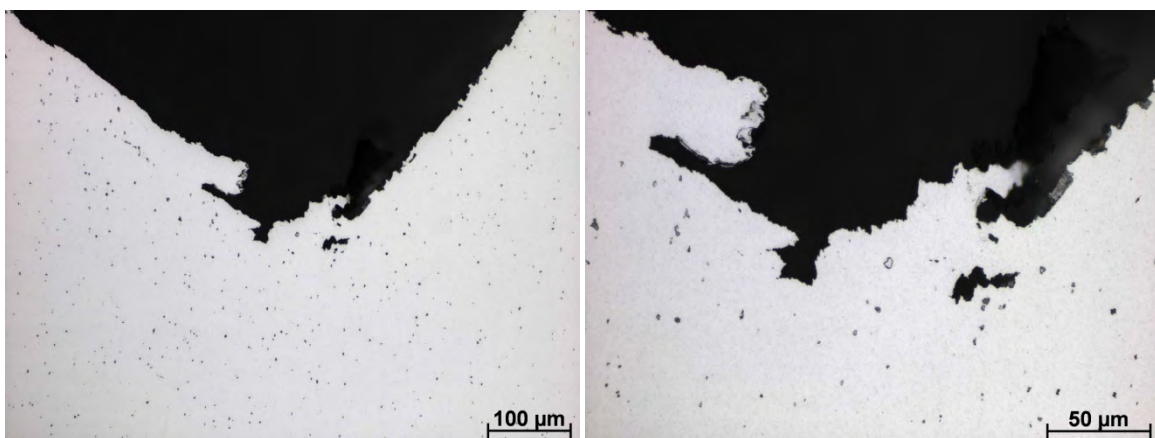


Abbildung 81: LM-Detail 2 der Probe A27A extrudiert bei 120MPa (Nr. 3) und 300°C

3.3.2 A27A geschmiedet

Ein augenscheinliches Unterscheidungsmerkmal im Vergleich der geschmiedeten A27A Probe bei 80 MPa und einer Prüftemperatur von 300°C in Abbildung 82 mit den Proben der Serie A27A extrudiert ist das nahezu porenfreie Gefüge.

Erst im Detail 1 in Abbildung 83 sind einige wenige Poren mit rundlicher Form auszumachen, die bei weiterer Vergrößerung, zu sehen in Abbildung 84, an den Korngrenzen festgestellt werden können. Die Quantifizierung der Poren ergibt jedoch einen Wert von ungefähr 120 Poren pro 1000 x 1000 Pixel bzw. 10.230 Poren/mm². Da die Porengröße aber lediglich zwischen 3 Pixeln im Durchmesser bzw. 0,08 µm² Fläche und 10 Pixeln im Durchmesser bzw. 0,92 µm² Fläche liegt, ist die Identifikation von Poren bei geringerer Vergrößerung nur erschwert möglich. Die maximale Porenfläche beträgt bei den geschmiedeten A27A-Proben daher nur 0,9%.

Ein Unterschied zwischen dem makroskopischen Normalspannungsbereich des Details 1 und des Bereich der Scherlippen des Details 2 in Abbildung 85 betreffend Porenanzahl und Porengröße ist nicht eindeutig zu erkennen.

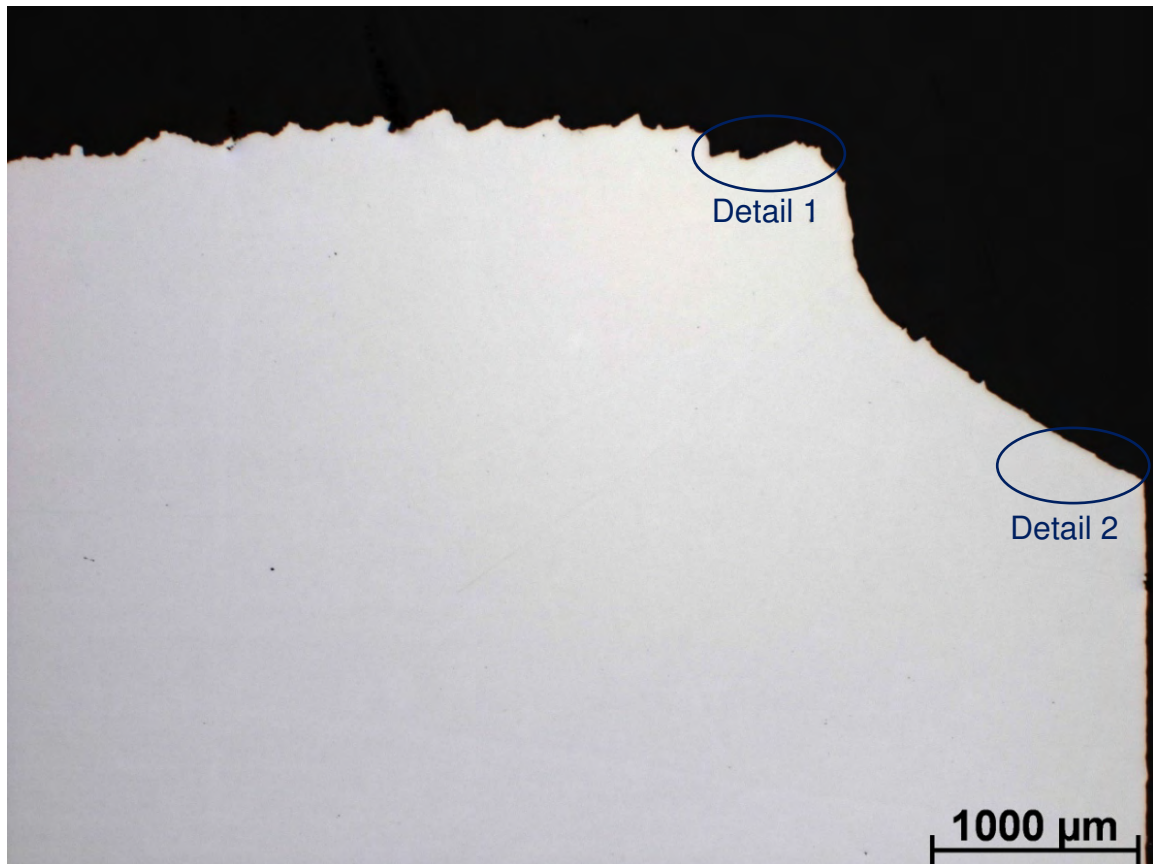


Abbildung 82: LM-Übersicht der Probe A27A geschmiedet bei 80MPa und 300°C

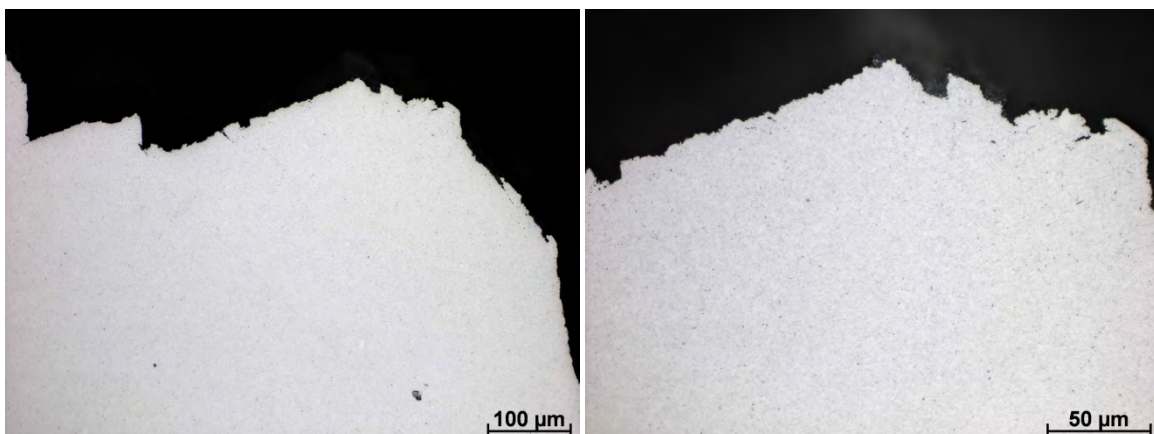


Abbildung 83: LM-Detail 1 der Probe A27A geschmiedet bei 80MPa und 300°C

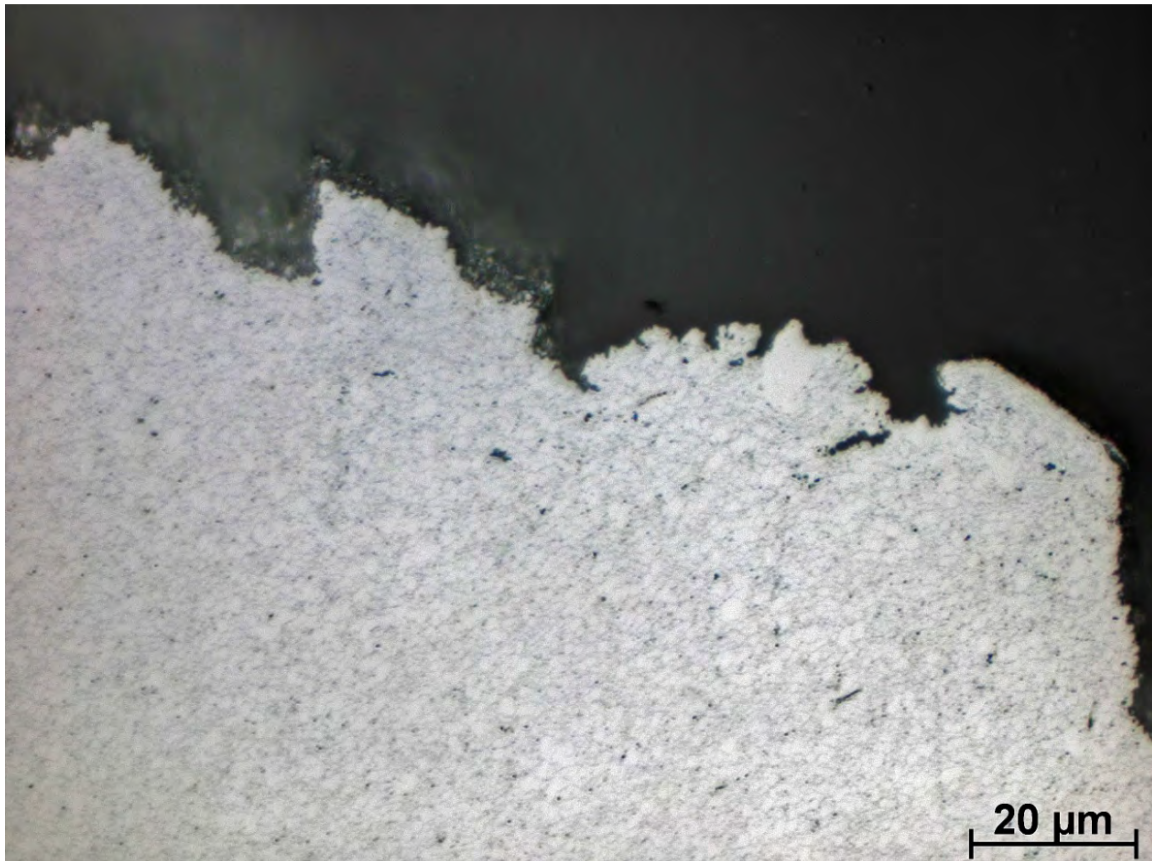


Abbildung 84: LM-Detail 1 der Probe A27A geschmiedet bei 80MPa und 300°C in vergrößerter und überarbeiteter Darstellung zur Akzentuierung der Korngrenzen

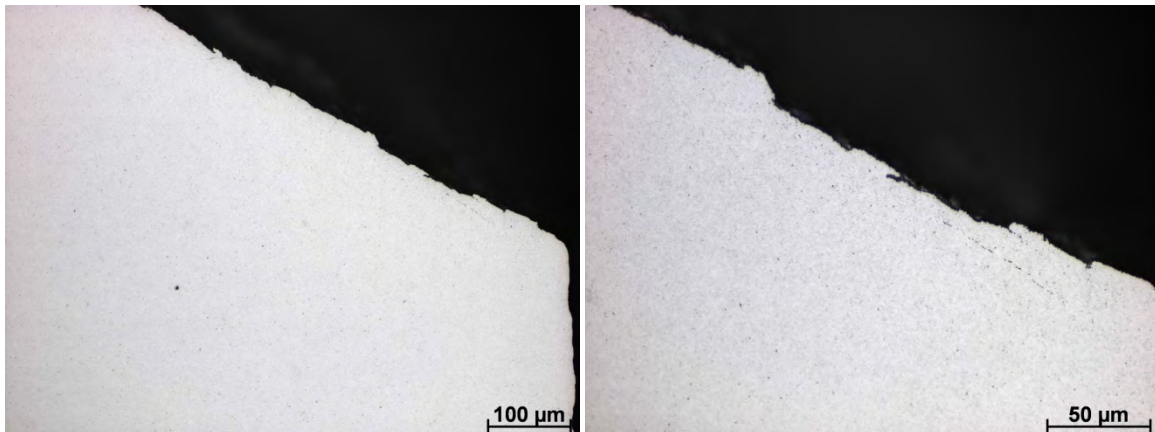


Abbildung 85: LM-Detail 2 der Probe A27A geschmiedet bei 80MPa und 300°C

4 Diskussion der Ergebnisse

Bei einem Vergleich der Ergebnisse dieser Arbeit mit den Karten für Verformungsmechanismen und Bruchmechanismen nach Ashby gilt es zu beachten, dass diese Karten aus Kriechversuchen mit Aluminiumlegierungen resultieren und daher ein Bezug zu pulvermetallurgisch hergestelltem Aluminium nicht eindeutig hergestellt werden kann. [15] Des Weiteren ist, wie auch schon in Kapitel 1.2 erwähnt, die Korngröße des in Ashby's Karten geprüften Aluminiums nicht ident mit der Korngröße des in dieser Arbeit untersuchten Materials. Während Ashby seine Untersuchungen ausschließlich an Aluminium mit einer Korngröße von $10\ \mu\text{m}$ durchführte, haben die A27A-Proben lediglich eine Korngröße von $1,3\ \mu\text{m}$. [15] Aufgrund dessen wird im Folgenden unter Anderem der Schwerpunkt auf die Erarbeitung einer eindeutigen Kategorisierung des Verformungs- und Bruchmechanismus gelegt.

4.1 Interpretation der Kriechkurven und deren Auswertung

Das markanteste Merkmal im Vergleich zwischen den extrudierten und geschmiedeten A27A-Proben ist die geringe wahre Dehnung bei den geschmiedeten A27A-Proben, das im Vergleich der Abbildung 40 und Abbildung 49 ersichtlich ist und auf ein äußerst kriechbeständiges Material hindeutet.

Des Weiteren konnte bei allen geprüften A27A-Proben kein eindeutiges tertiäres Kriechstadium festgestellt werden, das auf die bereits in Kapitel 3.2.1 erwähnten fehlenden Einschnürung zurückgeführt werden kann. Diese Tatsache lässt aus makroskopischer Sicht auf ein sprödes Material schließen.

Der auffällig hohe relative Fehler von nahezu einem Drittel der geschmiedeten A27A-Probe mit $60\ \text{MPa}$ in Tabelle 9 resultiert aus der Erhöhung der Belastung während des Versuchs, sodass der zeitliche Einfluss als manuell manipuliert angenommen werden kann. Durch die reduzierte Versuchszeit ergibt sich ein hoher Grenzwert der Kriechrate $\Delta\varepsilon/\Delta t$, der einen großen Anteil an der erfassten Kriechrate $\dot{\varepsilon}_{\min}$ hat und den relativen Fehler dementsprechend erhöht.

4.2 Interpretation der Bruchflächenanalyse und Längsschliffe

4.2.1 Kategorie I: A27A extrudiert mit 110 MPa, 100 MPa und 80 MPa bei unterschiedlicher Prüftemperatur

Die in Kapitel 3.2 betrachteten Schubspannungsbruchbereiche sind als Scherlippen bekannt, wohingegen Normalspannungsbruchbereiche üblicherweise mit Sprödbbruch in Verbindung gebracht werden. [10] Die fehlende Einschnürung bei allen Proben würde den Schluss zulassen, dass es sich um einen Sprödbbruch handelt. [25]

Unter mikroskopischer Betrachtung der Bruchtopographie der extrudierten A27A-Probe bei 110 MPa (Nr. 2) kann vorerst die These eines aufgetretenen mikroduktilen Bruchs beim untersuchten Material nicht untermauert werden. Im Allgemeinen treten bei Aluminiumlegierungen Waben nur unter Schubbeanspruchung als typisches Merkmal eines duktilen Bruchs auf. [25] Unter diesen Umständen könnte unter mikroskopischer Betrachtung die Bezeichnung eines Normalspannungsbereichs in Frage gestellt werden, da sich Waben durch die Abscherung stets an der Schubspannung orientieren, die beispielsweise als Reisswaben oder Schubwaben bekannt sind. [10] Im Falle des geprüften Materials jedoch ist eine gesonderte Beurteilung zu wählen, da es sich um pulvermetallurgisch hergestelltes Aluminium unter Kriechbeanspruchung handelt. Die Bezeichnung des Normalspannungsbereichs ist makroskopisch und mikroskopisch zutreffend, da die Waben des geprüften Materials betrachtet an ihren Auszugsspitzen nahezu orthogonal zur Bruchoberfläche orientiert sind, sodass sich ein Einfluss von Schubspannungen weitgehend ausschließen lässt. Das Dilemma ist nun, dass es sich in Anbetracht von reinen Normalspannungen um einen Sprödbbruch handeln sollte, auf der anderen Seite jedoch die Waben auf einen duktilen Bruch hindeuten. Rösler identifizierte in seiner Arbeit dieselbe Bruchtopographie und beschreibt diese als Grübchenstruktur (Waben) im Normalspannungsbereich, wobei der Grübchendurchmesser mit steigender Kriechrate abnimmt. [26] Diese Beobachtung trifft auch auf die geprüften A27A-Proben zu. Zusammenfassend kann daher die behandelte Bruchtopographie als eine typische beim Kriechen auftretende Struktur für pulvermetallurgisch hergestelltes Aluminium beschrieben werden, die lediglich unter Normalspannungen auftritt.

Im Übergangsbereich der extrudierten A27A-Probe bei 110 MPa (Nr. 2) zwischen Normalspannungsbereich und Scherlippen werden die Normalspannungen bereits

von Schubspannungen begleitet, sodass die Belastung auf die Körner nicht mehr nur eindimensional wirkt und sich eine spezielle Wabenstruktur ausbildet. Diese Bruchstruktur ist der im makroskopisch identifizierten Normalspannungsbereich der extrudierten A27A-Probe bei 120 MPa (Nr. 3) sehr ähnlich. Es kann eine Bruchstruktur ausgehend von sogenannten Kavernenporen (round-type) angenommen werden, die sich aufgrund Diffusionsprozesse an den Korngrenzen sammeln und zu interkristallinem Kriechbruch führen. [5] Aufgrund der vorgefundenen Körner am Grund der Waben erscheint diese Annahme plausibel. [26]

Die Untersuchung der extrudierten A27A-Probe bei 110 MPa (Nr. 2) im Lichtmikroskop lässt jedoch keine eindeutige Porenklassifizierung, also ob Kavernenporen oder sogar Keilporen an Korngrenzen gebildet wurden, zu. Zahlreiche Versuche den Schliff per Ätzung aufzubereiten, um die Korngrenzen zu akzentuieren, waren nicht erfolgreich. Hinsichtlich der Porenform kann aber von Kavernenporen ausgegangen werden. Die Analyse des Schliffs zeigt eine veränderte Porenanzahl nahe den Bruchflächen im Vergleich zur Matrix. Während die Porenanzahl im Bereich der Bruchfläche abnimmt, steigt die Porengröße, das auf Diffusion von Leerstellen über genügend lange Zeit sowie der Aggregation zu Kavernenporen zurückgeführt werden kann. [27]

4.2.2 Kategorie II: A27A extrudiert mit 120 MPa

Die Analyse der extrudierten A27A-Probe bei 120 MPa (Nr. 3) lässt erkennen, dass der makroskopisch identifizierte Normalspannungsbereichs keine typische Bruchstruktur mit hohen und massiven Auszugsspitzen orthogonaler Orientierung aufweist. Mikroskopisch betrachtet kann daher von einwirkenden Schubspannungsanteilen ausgegangen werden, welche die Bruchstruktur wie im Übergangsbereich der extrudierten A27A-Probe bei 110 MPa (Nr. 2) aussehen lassen. Es kann somit festgehalten werden, dass bei den A27A-Proben mit einer nominalen Prüfspannung von 120 MPa kein reines Normalspannungsbruchregime vorherrschend ist. Durch zunehmende Schubspannungsanteile ist im Übergangsbereich bereits eine Wabenstruktur deutlich erkennbar, dessen Ausprägung sich im Bereich der Scherlippen insofern verändert, dass zweifellos Schubwaben identifiziert werden können.

Die Untersuchung der extrudierten A27A-Probe bei 120 MPa (Nr. 3) im Lichtmikroskop offenbart eine homogenere Verteilung von Poren im Vergleich zur extru-

dierten A27A-Probe bei 110 MPa (Nr. 2), wobei jedoch geringere Porendimensionen sowie eine geringere Porenanzahl festgestellt werden konnten. Die Ursache dafür dürfte in der kürzeren Versuchszeit liegen, sodass nicht ausreichend Zeit zur Diffusion vorhanden war um einen erheblichen Einfluss auf Porengröße und Porenanzahl auszuüben.

Bei einigen extrudierten A27A-Proben mit einer nominalen Prüfspannung von 120 MPa wurde ein Krater in der Mitte der Bruchfläche festgestellt, der in Abbildung 71 dargestellt ist. Da die Bruchflächen im Krater teilweise mit typischen Scherwaben bedeckt sind und der Rest einem transkristallinen Sprödbbruch ähnelt, jedoch bei genauerer Betrachtung es sich um sehr flache und verformte Waben handelt, würde eine Zuordnung in die Kategorie Duktilbruch passend erscheinen. [25] Bei der extrudierten A27A-Probe bei 120 MPa (Nr. 1) würde diese Zuordnung auch zutreffen, da die Versuchszeit lediglich 10 h betrug. Im anderen Fall jedoch trat der Bruch nach 113 h ein, wobei ein typisches Merkmal des Kriechens, also die Entstehung von Risskeimen in der gesamten Matrix, zu beobachten war. [5] Hinsichtlich dessen kann von einem transkristallinen Kriechbruch ausgegangen werden. [5] Der Kraterboden scheint dabei der Bruchausgang zu sein, sodann der Bruch ausgehend von der hellgrauen Fläche, welche die typischen Scherwaben zeigt, in paralleler Richtung fortschreitet. An den gegenüberliegenden Flächen kommt es dadurch zu einer sehr starken Verformung der Waben durch Abscherung.

4.2.3 Kategorie III: A27A geschmiedet

Die Bruchtopographie der geschmiedeten A27A-Probe bei 80 MPa könnte bei flüchtiger Begutachtung mit einem Schwingbruch verwechselt werden. Es ist eine zerklüftete Oberfläche in der Mitte der Bruchfläche zu erkennen, die darauf schließen lässt, dass die Beanspruchungsrichtung beim Schmieden in vertikaler Richtung hinsichtlich Abbildung 73 erfolgte. Die Rissausbreitung folgte dabei der dadurch entstandenen Textur, sodass ein treppenförmiger Bruchverlauf resultierte. Eine Verifizierung dieses Phänomens müsste durch weitere Versuche erfolgen.

Die Untersuchung der geschmiedeten A27A-Probe bei 80 MPa im Lichtmikroskop ergab eine Ansammlung von Poren größerer Dimension an der Bruchfläche, wohingegen in der Matrix viele kleine Poren zu erkennen sind. Aufgrund der Form liegt die Vermutung nahe, dass es sich wiederum um Kavernenporen handelt und daher ein interkristalliner Kriechbruch sehr wahrscheinlich Bruchursache war. [5]

Lokale Unterschiede von Porenanzahl und Porengröße konnten ebenso festgestellt werden, die auf dieselbe Ursache wie bei der extrudierten A27A-Probe bei 110 MPa (Nr. 2) zurückgeführt werden kann.

Weitere Auffälligkeit bei der Untersuchung mit dem Lichtmikroskop sind die gut akzentuierten Korngrenzen in Abbildung 84, welche lediglich unter Anwendung des letzten Polierschrittes „MD-Chem“ mit der Suspension „OP-U“ für 5 min erfolgte. Bei den geschmiedeten A27A-Proben ist offensichtlich eine zusätzliche Ätzung nicht erforderlich und auch nicht zielführend, wie Abbildung 39 zeigt, wohingegen bei den extrudierten A27A-Proben die Korngrenzen nach dem letzten Polierschritt über 5 min nicht sichtbar wurden und eine andere Untersuchungsmethode zur Feststellung von Korngrenzen gewählt werden sollte.

4.2.4 Zusammenfassung der Untersuchungen

Allgemein kann davon ausgegangen werden, dass die Wabentiefe Auskunft über die Festigkeit des Materials gibt. Je tiefer die Waben, umso duktiler ist das Material. Des Weiteren sind eine hohe Anzahl an Grenzflächenporen und Gitterfehler für eine hohe Dichte von großen Waben verantwortlich, da Hohlräume als Keimbildungsstellen bei Applizieren einer Belastung agieren. Bei Beobachtung von geringeren Dichten von großen Waben ist anzunehmen, dass weniger Keimbildungsstellen im Material vorhanden sind, es daher weniger fehlerhaft hinsichtlich Hohlräume ist und daher einen besseren Zusammenhalt des Gefüges verspricht. [28] Ein Vergleich zwischen extrudierten und geschmiedeten A27A-Proben hinsichtlich der Wabenform offenbart eine sehr viel geringere Dichte an tiefen und großen Waben bei der geschmiedeten A27A-Probe sowie eine zeilenweise Anordnung von tiefen Waben in einem klar abgegrenzten Bereich, das offensichtlich auf den Herstellprozess zurückzuführen ist. Aufgrund dieser Beobachtung lässt sich annehmen, dass die geschmiedeten A27A-Proben eine höhere Festigkeit und in Folge eine höhere Kriechbeständigkeit aufweisen müssten.

4.3 Verformungs- und Bruchmechanismenkarten

In welchem Bereich auf den Karten von Ashby die geprüften A27A-Proben liegen, kann durch Errechnen der normalisierten Temperaturen T/T_m in K unter Berücksichtigung der Schmelztemperatur T_m von 933 K (660°C) sowie durch Errechnen der normalisierten Zugspannungen σ_A/E und Schubspannungen τ/G ermittelt werden. [15] Die Berechnung der normalisierten Schubspannung erfolgt dabei mittels

der Beziehung (1.1) und (1.2) unter Berücksichtigung der Querkontraktionszahl bzw. Poissonzahl ν von 0,33. Bei Raumtemperatur beträgt der E-Modul der extrudierten A27A-Proben 72 GPa und der E-Modul der geschmiedeten A27A-Proben 67 GPa, wobei dieser bei steigender Temperatur abnimmt. [21, 22] Die E-Moduli der beiden A27A-Serien für die jeweiligen Prüftemperaturen sind neben den normalisierten Werten in Tabelle 12 und Tabelle 13 gelistet.

Tabelle 12: Normalisierte Werte in unterschiedlicher Kombination von Spannung und Temperatur in Anlehnung an die abgeschlossenen Kriechversuche der Serie A27A extrudiert. * E-Modul von 38 GPa durch Extrapolation bestimmt.

σ_A [MPa]	T [K]	τ [MPa]	E-Modul [GPa]	Schubmodul [GPa]	σ_A/E	τ/G	T/T _m [K]
80	773	46	38 *	14,3	2,11E-3	3,22E-3	0,83
80	673	46	45	16,9	1,78E-3	2,72E-3	0,72
80	623	46	48	18,0	1,67E-3	2,56E-3	0,67
100	573	58	52	19,5	1,92E-3	2,97E-3	0,61
110	573	64	52	19,5	2,12E-3	3,28E-3	0,61
120	573	69	52	19,5	2,31E-3	3,54E-3	0,61

Tabelle 13: Normalisierte Werte in unterschiedlicher Kombination von Spannung und Temperatur in Anlehnung an die abgeschlossenen Kriechversuche der Serie A27A geschmiedet

σ_A [MPa]	T [K]	τ [MPa]	E-Modul [GPa]	Schubmodul [GPa]	σ_A/E	τ/G	T/T _m [K]
50	573	29	57	21,4	0,88E-3	1,36E-3	0,61
60	573	35	57	21,4	1,05E-3	1,64E-3	0,61
70	573	40	57	21,4	1,23E-3	1,87E-3	0,61
80	573	46	57	21,4	1,40E-3	2,15E-3	0,61

Bei Eintragung der normalisierten Werte der untersuchten A27A-Proben in die Karte der Verformungsmechanismen von reinem Aluminium mit einer Korngröße von 10 μm , wie in Abbildung 86 dargestellt, würde für nahezu alle A27A-Proben angenommen werden können, dass der Mechanismus des Versetzungskriechens (Power law creep) dominierend ist. Genauer betrachtet würden sich Werte hauptsächlich im Grenzbereich zwischen Niedrig- und Hochtemperatur des Versetzungskriechens befinden, sodass der vorherrschende Mechanismus für die extrudierten A27A-Proben als Versetzungskerndiffusion und für die geschmiedeten

A27A-Proben als Volumendiffusion angenommen werden kann. Außerdem müsste im Norton-Diagramm eine Nichtlinearität sichtbar werden, da dieser Bereich bereits das Versagen des Kriechgesetzes nach Norton (Power law breakdown) kennzeichnet. Die extrudierte A27A-Probe, welche bei einer Temperatur von 500°C geprüft wurde, befindet sich bereits im Bereich der dynamischen Rekristallisation.

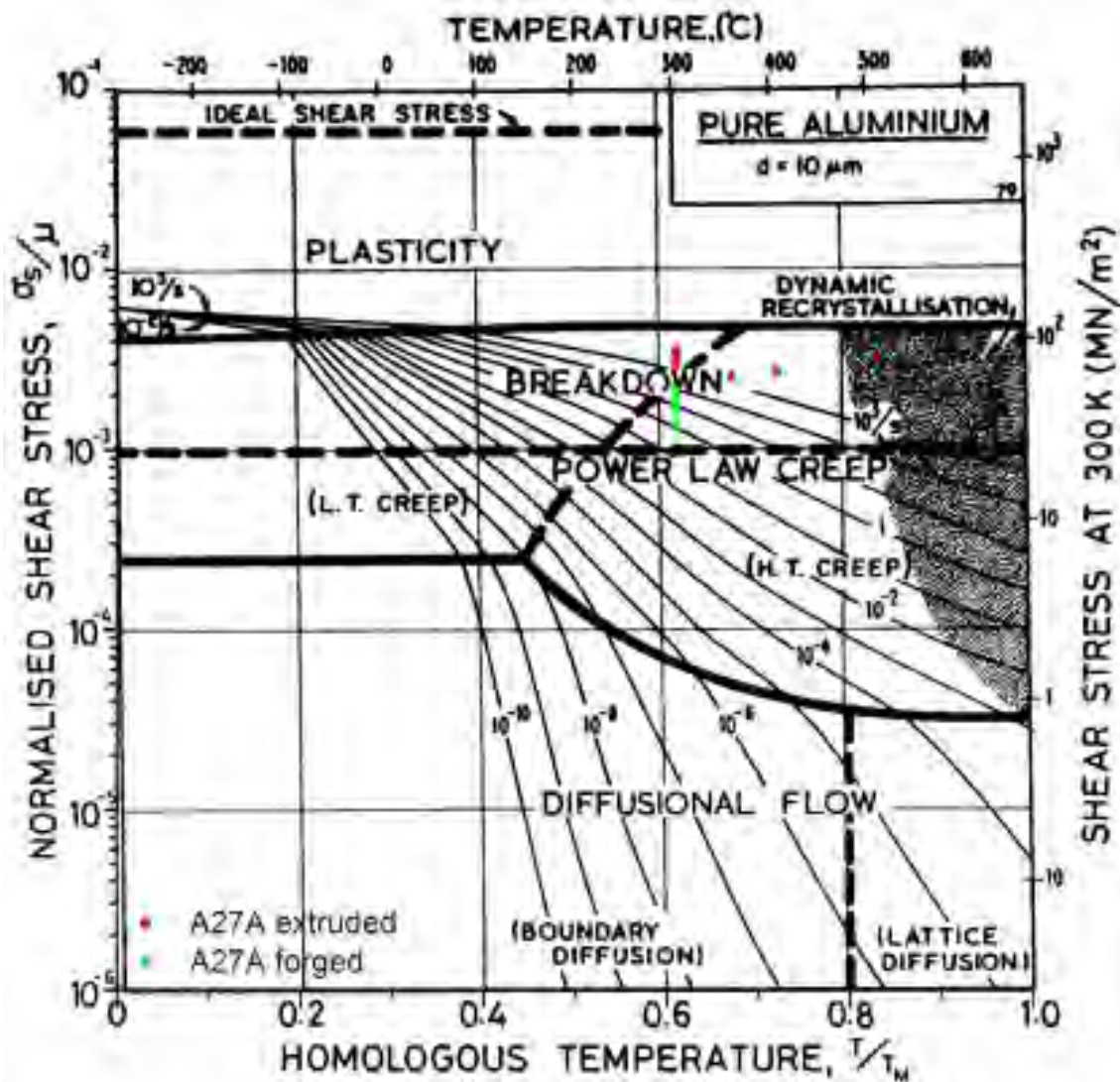


Abbildung 86: Karte der Verformungsmechanismen für reines Aluminium mit 10 µm Korngröße nach Ashby ergänzt um die Werte der A27A-Proben, adaptiert von [3]

Bei Eintragung der normalisierten Werte der A27A-Proben in die Karte für Bruchmechanismen von hochreinem Aluminium (99,9%), in Abbildung 87 zu sehen, wäre anzunehmen, dass der Bruchmechanismus auf einen duktilen transkristallinen Bruch oder aber bereits auf einen Bruch mit dynamischer Rekristallisation beruht. Ausgenommen dabei sind die extrudierten A27A-Proben, welche bei höheren Temperaturen als 350°C oder mit höheren Spannungen als 100 MPa geprüft wur-

den, die in den dynamischen Bruchbereich fallen. Wohingegen bei Eintragung der normalisierten Werte der A27A-Proben in die Karte für Bruchmechanismen von kommerziell reinem Aluminium (99,3%), in Abbildung 88 dargestellt, ausschließlich der duktile transkristalline Bruch als möglicher Bruchmechanismus in Frage kommen würde. Die extrudierte A27A-Probe, welche bei einer Temperatur von 500°C geprüft wurde, fällt jedoch eindeutig in den dynamischen Bruchbereich.

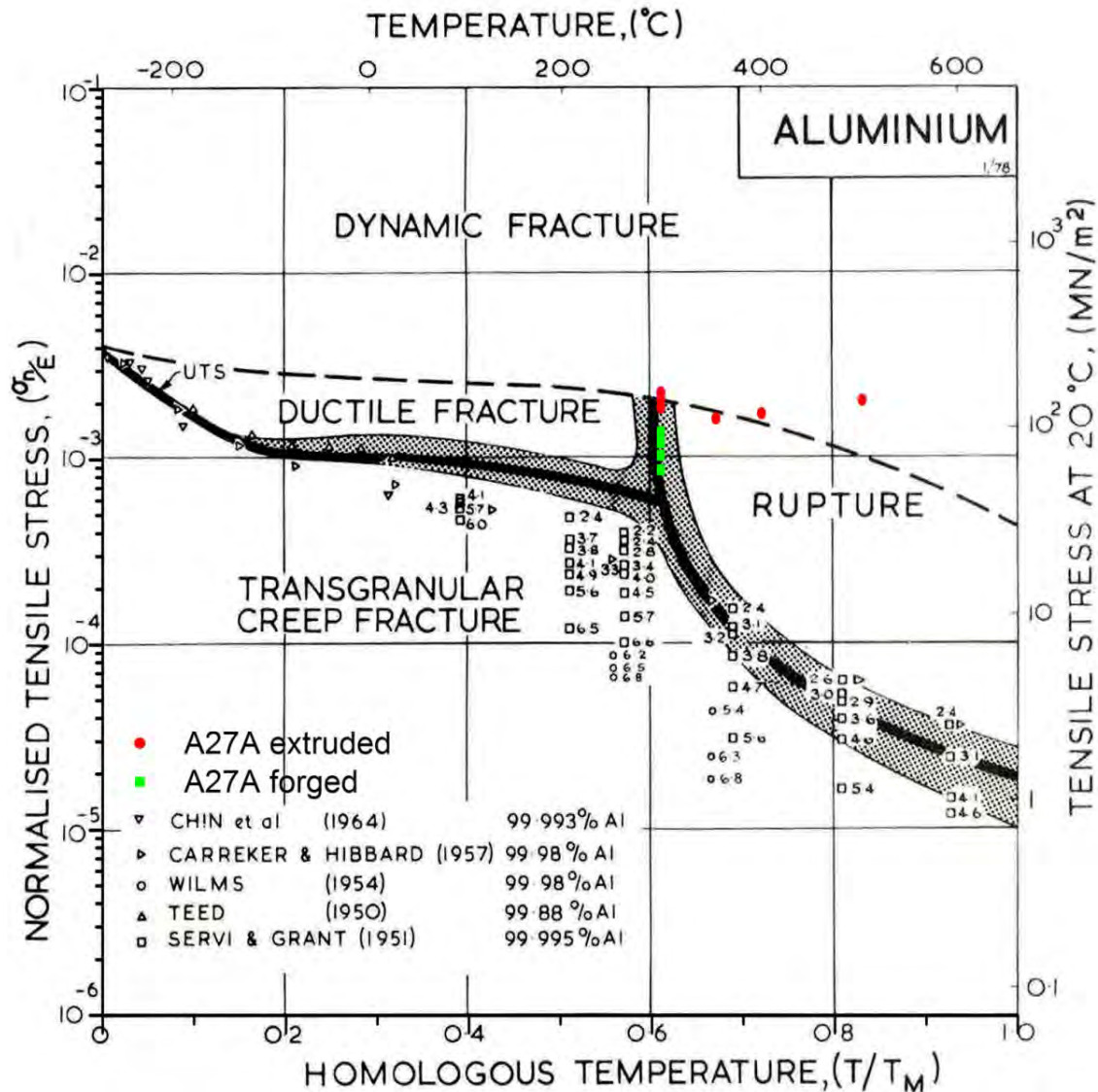


Abbildung 87: Karte der Bruchmechanismen für hochreines Aluminium (99,9%) nach Ashby ergänzt um die Werte der A27A-Proben, adaptiert von [14]

Die vorangegangene Kategorisierung in 3 Gruppen ergab für die Kategorie I (A27A extrudiert mit 110 MPa, 100 MPa und 80 MPa unterschiedlicher Temperatur) einen interkristallinen Kriechbruch, für die Kategorie II (A27A extrudiert mit 120 MPa) einen transkristallinen Kriechbruch und für die Kategorie III (A27A geschmiedet) wiederum einen interkristallinen Kriechbruch. Da die Schädigungsme-

chanismen für den transkristallinen Kriechbruch und den duktilen transkristallinen Bruch ident sind, könnte zumindest die Kategorie II mit den Karten der Bruchmechanismen in etwa übereinstimmen. [5] Generell jedoch dürften sich die Bereiche der Bruchmechanismen, vor allem des interkristallinen Kriechbruchs, bei HITEMAL im Vergleich zu den in Abbildung 87 und Abbildung 88 dargestellten Bereichen in weit höheren Spannungsniveaus ansiedeln.

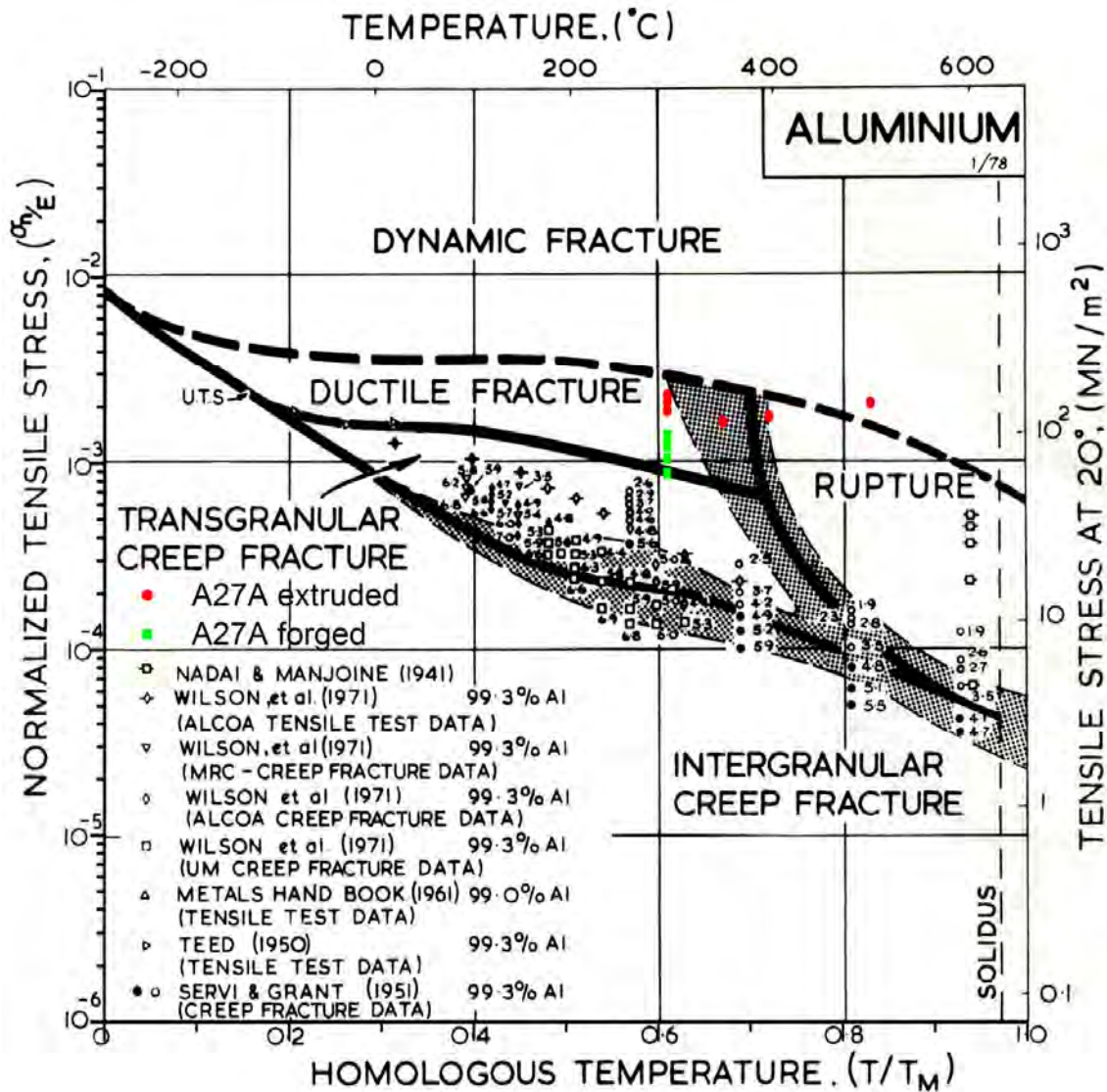


Abbildung 88: Karte der Bruchmechanismen für kommerziell reines Aluminium (99,3%) nach Ashby ergänzt um die Werte der A27A-Proben, adaptiert von [14]

4.4 Norton-Diagramm

Als Vergleichsbasis zur Feststellung der Auswirkungen des verstärkenden Aluminiumoxid-Netzwerks der geprüften A27A-Serien wurde ein ebenso pulvermetallurgisch hergestelltes Aluminium mit der Bezeichnung A1C0 gewählt, welches aufgrund des Sinterprozesses als Herstellungsmethode kein solches Netzwerk ausbildet. [26] Diesem ebenso feinkörnigen Material wurden keine zusätzlichen Legie-

rungelemente zugegeben, obwohl Kohlenstoff aufgrund der Verarbeitung in einem sehr geringen Mengenanteil vorhanden ist. [26] Ein Einfluss dieser Verunreinigung auf die Untersuchung der mechanischen Eigenschaften des Aluminiumoxid-Netzwerks kann aber vernachlässigt werden. Die Legierungselemente, deren Mengenanteile und die Korngröße des Materials Al₂O₃ sowie des A27A-Pulvers sind in Tabelle 14 dargestellt.

Tabelle 14: Chemische Zusammensetzung und Korngröße der Materialien A27A und Al₂O₃, adaptiert von [26]. * Korngröße von 1,3 µm durch Laserbeugung ermittelt. ** Korngröße von 1,9 µm durch optische Vermessung in Strangpressrichtung ermittelt.

Werkstoff	Al	C [gew.%]	O [gew.%]	Al ₄ C ₃ [vol.%]	Al ₂ O ₃ [vol.%]	Korngröße [µm]
A27A	Matrix	-	-	-	2,30	1,3 *
Al ₂ O ₃	Matrix	0,031	0,98	0,11	1,75	1,9 **

Die Bestimmung der mittleren linearen Korngröße des Materials Al₂O₃ erfolgte durch optische Vermessung quer zur Strangpressrichtung und ist direkt vergleichbar mit der durch Laserbeugung ermittelten mittleren Korngröße des A27A-Materials. [26]

Des Weiteren stammen die Daten für Al₂O₃ aus Druckkriechversuchen. [26] Literaturstellen verweisen darauf, dass die durch Druckkriechversuche erhaltenen minimalen Kriechraten niedriger sein könnten als durch Zugkriechversuche. [29] Die Werte der Druckkriechversuche von Rösler können aber zum Vergleich mit den Messdaten aus den Zugkriechversuchen der A27A-Proben herangezogen werden, da die Festigkeitswerte des Materials Al₂O₃ im Zug- und Druckkriechversuch in etwa übereinstimmen, sodass die minimale Kriechrate nur geringfügig mit der Belastungsrichtung korreliert. [26]

Auf Basis des Norton-Diagramms, in Abbildung 89 dargestellt, wird der Verfestigungseffekt $\Delta\sigma(\sigma_A)$ des Aluminiumoxid-Netzwerks beim Kriechen deutlich sichtbar. Der Verfestigungseffekt $\Delta\sigma(\sigma_A)$ des Aluminiumoxid-Netzwerks beträgt bei 300°C in etwa 80 MPa bei einer applizierten Spannung σ_A von ca. 130 MPa. Weitere Daten für einen Verfestigungseffekt bei geringeren applizierten Spannungen konnten aufgrund der wenigen Messwerte der Druckkriechversuche des Materials Al₂O₃ nicht erfasst werden, sodass lediglich qualitativ eine Verbesserung beschrieben werden kann. Dementsprechend wirken sich die vorgestellten Herstellungsmethoden für HITEMAL äußerst positiv auf die Kriechfestigkeit aus, wobei das Alumini-

umoxid-Netzwerk über 60% der applizierten Spannung zu kompensieren vermag. [30]

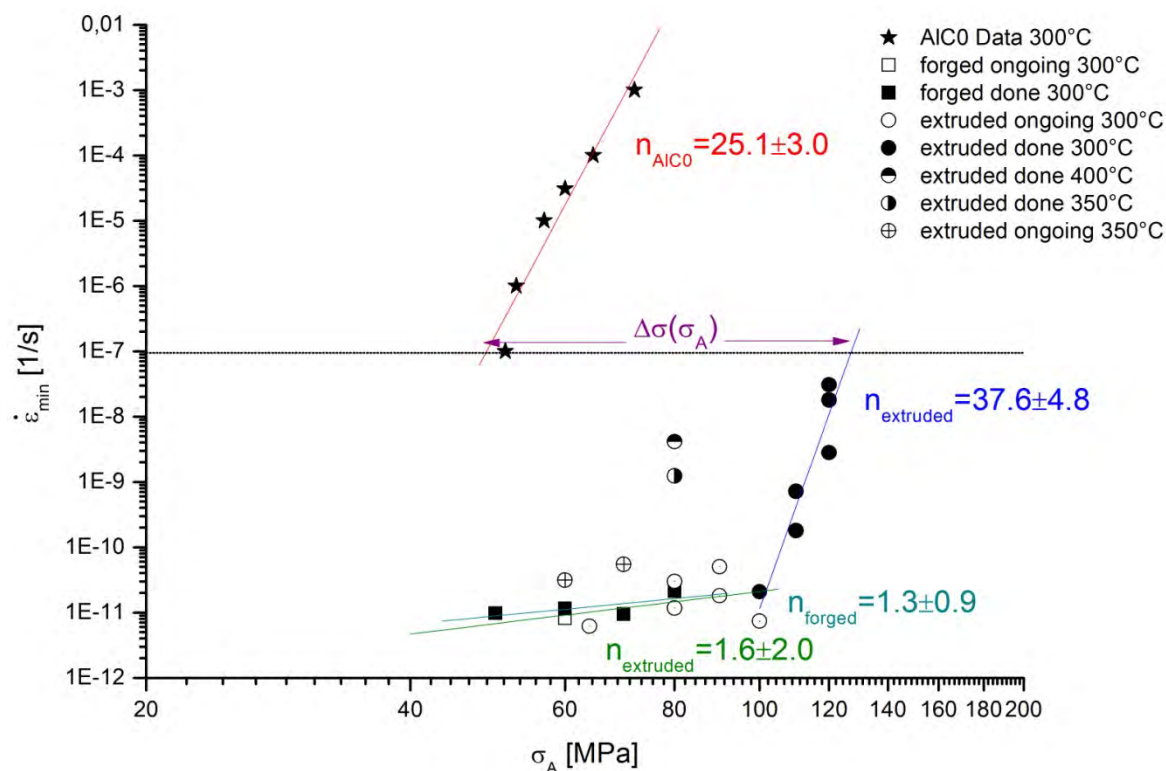


Abbildung 89: Norton-Diagramm mit resultierendem Kriechexponent n der Serie A27A extrudiert und geschmiedet (Zugkriechversuch) im Vergleich zur Serie AIC0 (Druckkriechversuch), Daten für AIC0 aus [26]

Im unteren Bereich der Abbildung 89 sind die Spannungsexponenten der extrudierten A27A-Proben $n_{extruded}$ mit $1,6 \pm 2,0$ und der geschmiedeten Proben n_{forged} mit einem Wert von $1,3 \pm 0,9$ für applizierte Spannungen bis ca. 100 MPa dargestellt. Diese Werte könnten eine Zuordnung zu den Kriechmechanismen der Tabelle 1 erlauben. Bei Spannungsexponenten zwischen 1 und 2 würden die A27A-Proben zwischen den Mechanismen mit Leerstellendiffusion und dem Korngrenzengleiten liegen. [5]

Bei Betrachtung des Spannungsexponenten n in Abbildung 89 bei höheren applizierten Spannungen wird klar, dass die Spannungssensitivität der extrudierten A27A-Proben einen für die bekannten theoretischen Konzepte ungewöhnlich hohen Wert von $37,6 \pm 4,8$ annimmt. [31] Dies korreliert mit der Erkenntnis aus Abbildung 86, die in diesem Bereich ein Versagen des Kriechgesetzes nach Norton für die untersuchten A27A-Proben voraussagt und wird durch den erhöhten Wert des Standardfehlers gestützt.

Der jeweilige Streuwert nach dem Plusminuszeichen gibt diesen Standardfehler an, der die theoretische Streubreite des Mittelwertes aller Messwerte darstellt. [32] Zum Zeitpunkt der Erstellung dieser Arbeit lagen zu wenige Ergebnisse bei Prüftemperaturen über oder knapp unter 300°C vor, sodass die in Kapitel 1.4 besprochenen Extrapolationsmethoden faktisch nicht auf das untersuchte Material anwendbar sind. Trotzdem kann durch eine simple Extrapolation bei konstanter Prüftemperatur von 300°C die Bruchzeit im Bereich von zumindest einem Verformungsmechanismus ermittelt werden. Dieser Bereich betrifft den Verformungsmechanismus mit einem Spannungsexponenten n von $37,6 \pm 4,8$ aufgrund der bereits erfassten Ergebnisse hinsichtlich der Bruchzeit. Die extrapolierten Darstellungen in Abbildung 90 und Abbildung 91 lassen daher eine Abschätzung der Bruchzeit zu, welche zwischen 11.000 h und 13.000 h bei einer minimalen Kriechrate von ca. $2,1E-11$ 1/s und einer applizierten Spannung von ca. 100 MPa liegt. Eine Auskunft über die Bruchzeit bei einer minimalen Kriechrate $\dot{\epsilon}_{\min}$ unter $2,1E-11$ 1/s und applizierten Spannung unter 100 MPa darf aufgrund der Bereichsüberschreitung zu einem anderen Verformungsmechanismus hin nicht erfolgen, sodass die weitere Extrapolation in Abbildung 90 und Abbildung 91 unter die oben erwähnten Werte für die minimale Kriechrate und applizierte Spannung ignoriert werden soll.

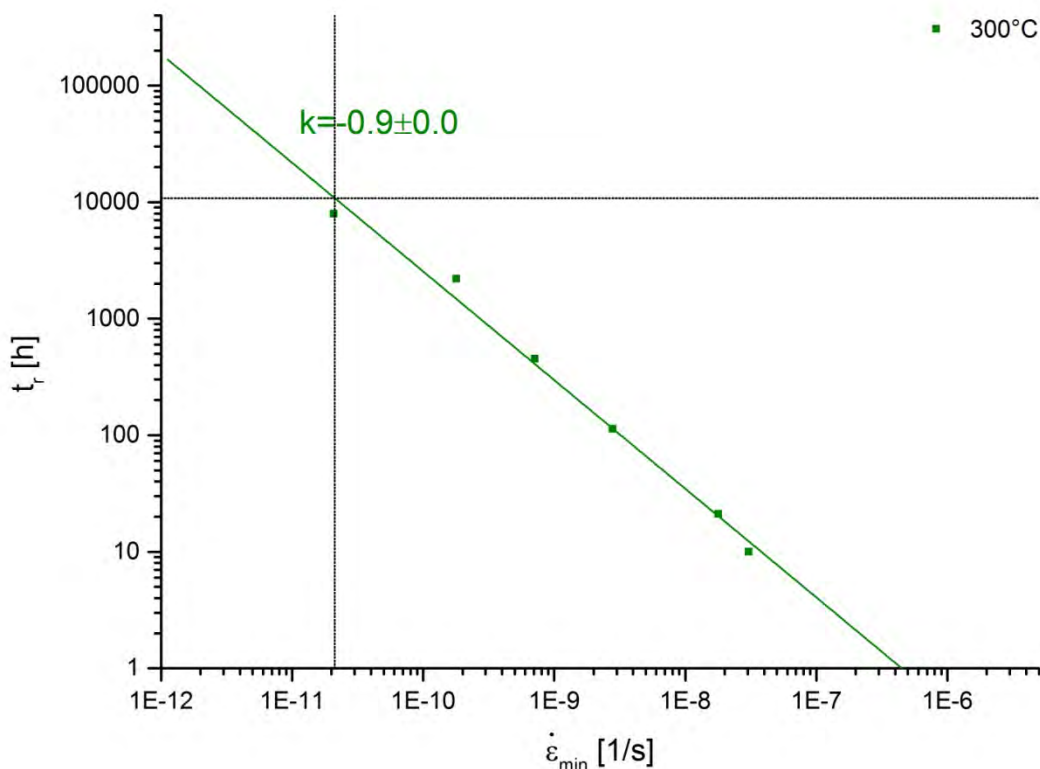


Abbildung 90: Doppeltlogarithmische Auftragung der Bruchzeit t_r über der minimalen Kriechrate $\dot{\epsilon}_{\min}$ der Serie A27A extrudiert bei 300°C

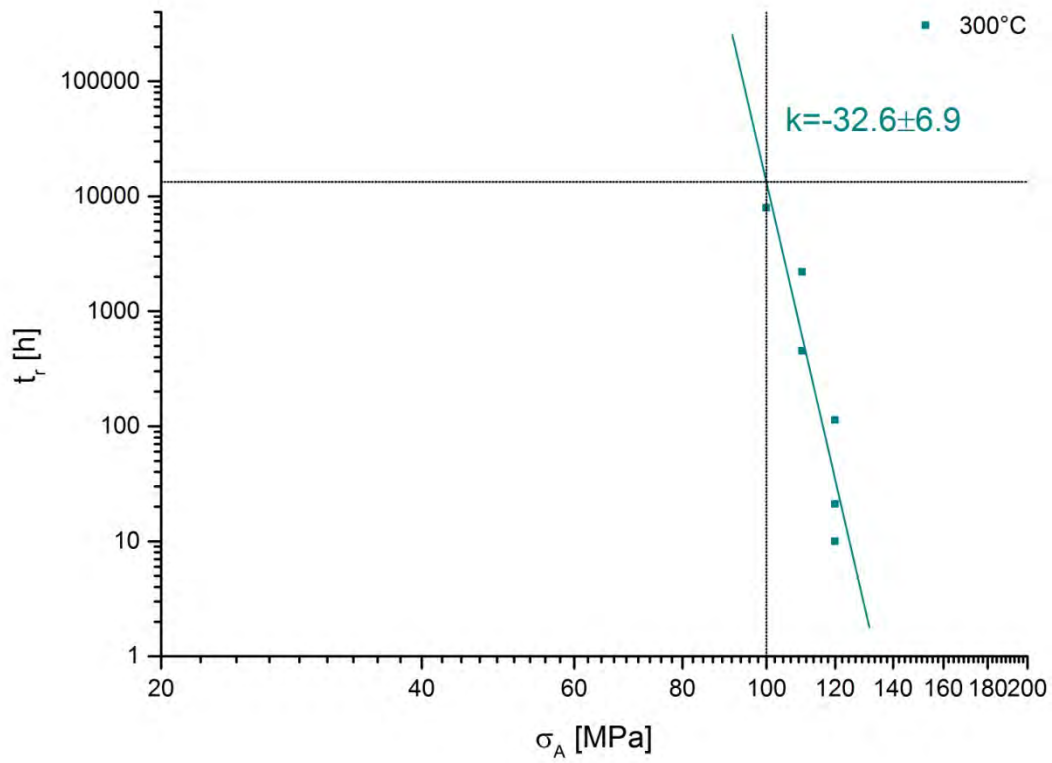


Abbildung 91: Doppeltlogarithmische Auftragung der Bruchzeit t_r über der applizierten Spannung σ_A der Serie A27A extrudiert bei 300°C

5 Fazit

Wie bereits in Kapitel 4.4 ausgeführt, unterscheidet sich bis 100 MPa der Spannungsexponenten n der geschmiedeten A27A-Proben nur geringfügig von dem der extrudierten A27A-Proben. Dabei erscheint das geschmiedete A27A-Material als weniger Spannungssensitiv. Der dominierende Kriechmechanismus ist jedoch bei beiden A27A-Typen in der Literatur nicht eindeutig bestimmt, obwohl die Leerstellendiffusion auf alle Fälle eine wichtige Rolle einnimmt. [5] Bei einem Spannungsexponenten n ab 2 würde Korngrenzgleiten in den Vordergrund rücken, das aufgrund des als Barriere agierenden Aluminiumoxid-Netzwerks der A27A-Proben anzuzweifeln ist. [33] Durch die Eintragung der Ergebnisse in die Karte der Verformungsmechanismen nach Ashby, in Abbildung 86 dargestellt, ergibt sich ein völlig anderer Mechanismus und zwar das Versetzungskriechen. Die geschmiedeten A27A-Proben würden in den Hochtemperaturbereich fallen, sodass die Volumendiffusion der vorherrschende Mechanismus ist, wobei die extrudierten A27A-Proben knapp unterhalb im Niedrigtemperaturbereich zu finden sind, dessen Mechanismus die Versetzungskerndiffusion ist. Da jedoch eine dominierende Versetzungskerndiffusion voraussetzt, dass genügend große Körner sowie Diffusionsatome mit kleineren Atomradien als die der Kristallatome (Cottrell-Wolken) vorhanden sind, ist dieser Mechanismus für die extrudierten A27A-Proben anzuzweifeln. Die geringen Korndimensionen von nur ca. 1 μm hemmen eine Formierung von Versetzungen. [33] Daher ist anzunehmen, dass die Dichte an Versetzungen bzw. Versetzungskernen sehr gering ist und damit die Volumendiffusion eine größere Rolle spielen müsste. Das Versetzungskriechen wird im Allgemeinen mit einem Spannungsexponenten n zwischen 3 und 8 beschrieben, der sich von den im Norton-Diagramm der Abbildung 89 errechneten Spannungsexponenten wesentlich unterscheidet.

Um den tatsächlichen Kriechmechanismus eindeutig bestimmen zu können, sollten die Bruchmechanismen noch einmal betrachtet werden. Wie bereits in Kapitel 4.3 zusammengefasst, ergeben sich für die Kategorie I (A27A extrudiert mit 110 MPa, 100 MPa und 80 MPa unterschiedlicher Temperatur) ein interkristalliner Kriechbruch, für Kategorie II (A27A extrudiert mit 120 MPa) ein transkristalliner Kriechbruch und für Kategorie III (A27A geschmiedet) ein interkristalliner Kriechbruch. Während der transkristalline Kriechbruch dem Kriechmechanismus des Versetzungskriechens zuzuordnen ist, so lässt sich auch für den interkristallinen

Kriechbruch ein dominierender Kriechmechanismus eruieren. Interkristalliner Kriechbruch muss durch Leerstellendifusionsmechanismen, wie Coble Kriechen und Nabarro-Herring Kriechen, ausgelöst werden. Daher würde für Kategorie I und Kategorie III aufgrund von Prüftemperaturen $T < 0,8 \cdot T_m$ sowie kleiner Korngrößen das Coble Kriechen der zutreffende Kriechmechanismus sein, das mit den errechneten Werten für den Spannungsexponent n gut korreliert.

Das Kriechverhalten verändert sich hinsichtlich des Norton-Diagramms in Abbildung 89 ab einer applizierten Spannung von ca. 100 MPa, das durch die Kategorisierung nach Untersuchung der Schliifproben bestätigt werden kann. Die Änderung des Bruchverhaltens bei den extrudierten A27A-Proben erfolgt in etwa bei 110 MPa, das durch das unterschiedliche Bruchbild zwischen Kategorie I und Kategorie II identifiziert werden konnte. Der Spannungsexponent n der extrudierten A27A-Proben wächst nach einer applizierten Spannung von in etwa 100 MPa auf $37,6 \pm 4,8$ an. In der Literatur sind für Composite Spannungsexponenten größer 10 zu finden, wobei dispersionsgehärtete Metalle Werte zwischen 20 und 200 aufweisen. [11, 10] Dies kennzeichnet ein Versagen des Kriechgesetzes nach Norton (PLB) bei den extrudierten A27A-Proben.

Folgende Tabelle 15 fasst die soeben erarbeiteten Erkenntnisse zusammen.

Tabelle 15: Zusammenfassung des für die jeweilige Kategorie zutreffenden Kriech- und Bruchmechanismus

Kategorie	Spannungsexponent n	Kriechmechanismus	Bruchmechanismus
I (≤ 110 MPa) A27A extrudiert	$1,6 \pm 2,0$	Leerstellendifusion (Coble-Kriechen)	Interkristalliner Kriechbruch
II (120 MPa) A27A extrudiert	$37,6 \pm 4,8$	Power Law Break-down (PLB)	Transkristalliner Kriechbruch
III A27A geschmiedet	$1,3 \pm 0,9$	Leerstellendifusion (Coble-Kriechen)	Interkristalliner Kriechbruch

Zusammenfassend ist anzunehmen, dass durch den Herstellungsprozess von HITEMAL eine definierte Anzahl an Poren pro Fläche in das Gefüge eingebracht wird, die als Restporosität bezeichnet werden kann und bereits vom Sintern her bekannt ist. [34] Da Schmieden das Gefüge jedoch generell besser verdichtet als

Extrudieren, hat der Schmiedevorgang offensichtlich einen wesentlichen Einfluss auf die Porengröße und damit zumindest auf die Festigkeitseigenschaften. Ein Einfluss auf die Kriechseigenschaften wird angenommen, konnte jedoch durch die vorliegenden Untersuchungen nicht ausreichend bestätigt werden, da der Unterschied der Spannungsexponenten n zwischen den extrudierten und geschmiedeten A27A-Proben nur marginal ist. Die Porengrößen bleiben bei den geschmiedeten A27A-Proben aber auch bei langen Versuchszeiten gering. Eine Vermutung ist, dass die höhere Kriechbeständigkeit an einer sehr viel späteren Änderung der Spannungssensitivität bzw. des Spannungsexponenten n im Norton-Diagramm zu erkennen sein könnte. Dazu müssten jedoch weitere Versuche von geschmiedeten A27A-Proben mit nominellen Prüfspannungen über 80 MPa durchgeführt werden. Des Weiteren könnten durch bessere Untersuchungsmethoden anstatt der Porenanzahl pro Fläche die Porendichten ermittelt werden, um ein tieferes Verständnis der Auswirkungen unterschiedlicher Kompaktierungstechniken auf das Kriechverhalten zu erlangen.

Der ermittelte Wert betreffend den Verfestigungseffekt $\Delta\sigma(\sigma_A)$ der extrudierten A27A-Proben von etwa 80 MPa bei einer applizierten Spannung σ_A von ca. 130 MPa verspricht eine enorme Verbesserung hinsichtlich Kriechbeständigkeit. Welchen Wert der Verfestigungseffekt $\Delta\sigma(\sigma_A)$ bei den geschmiedeten A27A-Proben annimmt, müsste ebenso durch weitere Versuche mit nominellen Prüfspannungen über 80 MPa herausgefunden werden. Dies könnte einen wesentlichen Beitrag zur Kriechbeständigkeit im Vergleich mit den extrudierten A27A-Proben liefern.

Eine Gegenüberstellung von HITEMAL mit einem vergleichbaren pulvermetallurgisch hergestellten Aluminium zeigt dessen Überlegenheit hinsichtlich des Verfestigungseffekts und der Kriechbeständigkeit. Dazu wurde kommerziell pures Aluminium gewählt, welches über ein pulvermetallurgisches Verfahren hergestellt und durch SiC-Partikel verstärkt wurde. [35] Die eingetragenen Werte in Abbildung 92 stammen aus isothermen Zugkriechversuchen bei einer Temperatur von 270°C. [35, 30]

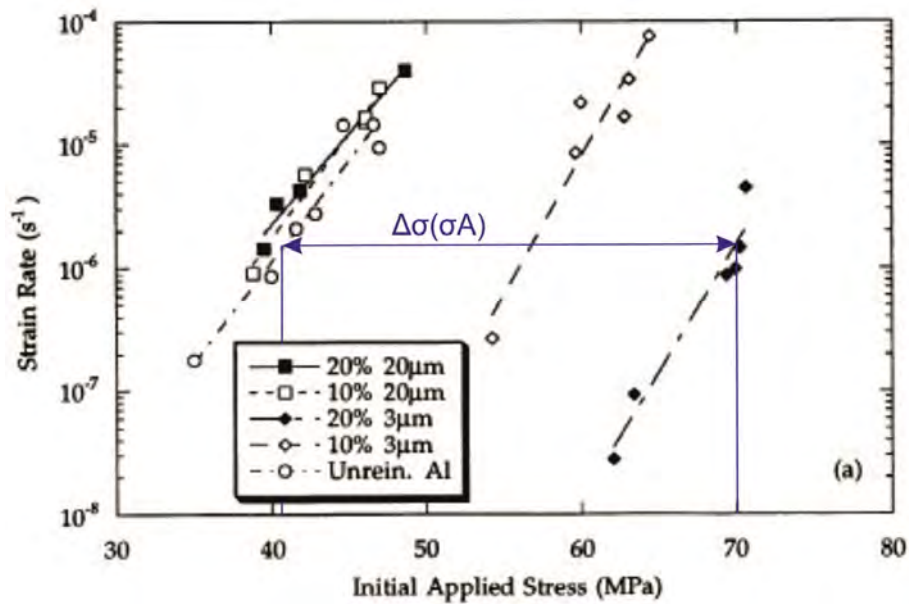


Abbildung 92: Kriechraten von pulvermetallurgisch hergestelltem Aluminium verstärkt durch 10% bzw. 20% SiC-Partikel mit einer Partikelgröße von 3 µm bzw. 20 µm, Daten aus Zugkriechversuchen bei einer Prüftemperatur von 270°C, adaptiert von [35]

Das durch 20% SiC_(3 µm) verstärkte Aluminium weist mit einer applizierten Spannung σ_A von 70 MPa eine minimale Kriechrate $\dot{\epsilon}_{\min}$ von in etwa $0,5E-06$ 1/s auf, wohingegen die A27A-Proben nicht einmal mit einer nominellen Prüfspannung von 120 MPa eine solch hohe minimale Kriechrate erreichen. [35] Ebenso konnte der Verfestigungseffekt $\Delta\sigma(\sigma_A)$ in Abbildung 92 mit ca. 30 MPa bei einer applizierten Spannung von 70 MPa abgelesen werden, sodass auch hinsichtlich dessen die A27A-Proben bessere Werte erzielen. Fairerweise muss ergänzt werden, dass die Vergleichsdaten für die A27A-Proben aus einer anderen Arbeit stammen und daher nicht eindeutig darauf geschlossen werden kann, ob das Aluminiumoxid-Netzwerk gegenüber den SiC-Partikel eine wesentlich bessere Verstärkung für eine Aluminiummatrix bietet.

Zusammenfassend ist festzuhalten, dass die ermittelten minimalen Kriechraten der A27A-Proben bei hohen applizierten Spannungen äußerst gering sind und auf eine sehr gute Kriechbeständigkeit schließen lassen. Dies ist auf die einzigartigen Herstellrouten von HITEMAL zurückzuführen, die besonders unter Verwendung von Aluminiumpartikel im einstelligen µm-Bereich sicherlich als interessante Alternativen zu den üblichen Sintermethoden gesehen werden können.

6 Ausblick

Weitere Untersuchungen könnten unterschiedliche Wärmebehandlungen und deren Effekt auf das Gefüge beinhalten. Die Umwandlungsgeschwindigkeit von α - Al_2O_3 bzw. α - Al_2O_3 in γ - Al_2O_3 sowie der zeitliche Umwandlungsstart bei ausgewählten Temperaturen würden im Rahmen einer weiterführenden Arbeit interessante Ergebnisse für HITEMAL Werkstoffe betreffend Einfluss auf die mechanischen Festigkeitswerte sowie auch auf die Kriechbeständigkeit bringen.

Wie bereits an einigen Stellen dieser Arbeit erwähnt, konnte eine Übersicht der Verformungsmechanismen von pulvermetallurgisch hergestelltem Aluminium mit einer Korngröße von $1\ \mu\text{m}$ sowie eine Übersicht der Bruchmechanismen desselben Materials nicht gefunden werden. In Anbetracht dessen und der zukünftigen Möglichkeiten des Einsatzes von pulvermetallurgisch hergestelltem Aluminium erscheint eine Erweiterung der Daten betreffend Verformungsmechanismen und Bruchmechanismen sinnvoll. Vor allem auch deshalb, weil sich die Karten hinsichtlich des Auftretens der Mechanismen von den in Kapitel 1 besprochenen Karten unterscheiden. Dabei kann diese Arbeit als erster Schritt für die Erstellung solcher Karten für HITEMAL gesehen werden.

Nach Abschluss der weiterführenden Untersuchungen könnte ebenso die wirtschaftliche Komponente bei einer potentiellen Herstellroute inklusive Wärmebehandlung für HITEMAL im Vergleich zu anderen pulvermetallurgisch hergestellten Aluminium betrachtet werden, um auch den Kosten-Nutzen Aspekt dieses neuartigen Materials zu berücksichtigen.

Literaturverzeichnis

- [1] M. F. Ashby und D. R. H. Jones, *Engineering Materials - An Introduction to their Properties and Applications*, Oxford: Pergamon Press Ltd., 1980.
- [2] „Creep and Stress Rupture Properties,“ Key to Metals AG, December 2010. [Online]. Available: <http://www.keytometals.com/page.aspx?ID=CheckArticle&site=kts&NM=296>. [Zugriff am 18 September 2014].
- [3] H. J. Frost und M. F. Ashby, *Deformation-Mechanism Maps - The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics*, Oxford: Pergamon Press Ltd., 1982.
- [4] D. Picard und M. Fafard, „Three-Dimensional Constitutive Viscoelastic Model for Isotropic Materials,“ in s *Thermodynamics - Physical Chemistry of Aqueous Systems*, Canada, InTech, 2011, pp. 327-350.
- [5] R. Bürgel, H. J. Maier und T. Niendorf, *Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik*, 4. Auflage Hrsg., Wiesbaden: Vieweg + Teubner Verlag, 2011.
- [6] B. Ilchner und R. F. Singer, *Werkstoffwissenschaften und Fertigungstechnik - Eigenschaften, Vorgänge und Technologien*, 5. neu bearbeitete Auflage Hrsg., Berlin Heidelberg: Springer-Verlag, 2010.
- [7] H. Mang und G. Hofstetter, *Festigkeitslehre*, 3. Auflage Hrsg., Wien: Springer-Verlag, 2008.
- [8] F. Abe, „Chapter I - Introduction,“ in s *Creep-resistant steels*, Abington (Cambridge), England, Woodhead Publishing Limited, 2008, pp. 3-14.
- [9] H. J. Frost und M. F. Ashby, „Deformation-Mechanism Maps - The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics,“ Thayer School of Engineering Dartmouth, 1982. [Online]. Available: <http://engineering.dartmouth.edu/defmech/>. [Zugriff am 14 Oktober 2014].
- [10] J. Rösler, H. Harders und M. Bäker, *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe*, 3., durchgesehene und korrigierte Auflage Hrsg., Wiesbaden: Vieweg+Teubner | GWV Fachverlage GmbH, 2008.
- [11] J. Kindersberger, H. Löbl und S. Schoft, „Plastic Deformation and Loss of Joint Force by Creep in High Current Joints,“ in s *21st Int'l. Conference on Electrical Contacts*, Zürich, 2002.
- [12] R. K. Penny und D. L. Marriott, *Design for Creep*, Second Edition Hrsg., London: Chapman & Hall, 1995.
- [13] J. Zhao, D.-M. Li und Y.-Y. Fang, „Application of Manson-Haferd and Larson-Miller Methods in Creep Rupture Property Evaluation of Heat-Resistant Steels,“ *Journal of Pressure Vessel Technology - Transactions of the ASME*, Bd. 6, Nr. 132, December 2010.
- [14] E. Kandare, S. Feih, B. Y. Lattimer und A. P. Mouritz, „Larson-Miller Failure Modeling of Aluminium in Fire,“ *Metallurgical and Materials Transactions*, Bd. A, Nr. 41A, pp. 3091-3099, December 2010.
- [15] M. F. Ashby, C. Gandhi und D. M. R. Taplin, „Overview No. 3: Fracture-Mechanism Maps and their Construction for f.c.c. Metals and Alloys,“ in s *Perspectives in Creep Fracture*, Cambridge, UK, Pergamon Press Ltd., 1979, pp. 1-31.
- [16] M. Balog, F. Simancik, P. Krizik, M. Nosko, W. Rajner, M. Walcher und M.

- Qian, „Novel ultrafine-grained aluminium metal matrix composites prepared from fine atomized Al powders,“ in *s Light Metals 2014: Proceedings of the symposia sponsored by the TMS Aluminium Committee and the TMS 2014 Annual Meeting & Exhibition*, New Jersey, Wiley, 2014.
- [17] M. Balog, F. Simancik, M. Walcher, W. Rajner und C. Poletti, „Extruded Al-Al₂O₃ composites formed in situ during consolidation of ultrafine Al powders: Effect of the powder surface area,“ *Materials Science and Engineering*, Bd. A, Nr. 529, pp. 131-137, 8 September 2011.
- [18] S. Brunauer, P. H. Emmett und E. Teller, „Adsorption of Gases in Multimolecular Layers,“ *Journal of the American Chemical Society*, Bd. 2, Nr. 60, pp. 309-319, February 1938.
- [19] P. W. Atkins, *Physikalische Chemie*, 3. Auflage, 1. Nachdruck Hrsg., Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH, 2004.
- [20] H.-D. Dörfler, *Grenzflächen und kolloid-disperse Systeme - Physik und Chemie*, Berlin-Heidelberg: Springer Verlag, 2002.
- [21] M. Balog, *Unveröffentlichte Ergebnisse betreffend der Elastizitätsmoduli von extrudierten HITEMAL*, 2014.
- [22] M. Balog, P. Krizik, M. Nosko, Z. Hajovska, M. V. C. Riglos, W. Rajner, D.-S. Liu und F. Simancik, „Forged HITEMAL: Al-based MMCs strengthened with nanometric thick Al₂O₃ skeleton,“ *Materials Science & Engineering*, Bd. A, Nr. 613, pp. 82-90, 27 June 2014.
- [23] S.-S. Kim, M. J. Haynes und R. P. Gangloff, „Localized deformation and elevated-temperature fracture of submicron-grain aluminium with dispersoids,“ *Materials Science and Engineering*, Bd. A, Nr. 203, pp. 256-271, 22 February 1995.
- [24] D. Piermayr, Diplomarbeit: Langzeitkriechprüfanlage, Wien: TU Wien, 2011.
- [25] W. Bergmann, *Werkstofftechnik 1: Struktureller Aufbau von Werkstoffen - Metallische Werkstoffe - Polymerwerkstoffe - Nichtmetallisch-anorganische Werkstoffe*, 7., neu bearbeitete Auflage Hrsg., München: Carl Hanser Verlag, 2013.
- [26] H. J. Rösler, „Hochtemperaturkriechen dispersionsverfestigter Aluminiumwerkstoffe,“ VDI-Verlag, Düsseldorf, 1988.
- [27] G. C. Requena, „Creep Behaviour of Discontinuously Reinforced Aluminium Alloys,“ PhD Thesis, Vienna University of Technology, Vienna, 2004.
- [28] G. Lange und M. Pohl, *Systematische Beurteilung technischer Schadensfälle*, 6. Auflage Hrsg., Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag & Co. KGaA, 2014.
- [29] M. F. Moreno und C. R. Oliver, „Compression creep of PM aluminum matrix composites reinforced with SiC short fibres,“ *Materials Science and Engineering A*, Bd. A, Nr. 418, pp. 172-181, 2006.
- [30] R. Fernández und G. González-Doncel, „Threshold stress and load partitioning during creep of metal matrix composites,“ *Acta Materialia*, Bd. 56, pp. 2549-2562, 2008.
- [31] J. Rösler und E. Arzt, „A new model-based creep equation for dispersion strengthened materials,“ *Acta metall. mater.*, Bd. Vol. 38, Nr. No. 4, pp. 671-683, 1990.
- [32] J. Koschak, „Standardabweichung und Standardfehler: der kleine, aber feine Unterschied,“ *Z Allg Med*, Nr. 84, pp. 258-260, 26 März 2008.

- [33] C. Poletti, M. Balog, F. Simancik und H. P. Degischer, „High-temperature strength of compacted sub-micrometer aluminium powder,“ *Acta Materialia*, Nr. 58, pp. 3781-3789, 8 April 2010.
- [34] H. Oettel und H. Schumann, Metallografie: Mit einer Einführung in die Keramografie, 15. Auflage Hrsg., Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2011.
- [35] H. Winand, A. Whitehouse und P. Withers, „An investigation of the isothermal creep response of Al-based composites by neutron diffraction,“ *Materials Science and Engineering*, Bd. A, Nr. 284, pp. 103-113, 2000.

Anhang

REM-Bilder

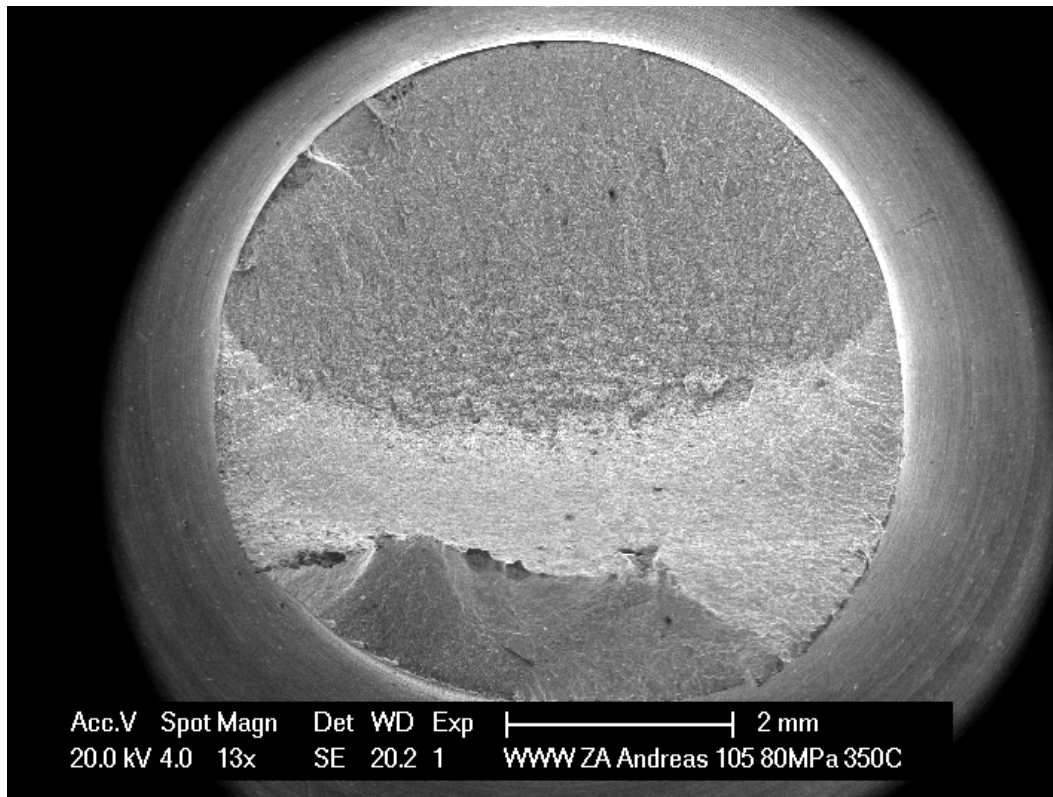


Abbildung 93: REM-Übersicht der Probe A27A extrudiert bei 80MPa und 350°C

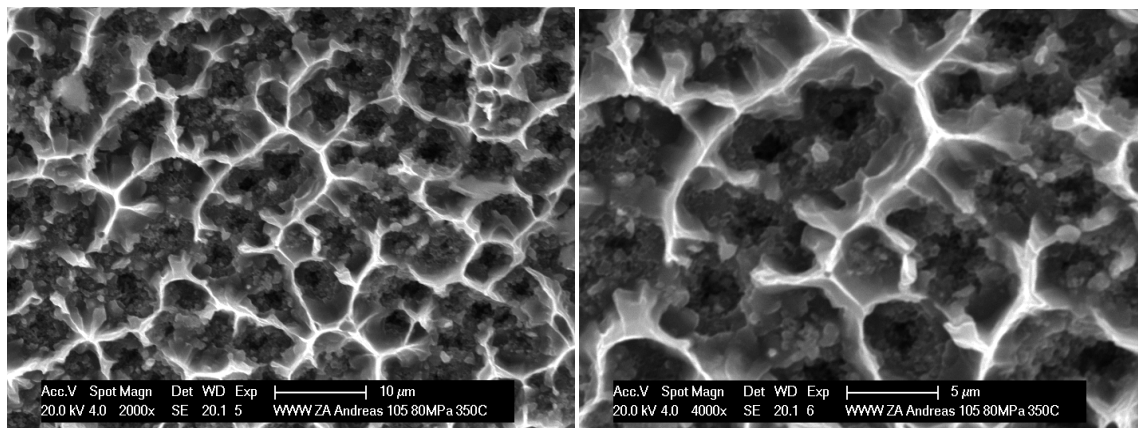


Abbildung 94: REM-Detail 1 der Probe A27A extrudiert bei 80MPa und 350°C

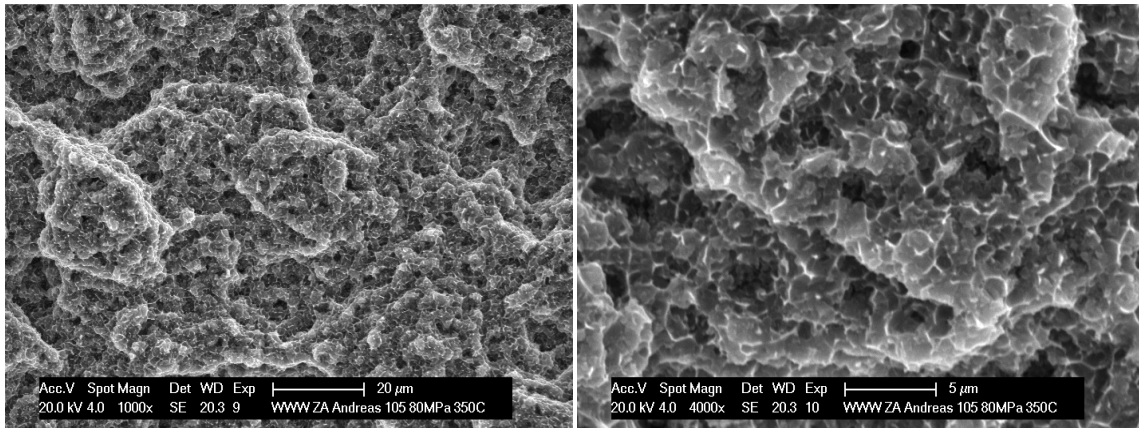


Abbildung 95: REM-Detail 2 der Probe A27A extrudiert bei 80MPa und 350°C

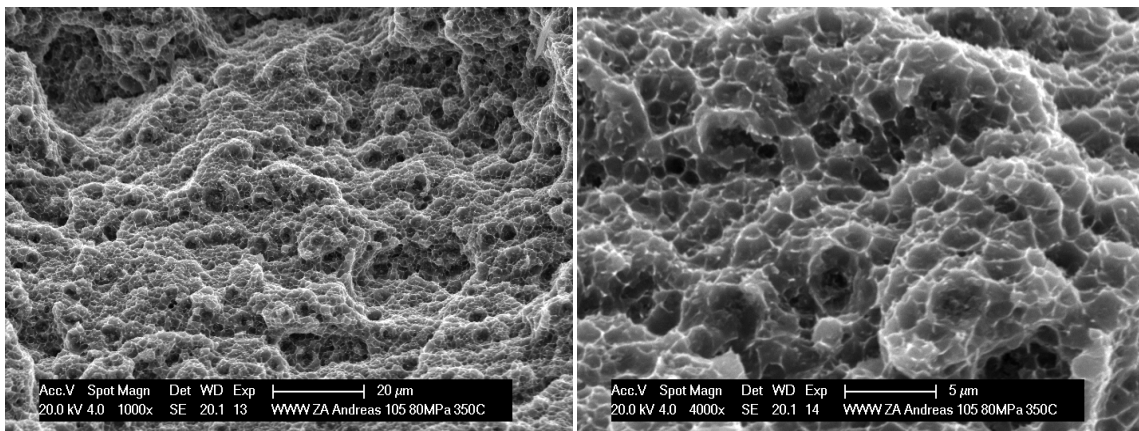


Abbildung 96: REM-Detail 3 der Probe A27A extrudiert bei 80MPa und 350°C

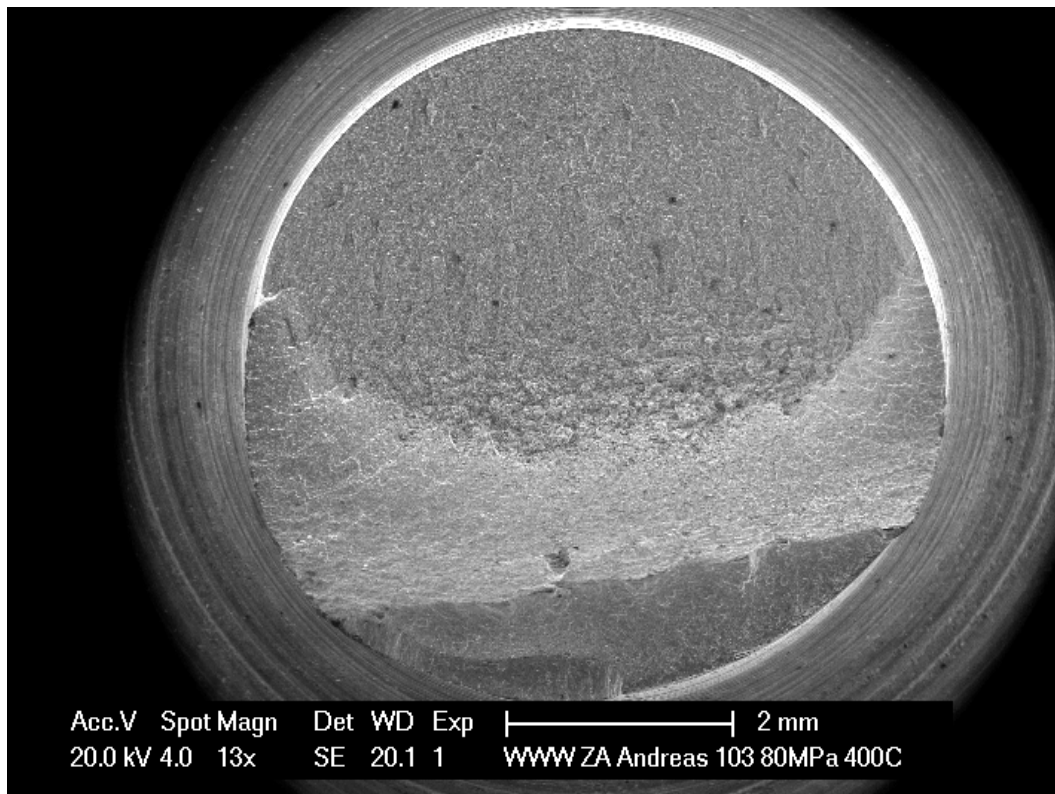


Abbildung 97: REM-Übersicht der Probe A27A extrudiert bei 80MPa und 400°C

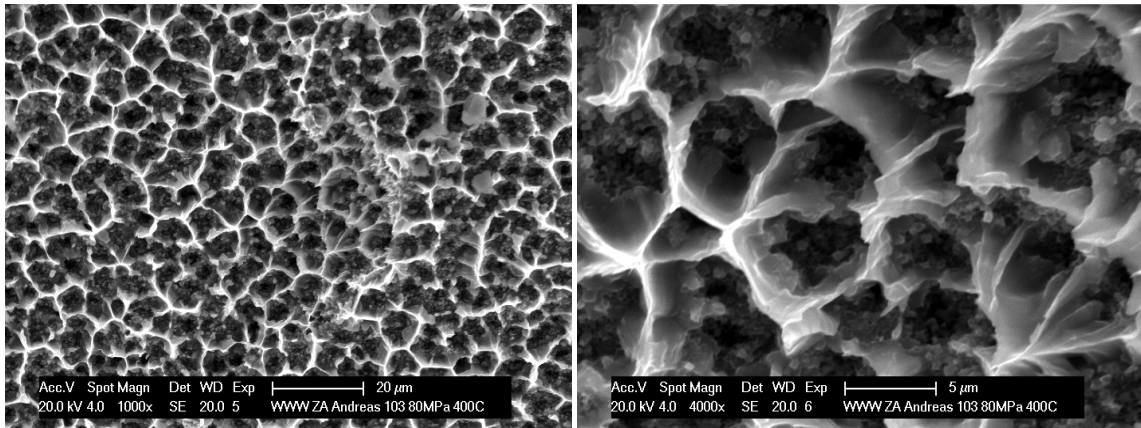


Abbildung 98: REM-Detail 1 der Probe A27A extrudiert bei 80MPa und 400°C

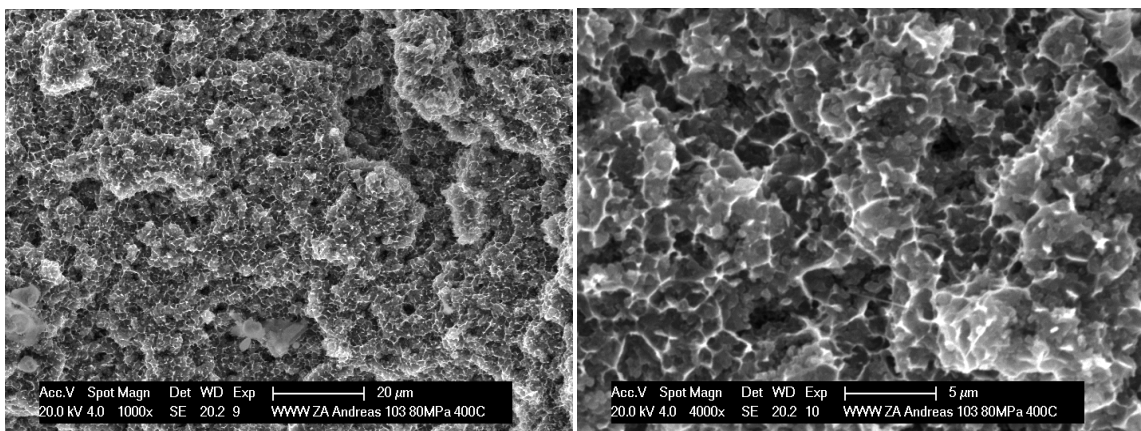


Abbildung 99: REM-Detail 2 der Probe A27A extrudiert bei 80MPa und 400°C

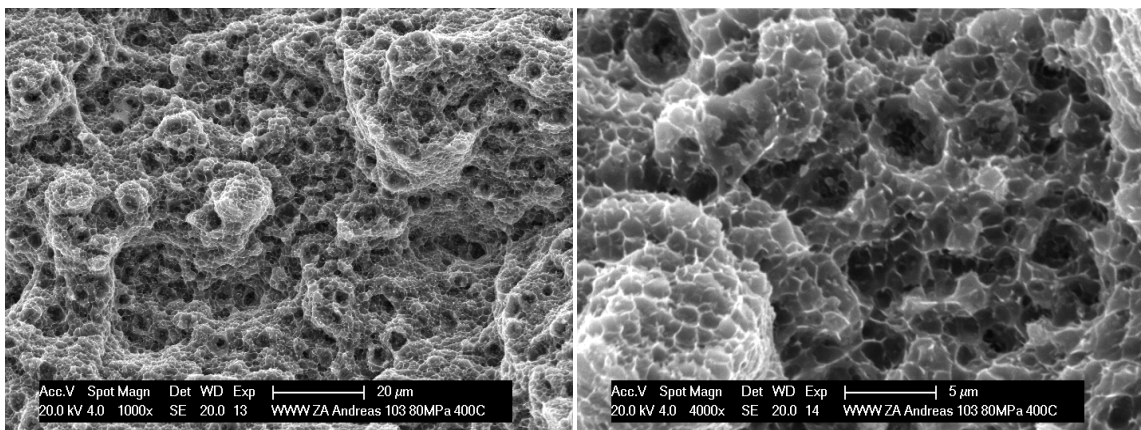


Abbildung 100: REM-Detail 3 der Probe A27A extrudiert bei 80MPa und 400°C

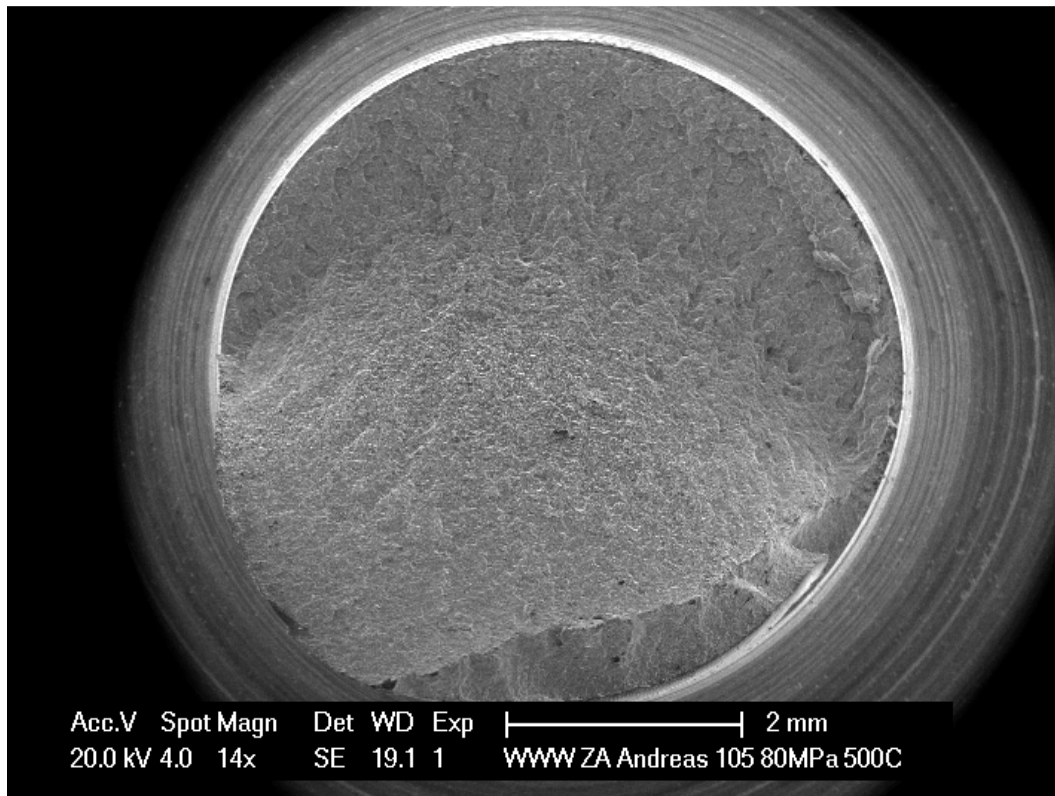


Abbildung 101: REM-Übersicht der Probe A27A extrudiert bei 80MPa und 500°C

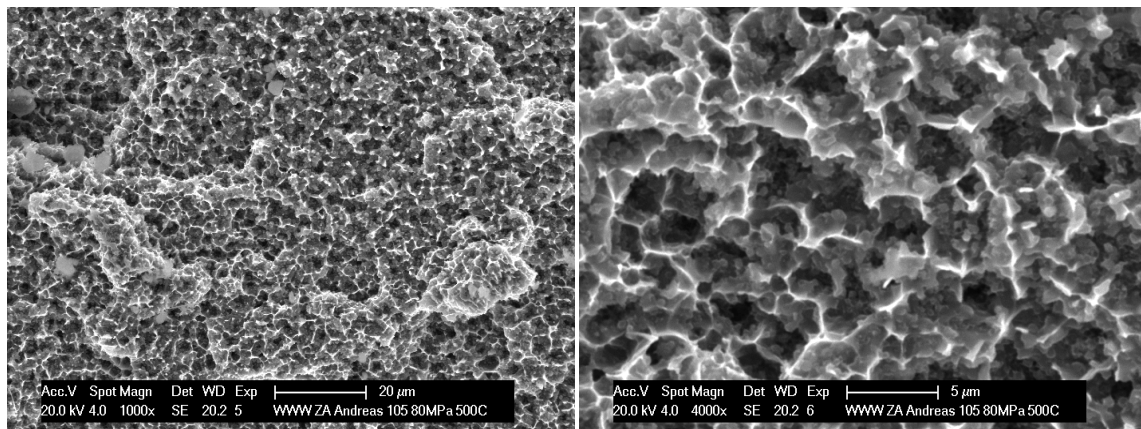


Abbildung 102: REM-Detail 1 der Probe A27A extrudiert bei 80MPa und 400°C

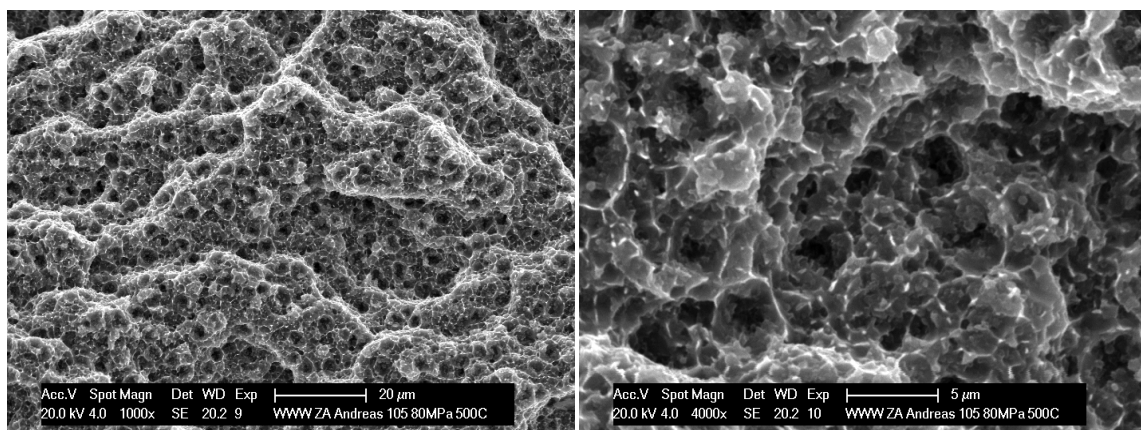


Abbildung 103: REM-Detail 2 der Probe A27A extrudiert bei 80MPa und 400°C

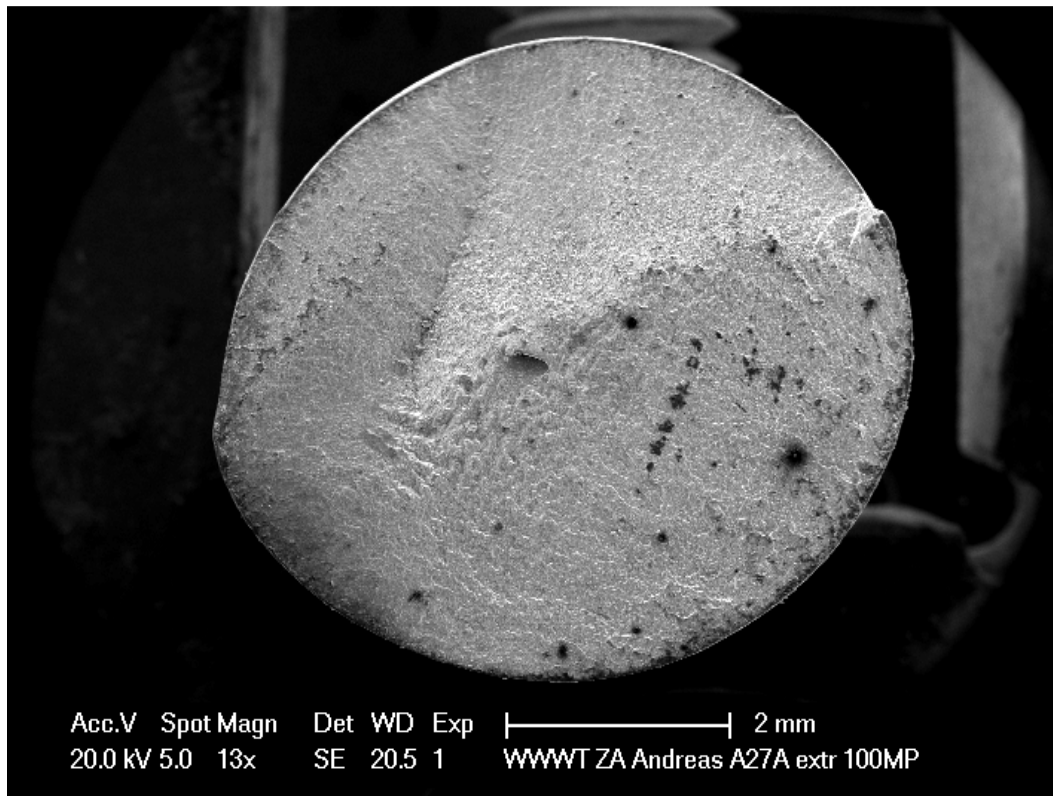


Abbildung 104: REM-Übersicht der Probe A27A extrudiert bei 100MPa (Nr. 1) und 300°C

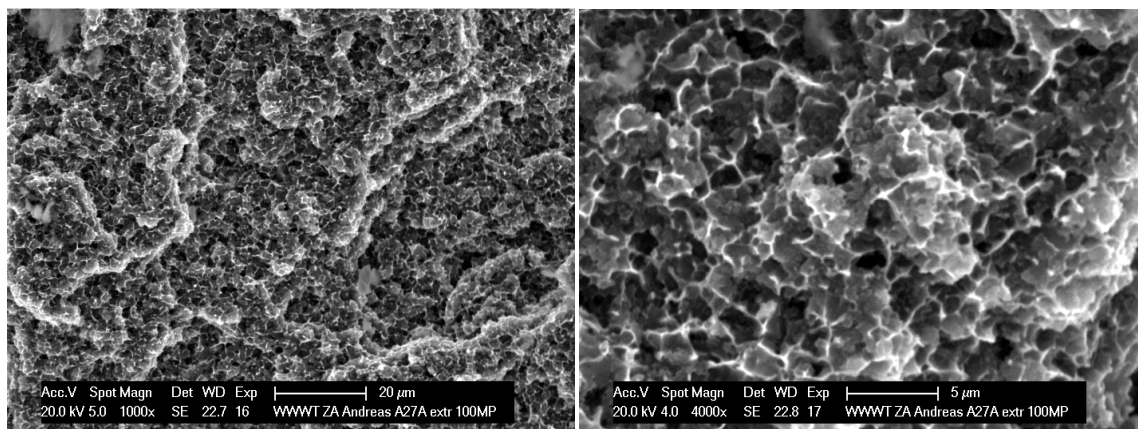


Abbildung 105: REM-Detail 1 der Probe A27A extrudiert bei 100MPa (Nr. 1) und 300°C

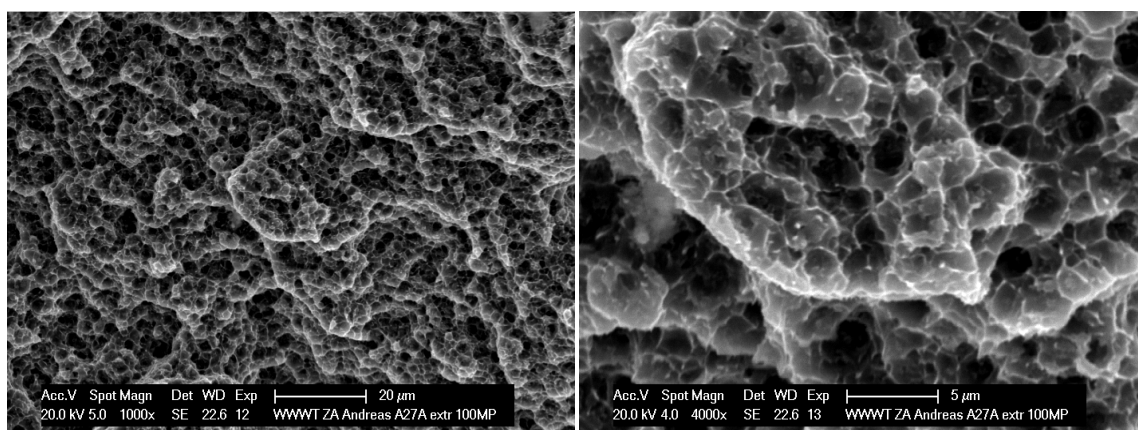


Abbildung 106: REM-Detail 2 der Probe A27A extrudiert bei 100MPa (Nr. 1) und 300°C

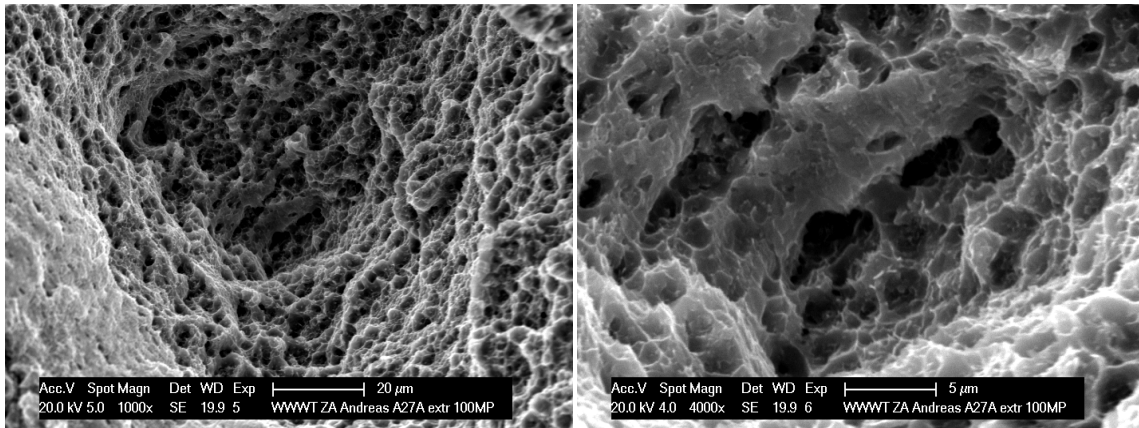


Abbildung 107: REM-Detail 3 der Probe A27A extrudiert bei 100MPa (Nr. 1) und 300°C



Abbildung 108: REM-Übersicht der Probe A27A extrudiert bei 100MPa (Nr. 2) und 300°C

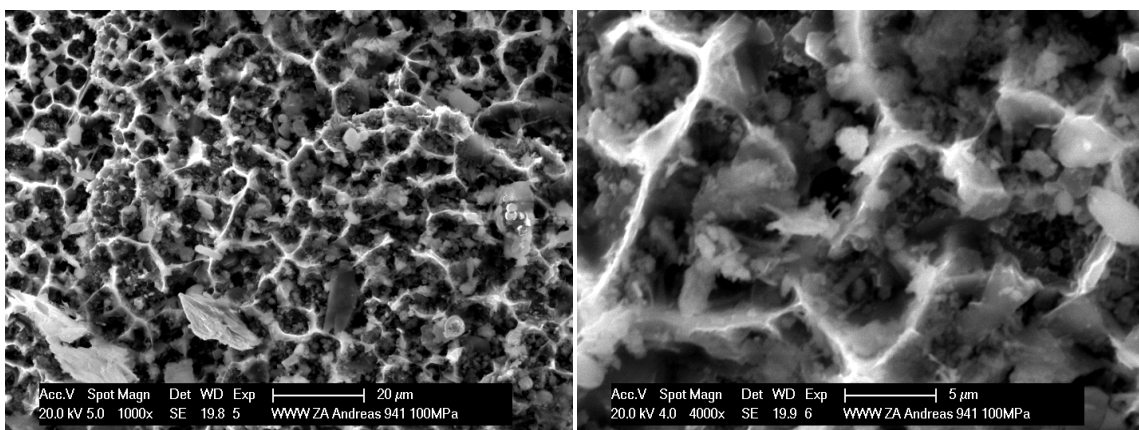


Abbildung 109: REM-Detail 1 der Probe A27A extrudiert bei 100MPa (Nr. 2) und 300°C

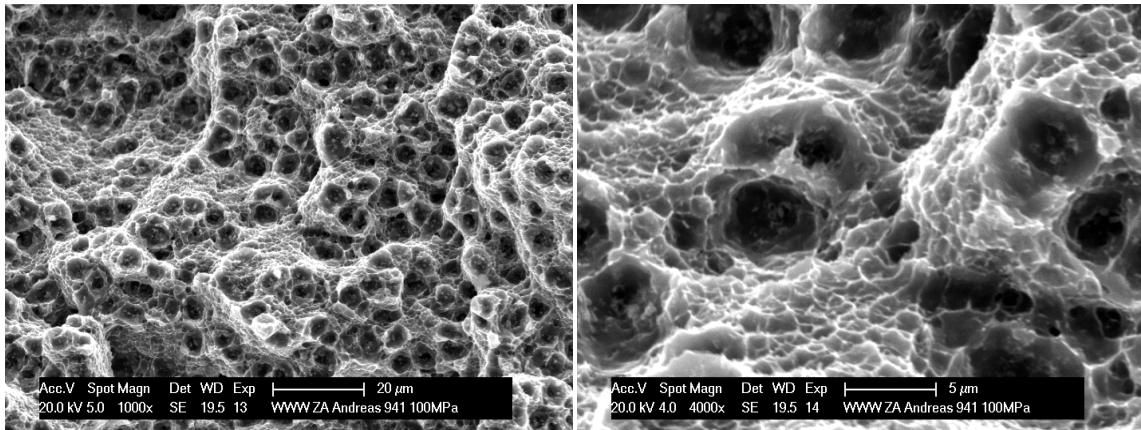


Abbildung 110: REM-Detail 2 der Probe A27A extrudiert bei 100MPa (Nr. 2) und 300°C

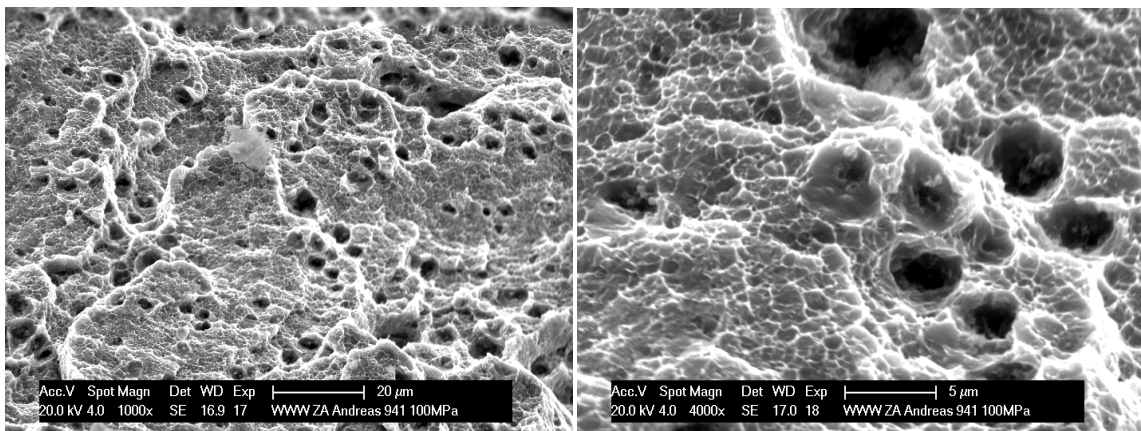


Abbildung 111: REM-Detail 3 der Probe A27A extrudiert bei 100MPa (Nr. 2) und 300°C

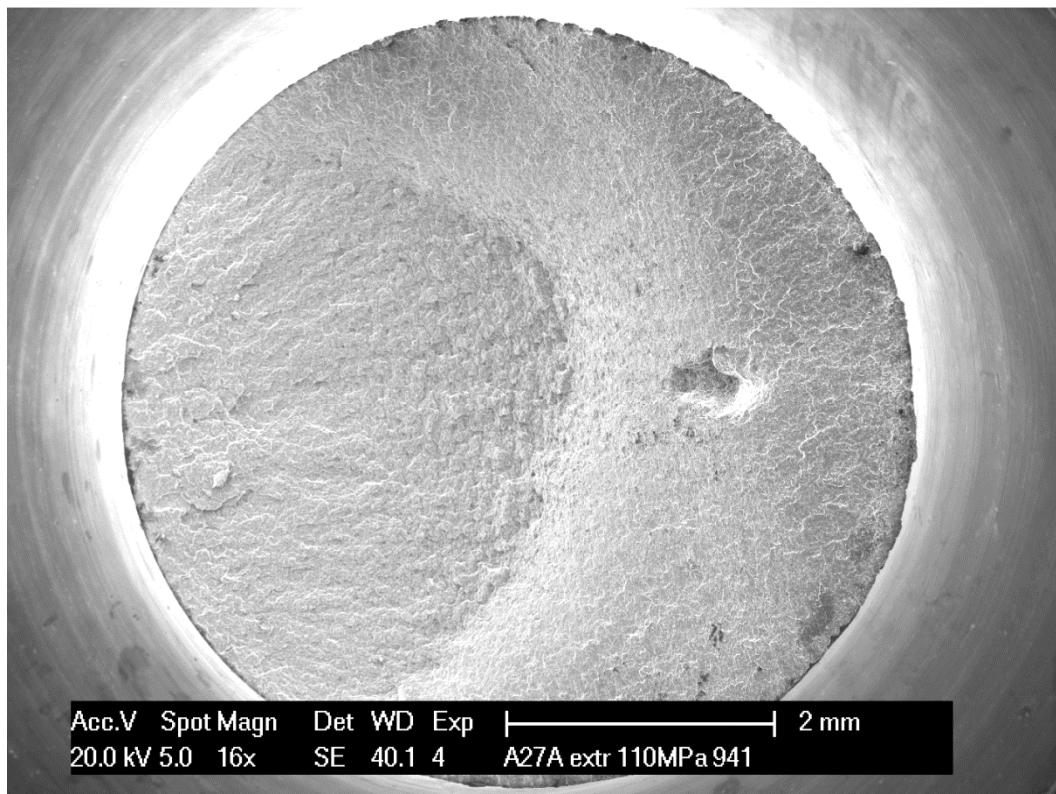


Abbildung 112: REM-Übersicht der Probe A27A extrudiert bei 110MPa (Nr. 1) und 300°C

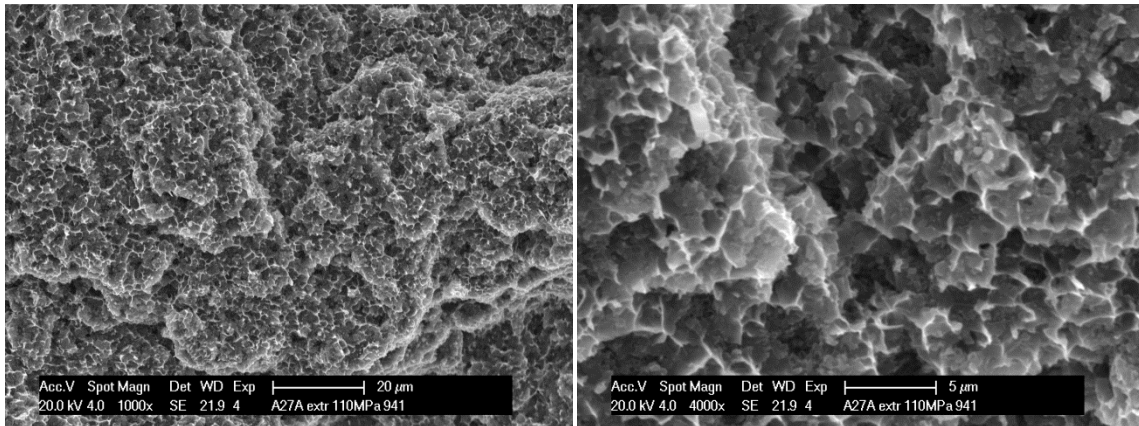


Abbildung 113: REM-Detail 1 der Probe A27A extrudiert bei 110MPa (Nr. 1) und 300°C

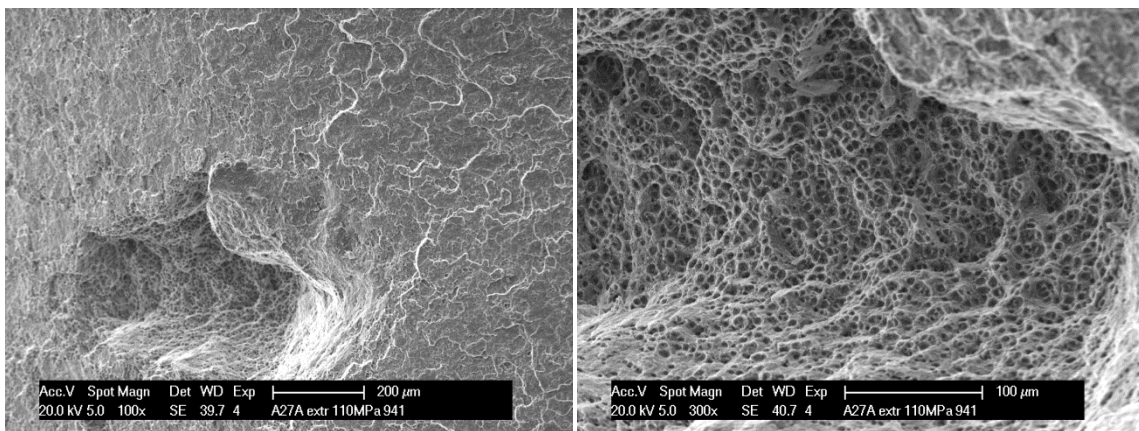


Abbildung 114: REM-Detail 2 der Probe A27A extrudiert bei 110MPa (Nr. 1) und 300°C

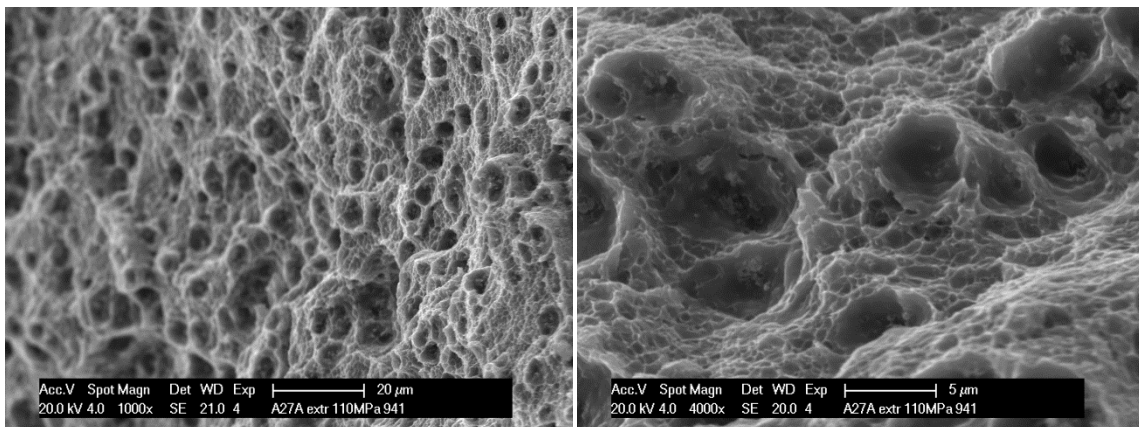


Abbildung 115: REM-Detail 3 der Probe A27A extrudiert bei 110MPa (Nr. 1) und 300°C

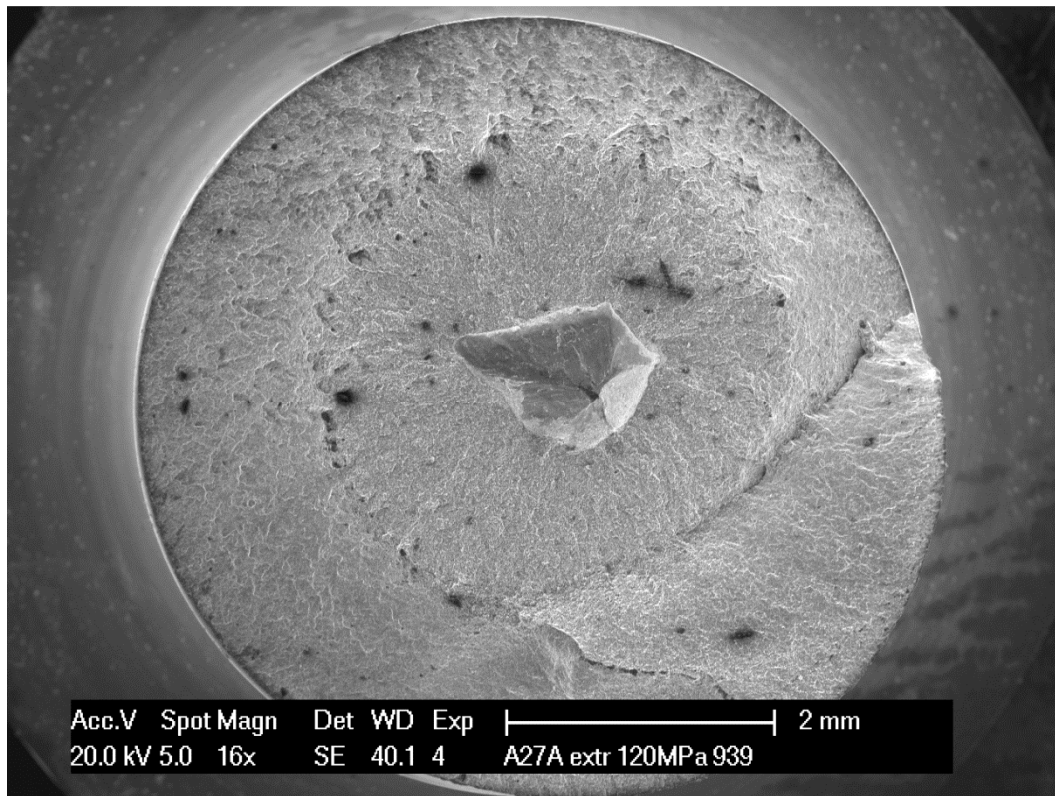


Abbildung 116: REM-Übersicht der Probe A27A extrudiert bei 120MPa (Nr. 1) und 300°C

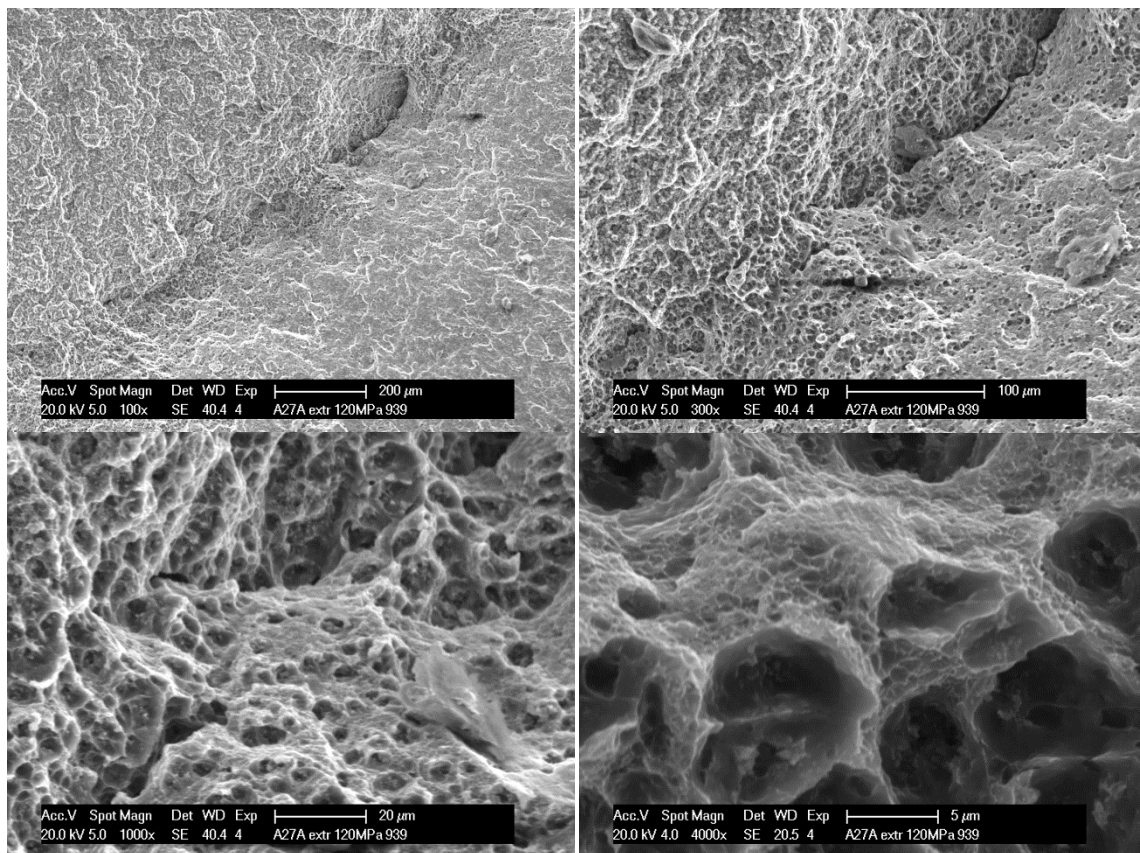


Abbildung 117: REM-Detail der Probe A27A extrudiert bei 120MPa (Nr. 1) und 300°C

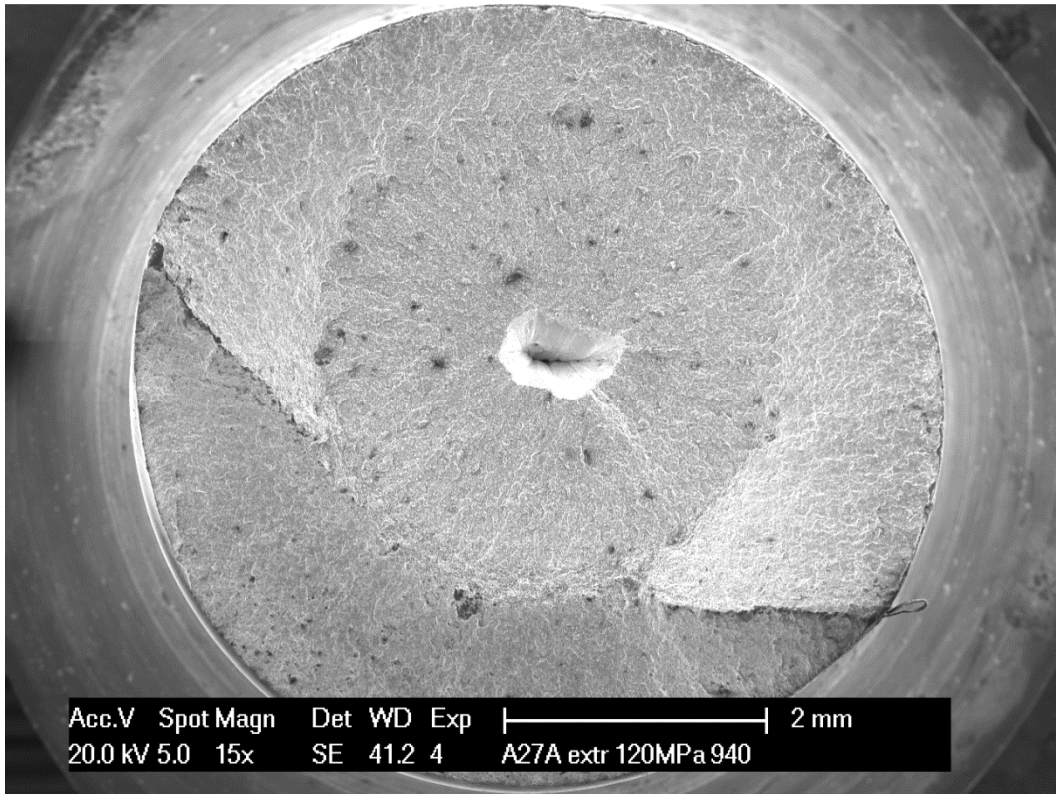


Abbildung 118: REM-Übersicht der Probe A27A extrudiert bei 120MPa (Nr. 2) und 300°C

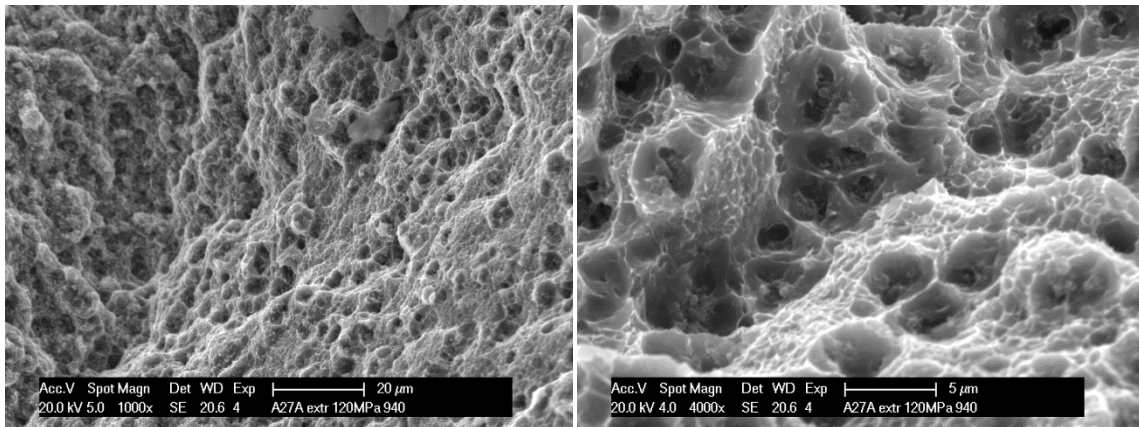


Abbildung 119: REM-Detail der Probe A27A extrudiert bei 120MPa (Nr. 2) und 300°C

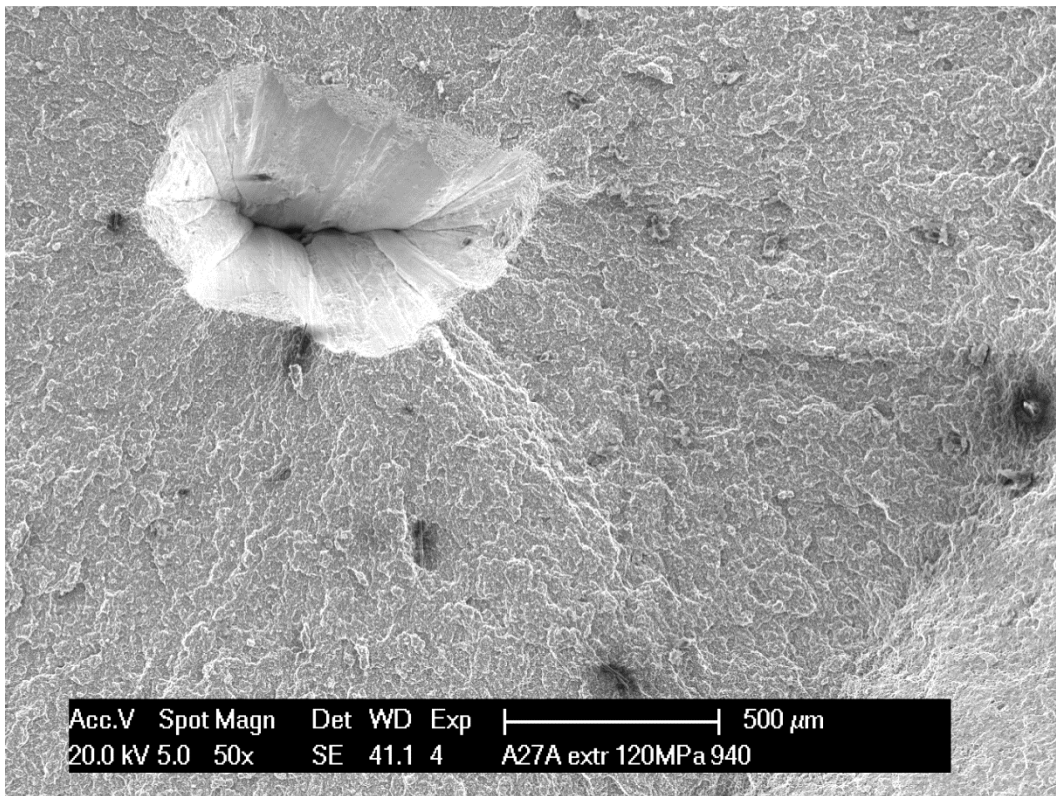


Abbildung 120: REM-Übersicht des Kraters der Probe A27A extrudiert bei 120MPa (Nr. 2) und 300°C

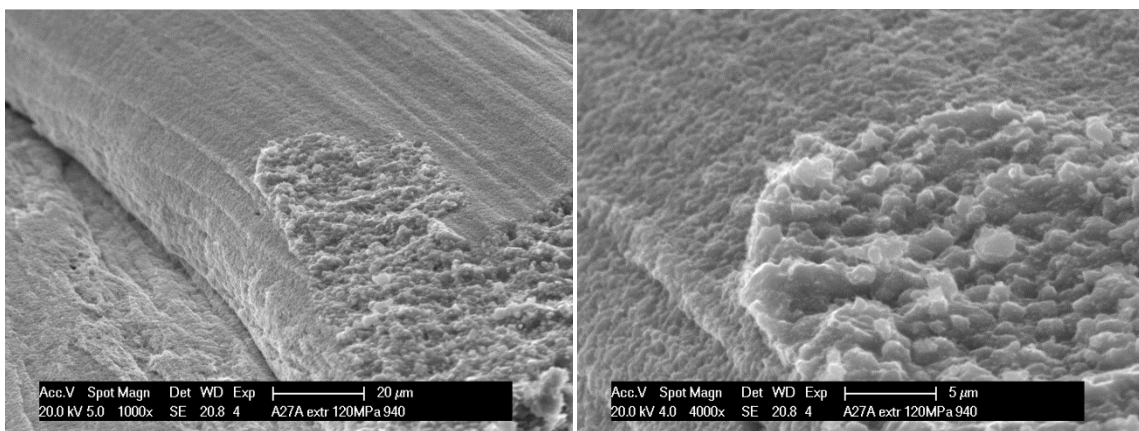


Abbildung 121: REM-Detail des Kraters der Probe A27A extrudiert bei 120MPa (Nr. 2) und 300°C

LM-Bilder

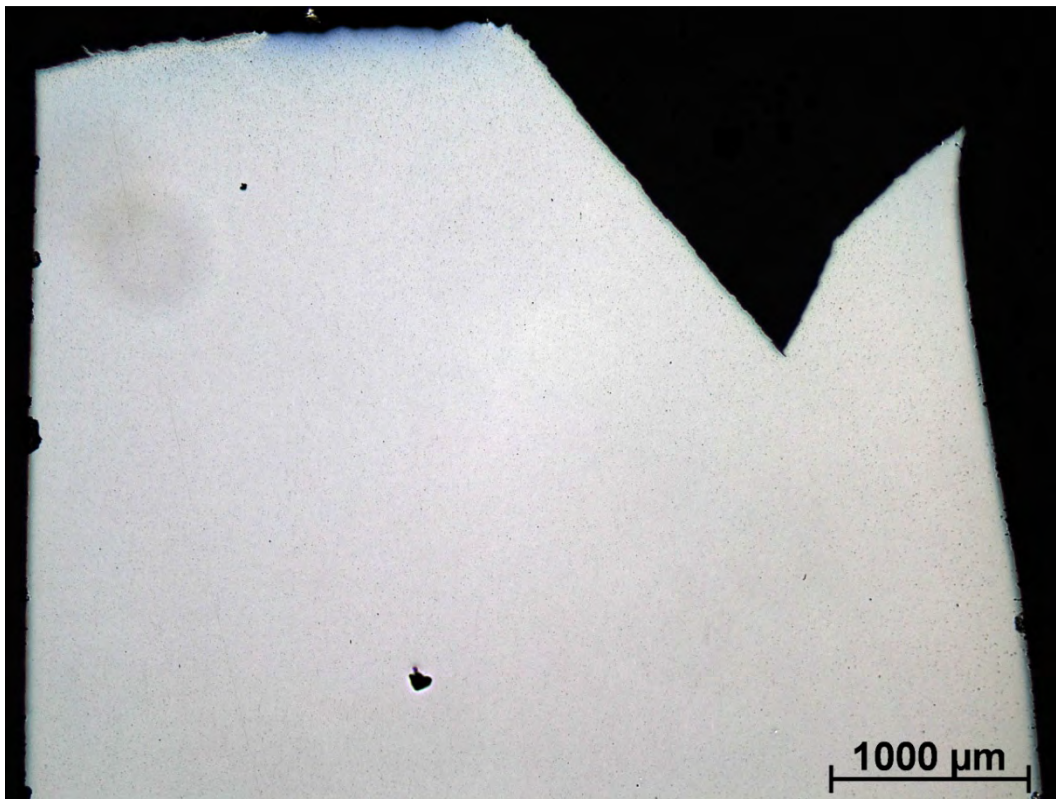


Abbildung 122: LM-Übersicht der Probe A27A extrudiert bei 80MPa und 350°C

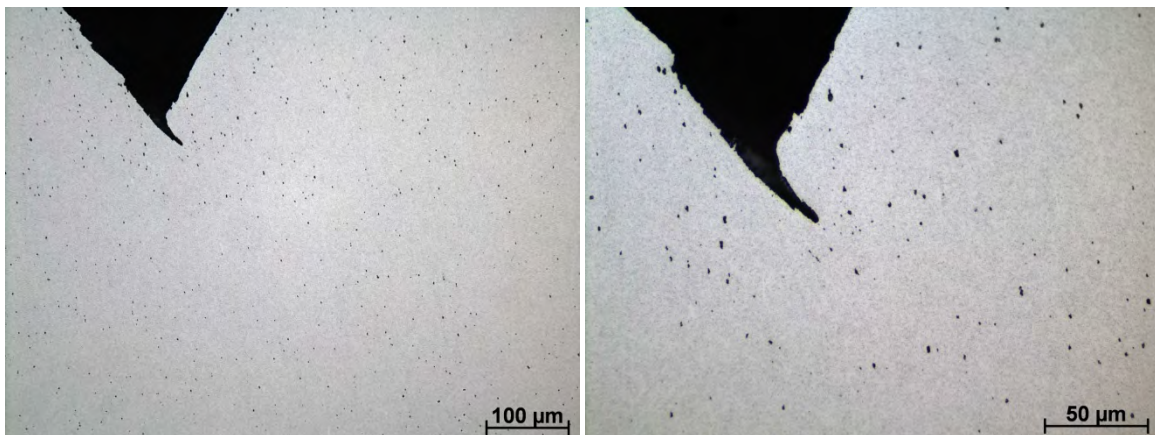


Abbildung 123: LM-Detail der Probe A27A extrudiert bei 80MPa und 350°C

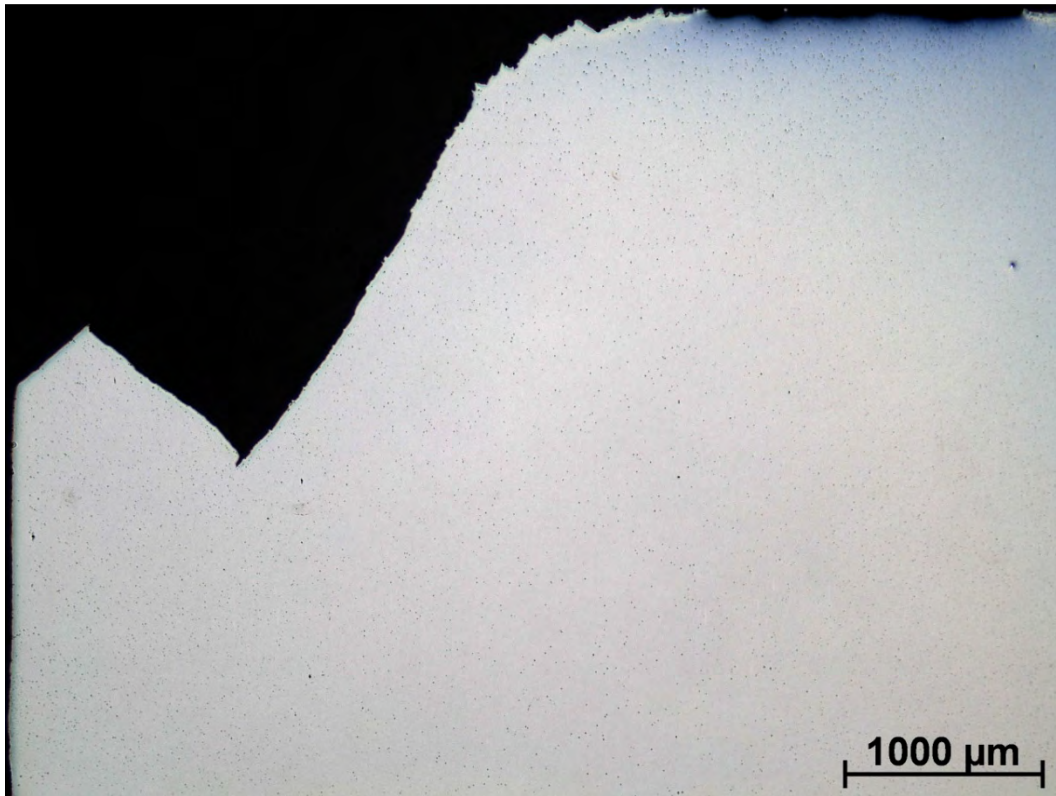


Abbildung 124: LM-Übersicht der Probe A27A extrudiert bei 80MPa und 400°C

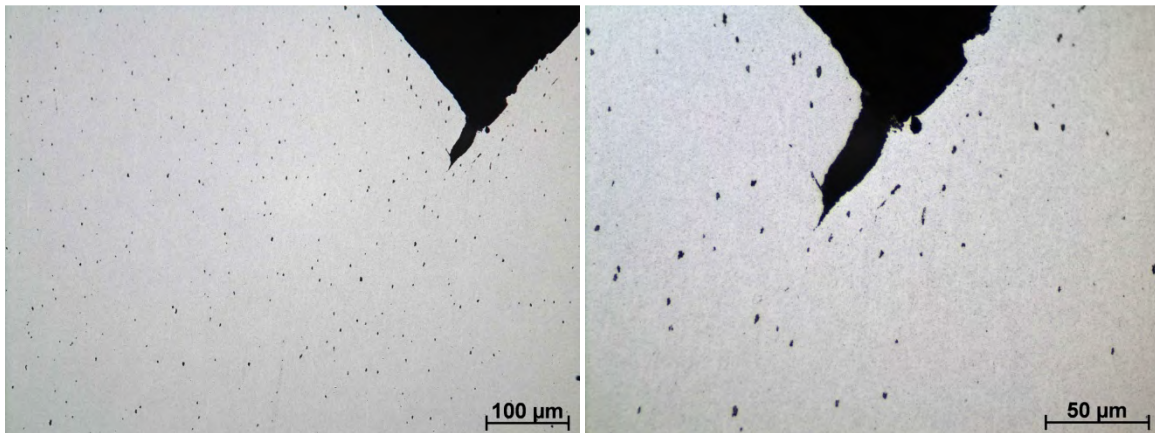


Abbildung 125: LM-Detail der Probe A27A extrudiert bei 80MPa und 400°C

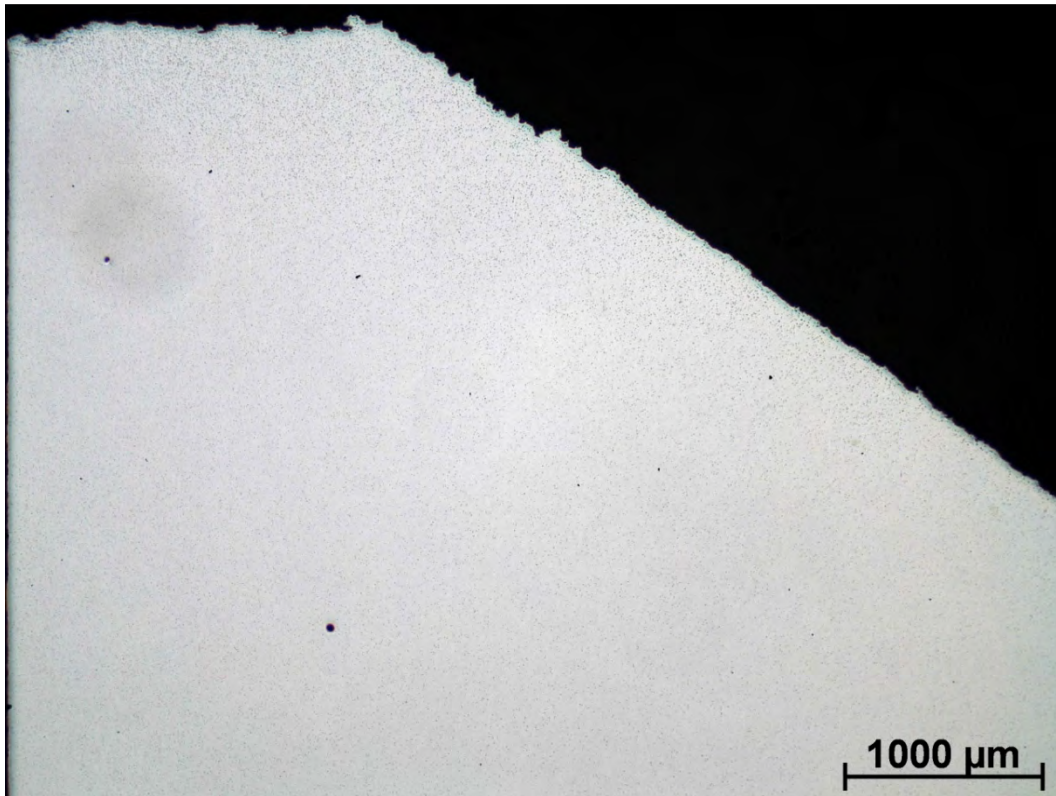


Abbildung 126: LM-Übersicht der Probe A27A extrudiert bei 80MPa und 500°C

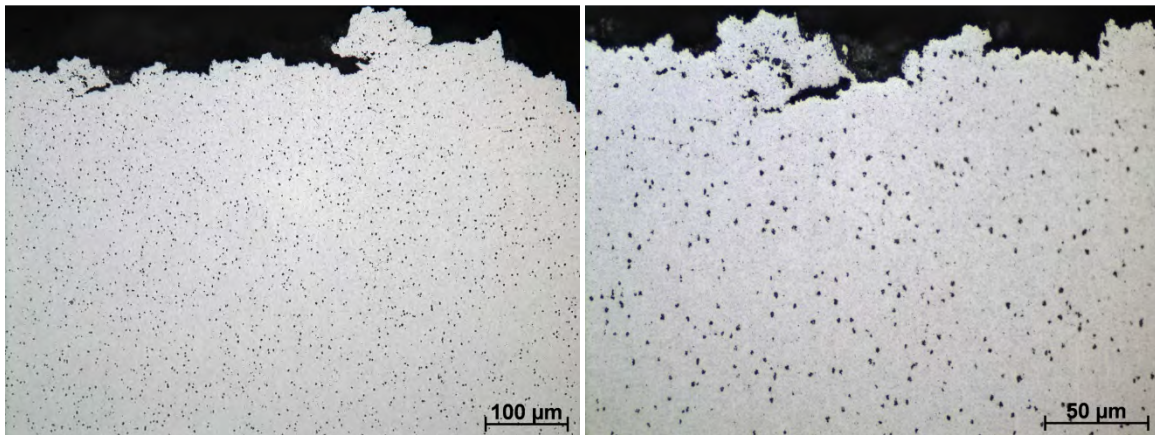


Abbildung 127: LM-Detail der Probe A27A extrudiert bei 80MPa und 500°C

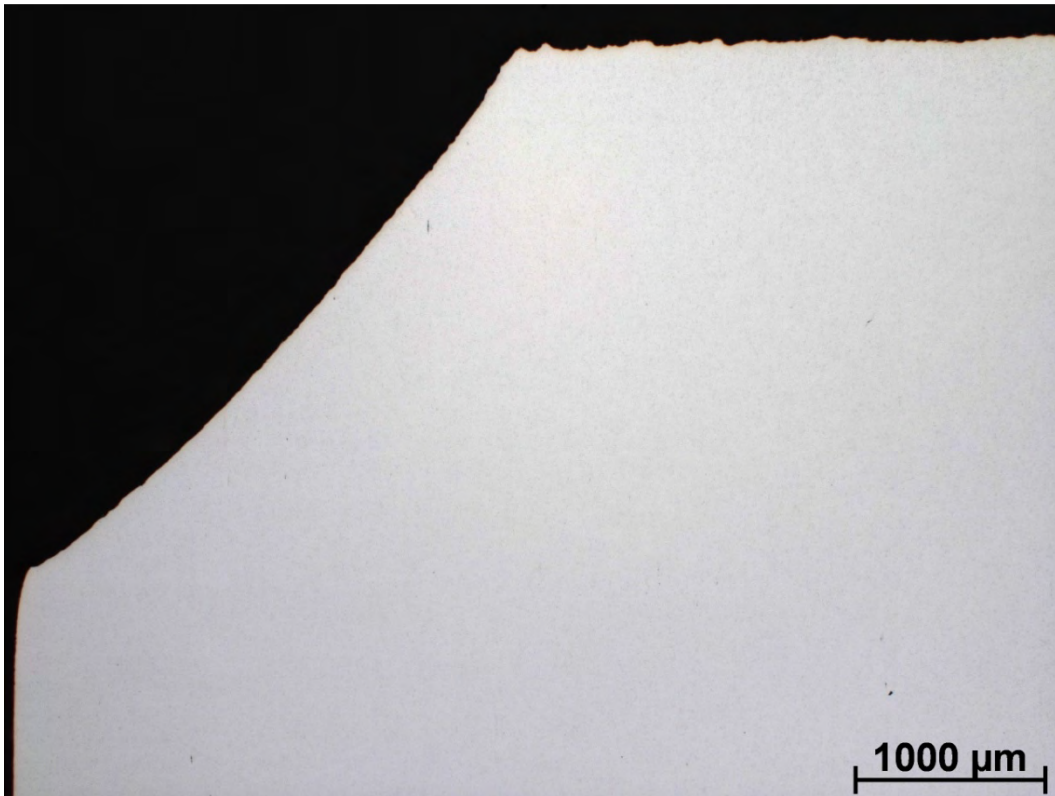


Abbildung 128: LM-Übersicht der Probe A27A extrudiert bei 100MPa (Nr. 1) und 300°C

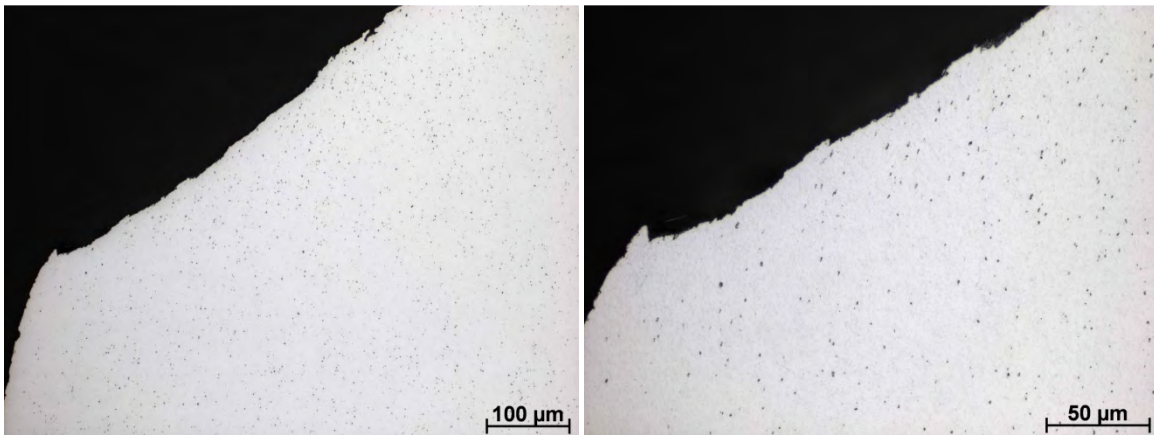


Abbildung 129: LM-Detail 1 der Probe A27A extrudiert bei 100MPa (Nr. 1) und 300°C

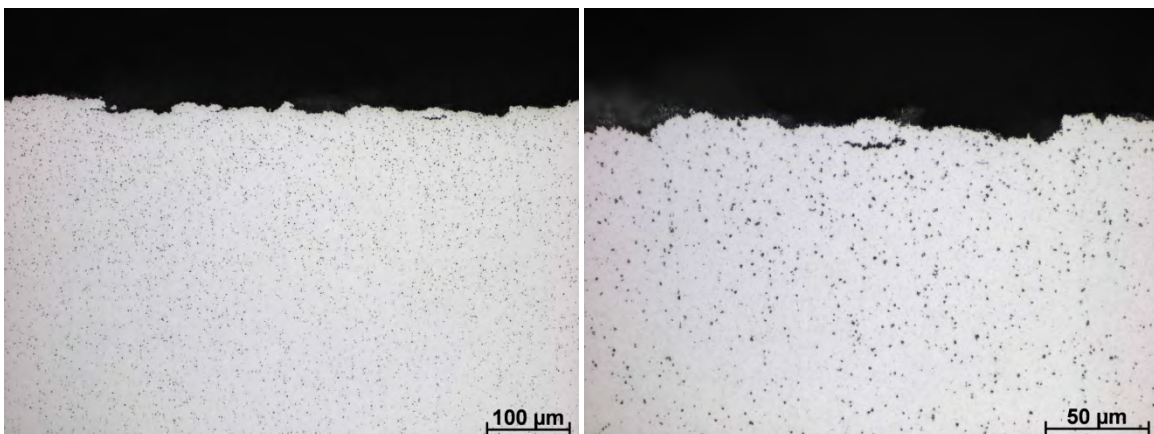


Abbildung 130: LM-Detail 2 der Probe A27A extrudiert bei 100MPa (Nr. 1) und 300°C

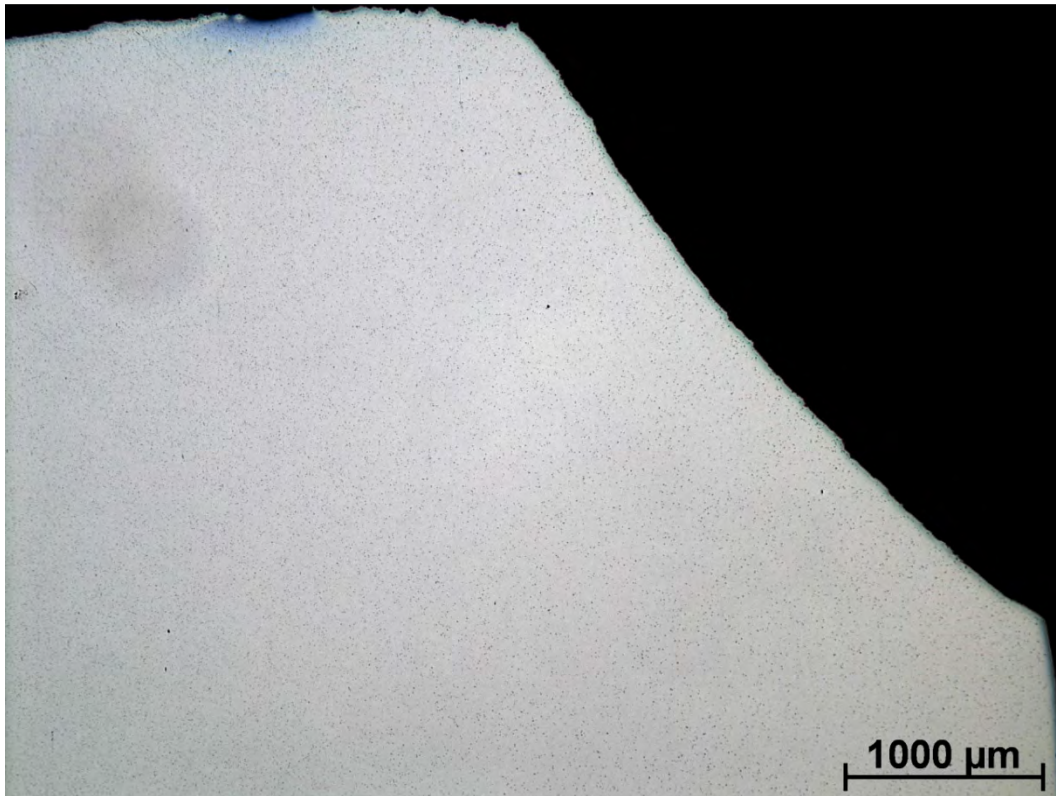


Abbildung 131: LM-Übersicht der Probe A27A extrudiert bei 100MPa (Nr. 2) und 300°C

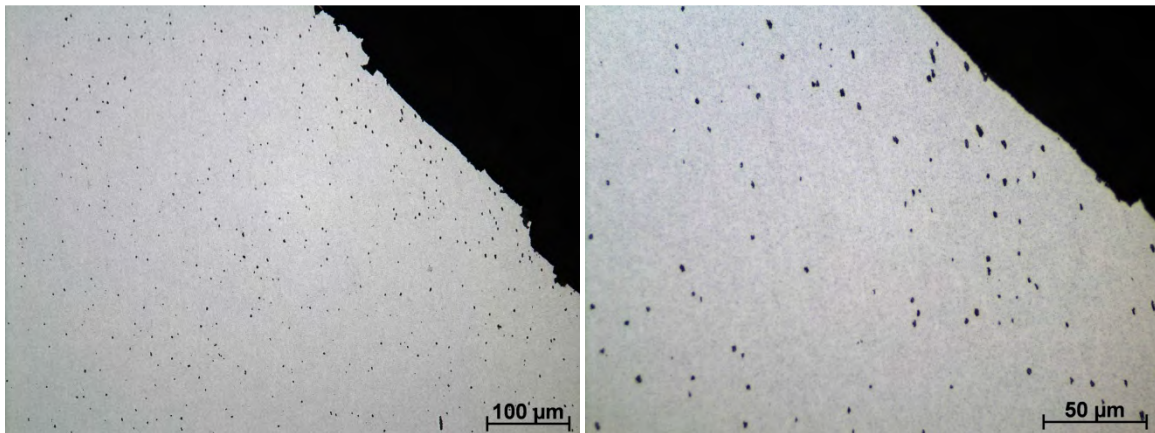


Abbildung 132: LM-Detail der Probe A27A extrudiert bei 100MPa (Nr. 2) und 300°C

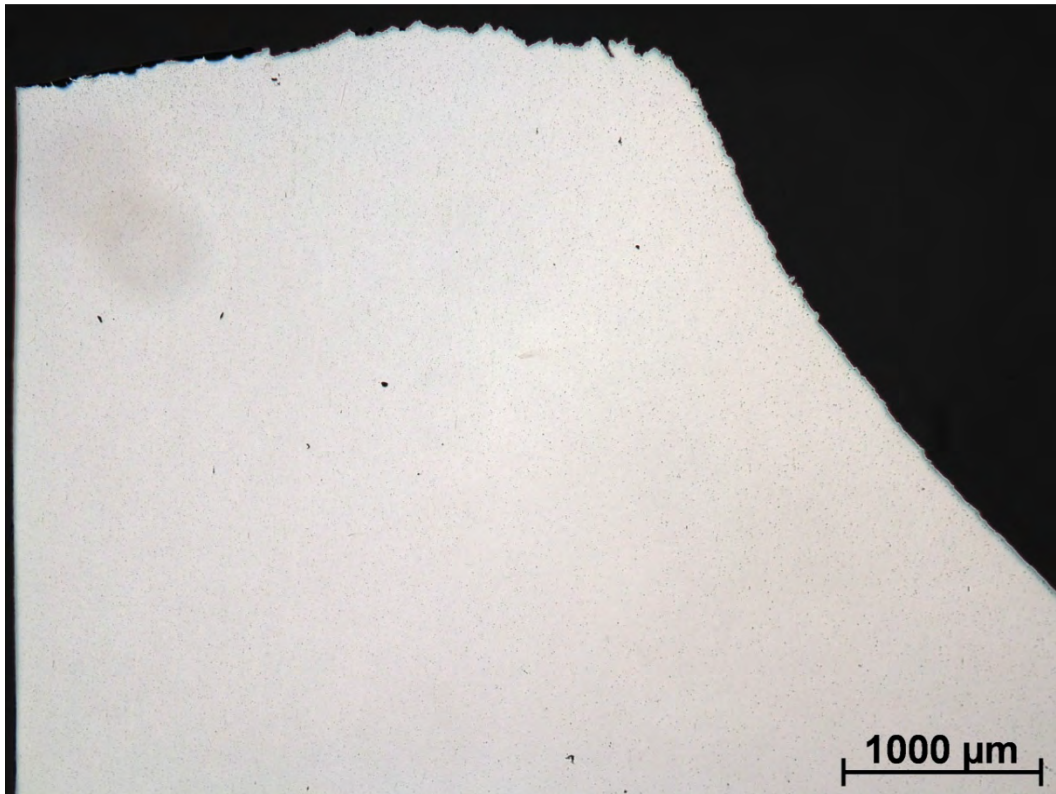


Abbildung 133: LM-Übersicht der Probe A27A extrudiert bei 110MPa (Nr. 1) und 300°C

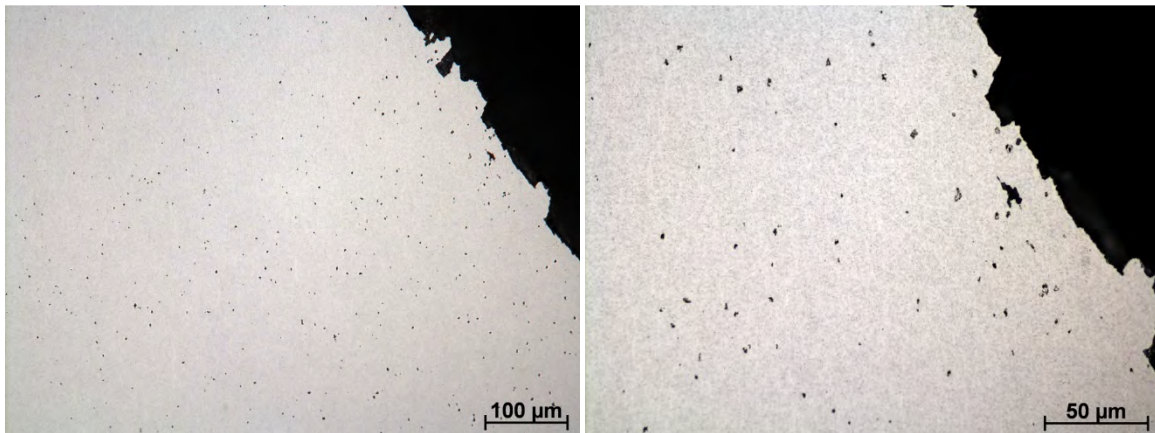


Abbildung 134: LM-Detail der Probe A27A extrudiert bei 110MPa (Nr. 1) und 300°C

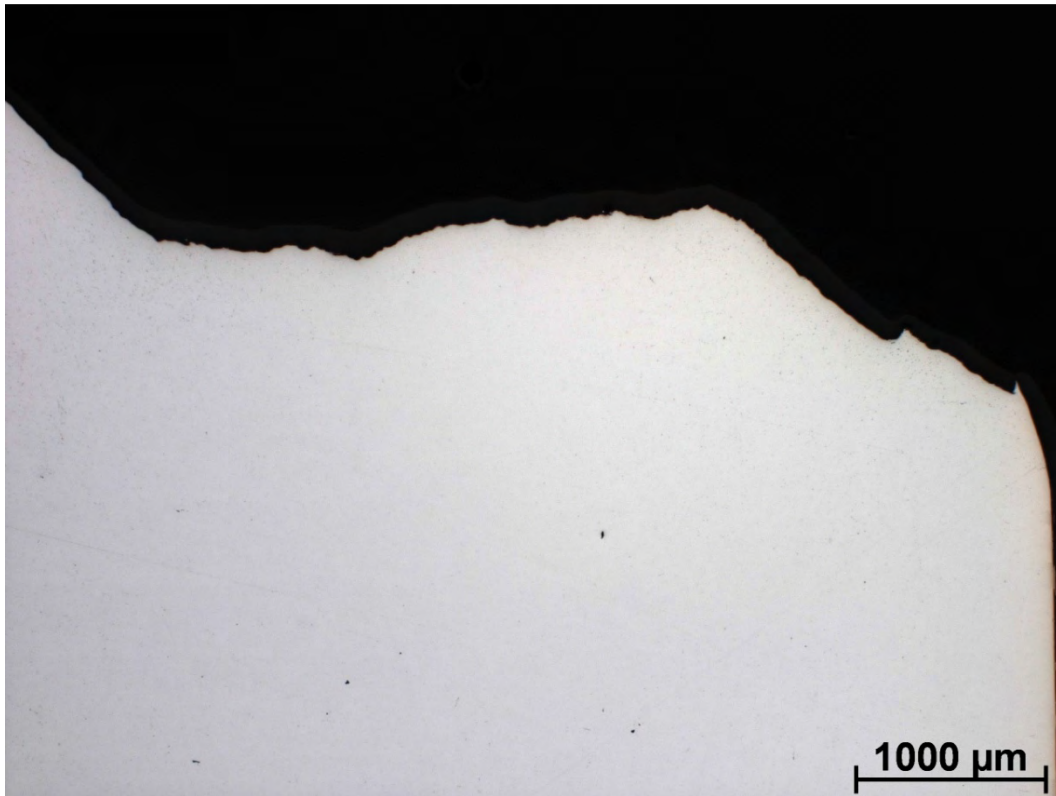


Abbildung 135: LM-Übersicht der Probe A27A extrudiert bei 120MPa (Nr. 1) und 300°C

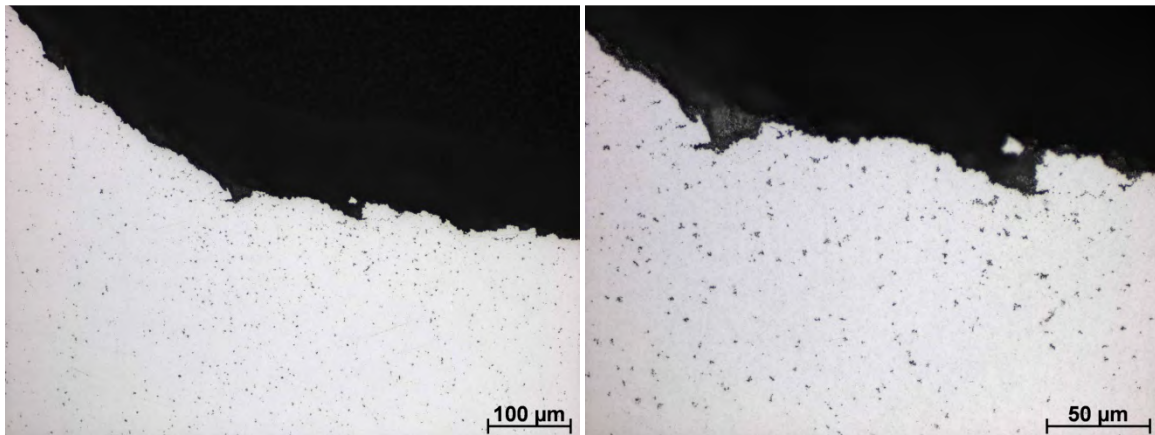


Abbildung 136: LM-Detail 1 der Probe A27A extrudiert bei 120MPa (Nr. 1) und 300°C

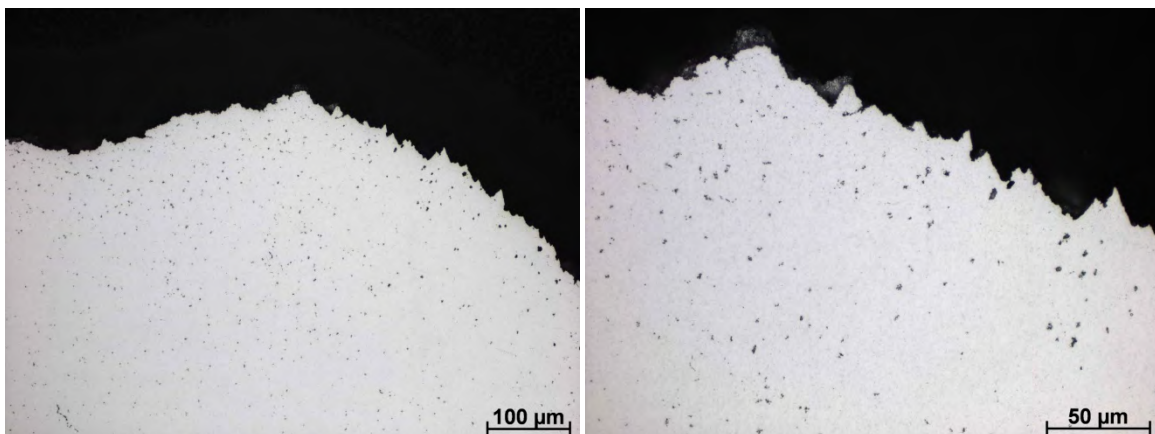


Abbildung 137: LM-Detail 2 der Probe A27A extrudiert bei 120MPa (Nr. 1) und 300°C

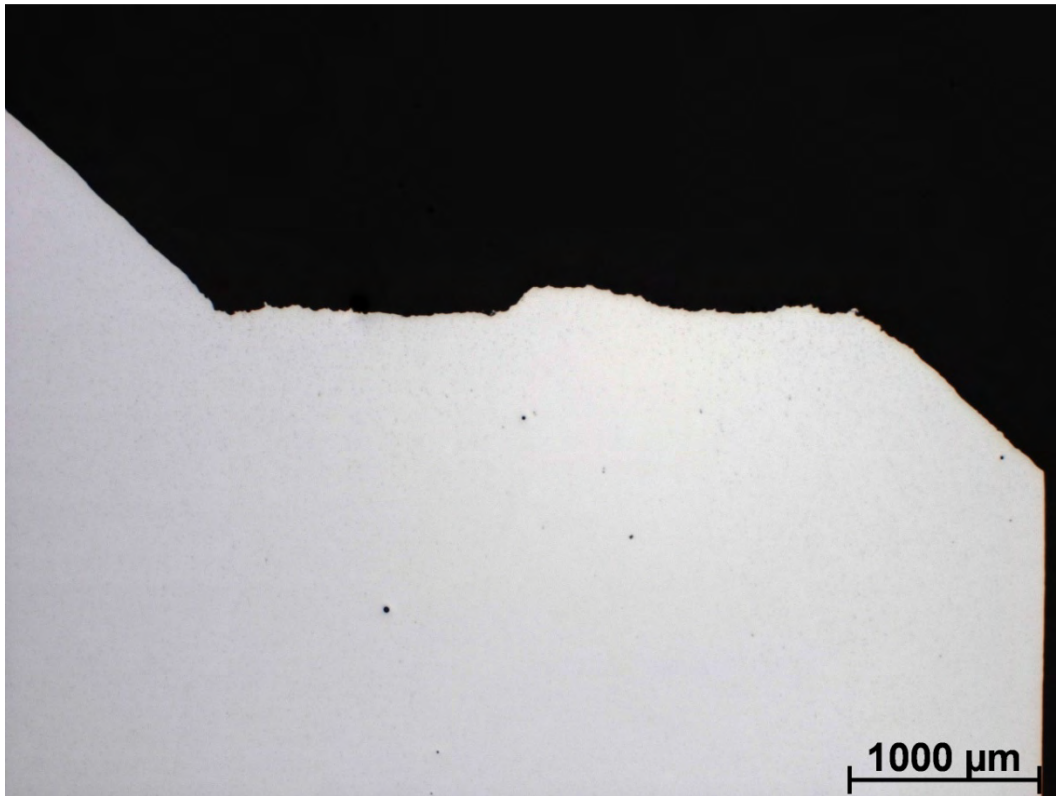


Abbildung 138: LM-Übersicht der Probe A27A extrudiert bei 120MPa (Nr. 2) und 300°C

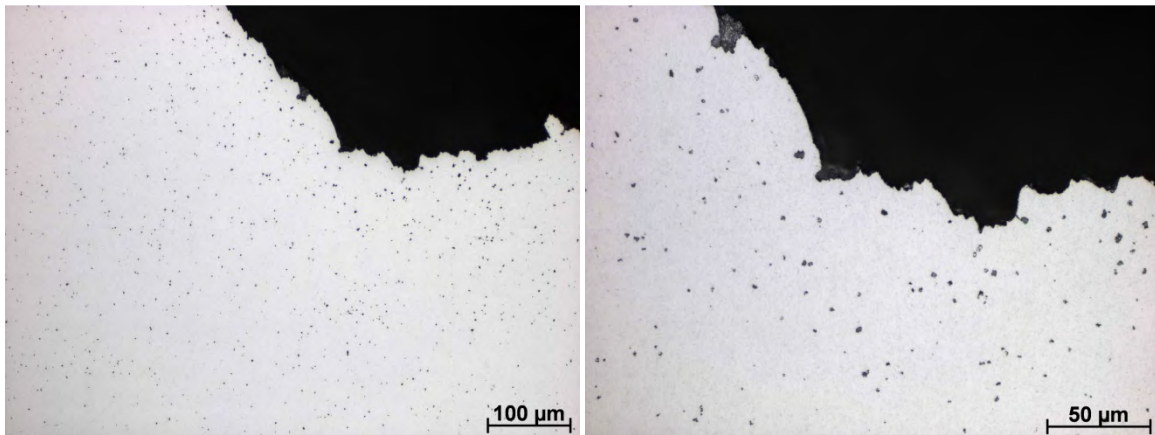


Abbildung 139: LM-Detail 1 der Probe A27A extrudiert bei 120MPa (Nr. 2) und 300°C

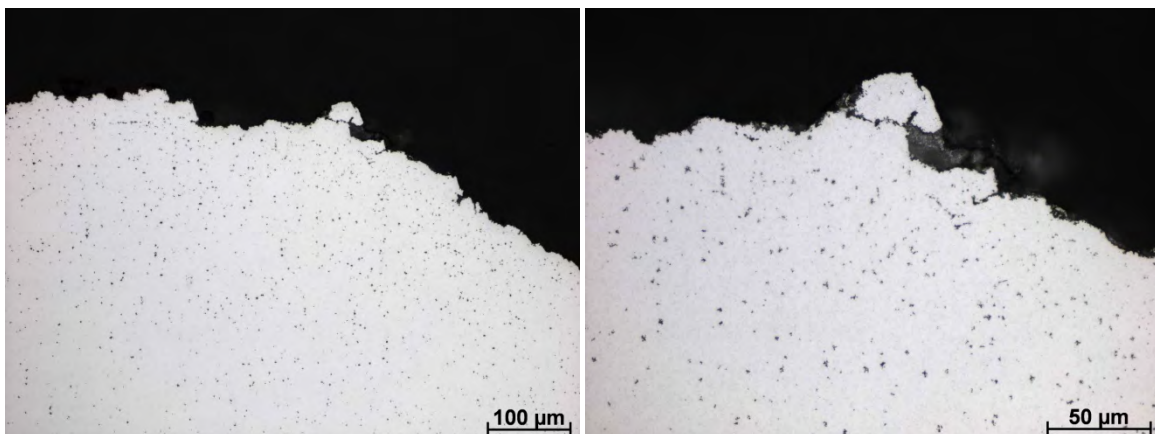


Abbildung 140: LM-Detail 2 der Probe A27A extrudiert bei 120MPa (Nr. 2) und 300°C