



Montanuniversität Leoben – University of Leoben

Department Metallurgie – Department of Metallurgy

Nichteisenmetallurgie – Nonferrous Metallurgy



Dissertation

Thema:

Optimierung von Aluminium-Knetlegierungen der 7xxx-Serie



Ersteller:

Dipl.-Ing. Gernot K.-H. Kolb

Betreuer:

Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Helmut Antrekowitsch

Ass.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Stefan Pogatscher

Leoben, April 2017

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Affidavit

I declare in lieu oath, that I wrote this thesis and performed the associated research myself, using only literature cited in this volume.

.....

Datum

.....

Gernot K.-H. Kolb

Danksagung

Mein besonderer Dank gilt Herrn Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Helmut Antrekowitsch, Lehrstuhl für Nichteisenmetallurgie, für die Möglichkeit meine Dissertation im Bereich der Nichteisenmetallurgie zu verfassen.

Auch Herrn Ass.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Stefan Pogatscher spreche ich meinen Dank für den gezielten Input, die unzähligen spannenden Diskussionen sowie die Anregungen und Denkanstöße bei der Verwirklichung der Untersuchungen, die zu neuen Ideen geführt haben und dass er stets ein offenes Ohr für die relevanten Themen und Anliegen meiner Dissertation hatte, aus.

Danke auch an Herrn em. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Peter J. Uggowitzer von der ETH Zürich für die anregenden Diskussionen und den fortwährenden Impulsen zur Erreichung der Ziele.

Sehr herzlich danken möchte ich auch dem Sekretariat Claudia Hackl, Verena Zirngast und Bettina Seidl für die aufwändigen administrativen Tätigkeiten im Hintergrund. Einen weiteren Dank darf ich den Technikern Erich Troger, Thomas Link, Christian Bartelme, Ing. Andreas Sprung und Lukas Mayer sowie dem studentischen Mitarbeiter Andreas Polt und meiner Kollegin Stefanie Scheiber für die tatkräftige Unterstützung bei der Vorbereitung der Versuche sowie auch während der Versuchsdurchführung aussprechen. Danke auch an Julia Messics für die Unterstützung bei der metallographischen Probenpräparation.

Ich bedanke mich ebenfalls bei der AMAG Austria Metall AG, speziell bei dem Projektleiter Herrn Dipl.-Ing. Daniel Pöschmann, für die Bereitstellung der erforderlichen Daten, des erforderlichen Versuchsmaterials sowie der Diskussionsbereitschaft, da dieses Know-How den Fortschritt und Erfolg der Versuche wesentlich beeinflusst hat.

Meiner Familie möchte ich herzlich für die Unterstützung während des Doktoratsstudiums auf vielerlei Arten danken. Als erstes gilt mein unendlicher Dank meiner Gattin Stephanie, dass sie mir über all die Jahre treu zur Seite gestanden ist, mich in allen Lebenslagen unterstützt, meine Launen ertragen, mir Mut zugesprochen und mich fortwährend motiviert sowie stets den Rücken frei gehalten hat. Auch meinen Eltern Ingeborg und Karl-Heinz danke ich, die mir den Grundstein des Studiums ermöglicht haben und mich bis zum Schluss immer unterstützt haben. Einen besonderen Dank auch an meine liebe Tante Herta—danke für alles was du mir/uns ermöglicht hast.

Kurzfassung

Stetig steigende Anforderungen hinsichtlich der Verbesserung von Produkteigenschaften sowie einer nachhaltigen Produktion verlangen von der Aluminiumindustrie laufend Innovationen und Entwicklungen zur Verringerung der Kosten und der Energieaufwendung in der Produktion. Im Besonderen sind die Wärmebehandlungen von Aluminium-knetlegierungen der AlZnMg(Cu)-Serie (7xxx) aufgrund des notwendigen aufwändigen Wärmebehandlungsprozesses ein zeit-, energie- und damit kostenintensiver Prozess. Um konkurrenzfähig zu bleiben, dürfen sowohl die Legierungen in ihrer Konstitution, als auch die Wärmebehandlungen, welche einen Einsatz der Legierungen erst ermöglichen, in ihrer Entwicklung nicht stehen bleiben, sondern müssen weiter optimiert werden. Konventionell wird zur Erreichung der geforderten Ansprüche an die mechanischen Eigenschaften bei 7xxx-Legierungen nach dem Umformen lösungsgeglüht, mit Wasser rasch abgeschreckt, gereckt und abschließend warmausgelagert. Aus der Literatur der Luftfahrtbranche ist bekannt, dass zwei fundamental wichtige Materialeigenschaften von besonderer Bedeutung sind: Festigkeit und Zähigkeit. Da die Lebensdauer von Bauteilen in der Luftfahrt mit Rissfortschritt und Ermüdung, also hoher Zähigkeit, definiert werden, zugleich aber das Gewicht der Fahrzeuge (Flugzeug, Helikopter etc.) so gering wie möglich und daher die Festigkeit bei gleichem Werkstoff (Aluminium) ein Optimum erreichen soll, sind es diese zwei Eigenschaften, die miteinander verknüpft werden müssen. Bis zu einem gewissen Grad ist das durch konventionelle Wärmebehandlungen gegeben. In dieser Arbeit erfolgte einerseits eine Untersuchung des Wärmebehandlungskonzeptes des „Interrupted Quenchings“ (I.Q.) und dessen Auswirkung auf die mechanischen Kennwerte für Luftfahrtplatten im 7xxx-Legierungssystem, andererseits wurden fünf neue Werkstoffe auf Basis von Literatur, Patenten und unter Verwendung von CALPHAD-Tools (CALculation of PHase Diagrams) in Anlehnung an die Legierung EN-AW-7050 generiert. Es kamen thermische Analysen zur Bestimmung der Phasenauflösungs- und Schmelztemperaturen zum Einsatz. Weiters erfolgte ein Vergleich dieser Ergebnisse mit berechneten Phasendiagrammen, die mittels FactSage®, MatCalc und Pandat™ erzeugt wurden. Die erhaltenen Daten dienen zur Einstellung der notwendigen sowie limitierenden Temperaturen während des Homogenisierens zum Zwecke der gleichmäßigen Elementverteilung. Zur Beurteilung von Gefügebestandteilen fanden dazu Differentialkalorimetrie, licht- als auch elektronenmikroskopische Methoden Anwendung. Die Auswirkung von verschiedenen Gehalten an Legierungselementen und der Homogenisierungsbehandlung stand im Zentrum dieser Untersuchungen. Die Licht- und Rasterelektronenmikroskopbilder geben einen Einblick in das Gefüge der Legierungen bei der Herstellung.

Abstract

Constantly increasing requirements for an improvement of product properties and a sustainable production constantly demand innovations and developments from the aluminum industry to reduce the costs and energy expenditure for the production. In particular, the heat treatment of aluminium wrought alloys of the AlZnMg (Cu) series (7xxx) is a time-, energy- and cost-intensive process due to the necessary complex heat treatment process. In order to remain competitive, both the alloys in their constitution and the heat treatments, which make the use of the alloys possible, need to be optimized. Conventionally, to achieve the required demands on the mechanical properties of 7xxx alloys, the material is annealed after forming, rapidly quenched, stretched, and finally artificially aged. From the literature two fundamentally important material properties are known to be of importance: strength and toughness. Since the service life of components in aviation is defined by crack propagation and fatigue, high toughness is required, the weight of the vehicles (aircraft, helicopters, etc.) need to be as low as possible and therefore the strength should be as high as possible. These are two characteristics that must be linked together. To a certain extent, this is possible through the standard heat treatment in 7xxx alloys. In this work, the heat treatment concept of interrupted quenching (I.Q.) and its effect on the mechanical properties of aircraft plates in the 7xxx alloy system was studied. On the other hand, five new alloys based on literature and patents combined with thermodynamic CALPHAD tools based on the alloy EN-AW-7050 were created. Thermal analyzes were used to determine the phase transition behavior. Moreover, these results were compared with calculated phase diagrams generated by FactSage®, MatCalc and Pandat™. The obtained data were used to adjust the necessary and limiting temperatures during homogenization for the purpose of uniform element distribution. For the assessment of structural properties, differential calorimetry as well as light- and electron microscopy methods were used. The effect of different contents of alloying elements and the homogenization treatment was revealed.

Inhaltsverzeichnis

1	EINLEITUNG	1
2	PROBLEMSTELLUNG, ZIELSETZUNG UND LÖSUNGSANSATZ	1
2.1	Problemstellung	1
2.2	Lösungsansatz.....	2
3	STAND DES WISSENS	4
3.1	Festigkeitssteigernde Mechanismen	4
3.1.1	Versetzungen (Kaltverfestigung)	5
3.1.2	Korngrenzen (Feinkornhärtung)	5
3.1.3	Mischkristallhärtung	6
3.1.4	Teilchenhärtung (Dispersionshärtung)	6
3.2	Aushärtbare Aluminiumknetlegierungen.....	8
3.3	Aufbau von Al-Zn-Mg-Knetlegierungen	10
3.4	Aufbau von Al-Zn-Mg-Cu-Knetlegierungen.....	13
3.5	Wärmebehandlungen.....	16
3.5.1	Umformung	18
3.5.2	Homogenisierung.....	18
3.5.3	Lösungsglühung.....	19
3.5.4	Abschrecken	21
3.5.5	Kalt- und Warmauslagerung.....	24
4	METHODEN ZUR CHARAKTERISIERUNG.....	34
4.1	Werkstoffcharakterisierung.....	34
4.1.1	Härteprüfung	34
4.1.2	Zugprüfung	35
4.1.3	Kerbschlagbiegeversuch.....	36
4.1.4	Bruchzähigkeitstest.....	36
4.1.5	Korrosionstest	36
4.1.6	Metallographie	37
4.1.7	Funkenspektrometrie	38
4.1.8	Rasterelektronenmikroskopie.....	38
4.1.9	Transmissionselektronenmikroskopie	39
4.2	Thermodynamische Differenzkalorimetrie	40
4.3	Thermodynamische Berechnungen.....	42
4.3.1	Methodik der thermodynamischen Berechnung	42
4.3.2	Phasenmodellierung	43
4.3.3	Phasengleichgewichtsberechnungen	43

5	RESULTATE UND DISKUSSION.....	44
5.1	„Interrupted Quenching“ (I.Q.).....	44
5.1.1	Probendimension und Probenentnahmeposition (I.Q.).....	44
5.1.2	Legierung 7050.....	46
5.1.3	Legierung 7020.....	49
5.1.4	Versuchsergebnisse von 7050.....	51
5.1.5	Versuchsergebnisse von 7020.....	54
5.1.6	Diskussion der Ergebnisse von Legierung 7050 und 7020.....	55
5.1.7	Strategieänderung der Wärmebehandlung.....	57
5.1.8	Ergebnisse und Diskussion des überarbeiteten Konzeptes von 7050.....	58
5.1.9	Langzeitkaltauslagerung von 7050.....	72
5.1.10	Ergebnisse und Diskussion des überarbeiteten Konzeptes von 7020.....	74
5.2	Legierungsdesign von 7xxx-Aluminiumlegierungen.....	77
5.2.1	Entwicklung von Versuchslegierungen.....	77
5.2.2	Thermodynamische Berechnung der Legierungen.....	78
5.2.3	Laborversuche.....	81
5.2.4	DSC-Messungen im Gusszustand und „Onset“-Bestimmung.....	82
5.2.5	Homogenisierungsvariation.....	86
5.2.6	DSC-Ergebnisse und Gefügeanalyse der Homogenisierungsvariation.....	89
5.2.7	Untersuchung zum vergrößerten Maßstab im Labor.....	95
6	ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK.....	103
7	LITERATURVERZEICHNIS.....	106
8	ABBILDUNGSVERZEICHNIS.....	116
9	TABELLENVERZEICHNIS.....	122
10	ANHANG.....	123
10.1	Thermodynamische Berechnungen mit FactSage®.....	123
10.2	Thermodynamische Berechnungen mit MatCalc.....	128
10.3	Thermodynamische Berechnungen mit Pandat™.....	131
10.4	DSC-Messungen: Opticastproben.....	136
10.5	Gefügaufnahmen: Opticastproben.....	138
10.6	REM-Aufnahmen: Opticastproben.....	141
10.7	DSC-Messungen: Homogenisierung bei 465 °C, 8 h.....	143
10.8	Gefügaufnahmen: Homogenisierung bei 465 °C, 8 h.....	146
10.9	REM-Aufnahmen: Homogenisierung bei 465 °C, 8 h.....	148
10.10	DSC-Messungen: Homogenisierung bei 470 °C, 24 h.....	151

10.11	Gefügeaufnahmen: Homogenisierung bei 470 °C, 24 h	153
10.12	REM-Aufnahmen: Homogenisierung bei 470 °C, 24 h.....	156
10.13	DSC-Messungen: Homogenisierung bei 470 °C, 48 h.....	158
10.14	Gefügeaufnahmen: Homogenisierung bei 470 °C, 48 h	161
10.15	REM-Aufnahmen: Homogenisierung bei 470 °C, 48 h.....	163
10.16	Gussbarren des vergrößerten Labormaßstabes.....	166
10.17	Funkenanalyse der erzeugten Legierungen	168
10.18	Beurteilung der Gussqualität.....	171
10.19	Gefügeanalyse der Beizscheiben.....	173

1 Einleitung

Werkstoffe aus Aluminium finden seit geraumer Zeit in sehr vielen verschiedenen Gebieten der Technik Anwendung. Aus der Sichtweise von sowohl technischen als auch wirtschaftlichen Aspekten bietet Aluminium aufgrund der geringen Dichte von nur $2,7 \text{ g/cm}^3$ gegenüber anderen Werkstoffen vergleichsweise günstige Eigenschaften. Vor allem auf dem Sektor „Aerospace und Automobil“ können durch die Gewichtseinsparung und der langen Lebensdauer Treibstoff und CO_2 -Emissionen eingespart werden. Darüber hinaus ist es möglich, die Eigenschaften einer Legierung durch Wärmebehandlungen und/oder Legierungszusätze zu variieren und zu verbessern. Neuartige oder modifizierte Wärmebehandlungsstrategien stellen einen großen Bereich für die Optimierung der Eigenschaften von Aluminium-Knetlegierungen dar, weil durch gezielte Wärmebehandlungen und verschiedene Auslagerungsbedingungen die Wirksamkeit der einzelnen Legierungselemente im Detail untersucht werden kann. Hier ist die gegenseitige Beeinflussung der verschiedenen Elemente auf die Löslichkeit, Bildung und Ausscheidung von intermetallischen Phasen sowie das Aushärtungsverhalten von essentieller Bedeutung. Meistens hat eine Optimierung einer gewünschten Eigenschaft der Legierung sehr häufig die unangenehme Folge, dass eine andere wieder nachteilig beeinflusst wird. Aufgrund der hohen Festigkeit, der guten Korrosionsbeständigkeit, der ausgezeichneten Weiterverarbeitbarkeit und Recyclingfähigkeit findet Aluminium zahlreiche Anwendungsmöglichkeiten. Wegen der großen Diversität von Aluminiumwerkstoffen weist jede Legierungsklasse spezielle Eigenschaften wie Festigkeit, Härte, Bruchzähigkeit oder Korrosionsbeständigkeit auf. Die Forderung bezüglich einer Gewichtseinsparung bei gleichbleibend hohen Festigkeits-, Dehnungs- und Bruchzähigkeitseigenschaften bringt die aktuell verfügbaren Materialien jedoch an ihre Grenzen. [1–6]

Ziel der vorliegenden Arbeit ist es, mit Hilfe einer alternativen Wärmebehandlung sowie durch Variation der chemischen Zusammensetzung und/oder einer Kombination aus beiden Lösungsansätzen die Festigkeit der bestehenden Legierung AA7050 bei gleichbleibenden anderen Eigenschaften (Dehnung, Zähigkeit, Korrosionsbeständigkeit) anzuheben. Es wird eine Optimierung einer 7xxx-Aluminiumknetlegierung auf Basis von AA7050 angestrebt. Dabei soll unter Miteinbeziehung von thermodynamischen Berechnungen eine Variation der Hauptlegierungselemente Zn, Mg und Cu erfolgen. Auf Basis der Prognosen sind für die designten Legierungen individuelle und optimale Homogenisierungsbedingungen zu testen. Durch eine Bestimmung der im Werkstoff vorliegenden Mikrostruktur (Korngröße) als auch der sich während der Wärmebehandlung bildenden ausscheidungshärtenden Phasen (GPI- und GPII-Zonen sowie η' - und η) können Rückschlüsse auf die Eigenschaften geschlossen werden. Die verwendeten Methoden umfassen im Wesentlichen eine chemische Analyse,

eine metallographische Schliffpräparation als auch stereo-, licht-, raster- und transmissionselektronenmikroskopische Aufnahmen. Durch diese Analysen soll eine eindeutige Charakterisierung des Gefüges möglich sein. Zusätzlich werden auch Prüfmethode wie Härte- und Zugprüfung, Kerbschlagbiegeversuche sowie Bruchzähigkeitstests zur mechanischen Kennwertermittlung herangezogen. Die gewonnenen Erkenntnisse der Dissertation dienen nicht nur zur Entwicklung eines neuartigen Wärmebehandlungsverfahrens mit verbesserten mechanischen Kennwerten von Aluminiumprodukten oder neuer 7xxx-Aluminiumlegierungen, sondern können auch für die Optimierung von verschiedenen anderen Legierungsklassen eingesetzt werden.

2 Problemstellung, Zielsetzung und Lösungsansatz

Die Flugzeugindustrie ist bestrebt, allen Personen höchste Sicherheit und Wirtschaftlichkeit zu bieten. Das kommerzielle Design von Flugzeugen erfordert von den verwendeten Materialien je nach Einsatzbereich die unterschiedlichsten Werkstoffeigenschaften. Ein anhaltender Trend dabei ist eine stetige Verringerung von Blech- oder Plattendicken bei gleicher oder höherer Festigkeit, um Gewicht und damit einhergehend Treibstoff sowie CO₂ einzusparen. Dabei entstehen sehr strenge Materialanforderungen an die aluminiumerzeugende- und verarbeitende Industrie, welche nur durch kontinuierliche Forschung und Prozessoptimierung erfüllt werden können.

2.1 Problemstellung

Flugzeugstrukturbauteile aus Aluminium sind neben höchsten Belastungen (Startgewicht Airbus A380 bis 600 Tonnen) auch den widrigsten Bedingungen ausgesetzt. Beispielsweise können auf einem Flughafen im Sommer bis zu 40 °C Lufttemperatur vorliegen, während auf Reiseflughöhe -60 °C und zusätzlich Turbulenzen auftreten. Seitens der Flugzeugindustrie ist daher gefordert, dass die zu erwartenden Belastungen so lange ertragen werden können, dass ein möglicher Fehler bei einer vorgeschriebenen Inspektion oder einem nicht sicherheitsrelevanten Bauteil entdeckt und nach Möglichkeit repariert werden kann. In der Realität wird davon ausgegangen, dass jedes Bauteil nicht fehlerfrei ist. Fehler werden jedoch bis zu einer kritischen Größe toleriert, welche nicht einen kritischen Wert überschreiten. Die Fehlertoleranz ist dabei vom eingesetzten Werkstoff und der Belastungsart abhängig. Im Bereich der Technik wird in vielen Fällen von einer statischen Belastung ausgegangen. Bei Flugzeugen trifft diese Annahme nicht zu, da hierbei immer eine statische und dynamische Belastung (Start, Flug, Landung) vorliegt. Aufgrund dieser Bedingungen ist es erforderlich, neben einer entsprechenden Festigkeit auch einen erhöhten Widerstand gegenüber Rissausbreitung- und wachstum (Zähigkeit) zu gewährleisten, wobei mit einer höheren Festigkeit ein Gewichtseinsparungspotenzial bei längeren Lebens- und Inspektionszeiten einhergeht. [7, 8]

Fast alle kommerziellen Flugzeuge wurden ab etwa 1930 aus Aluminiumknetlegierungen der Serie 2xxx (Al-Cu-Mg) und 7xxx (Al-Zn-Mg-Cu) gefertigt. Bei den Al-Cu-Mg- und Al-Zn-Mg-(Cu)-Legierungen haben sich vor allem die Werkstoffe AA2024, AA7050 sowie AA7075 durch ihre hohen Festigkeiten kombiniert mit exzellenten schadenstoleranten Eigenschaften bewährt. Diese finden einen breiten Anwendungsbereich in Strukturbauteilen sowie im Tragflächenaufbau und Hüllenbereich. Wie auch andere hochfeste Materialien sind die zuvor erwähnten Aluminiumknetlegierungen auf lokalen Korrosionsangriff anfällig, welcher in

weiterer Folge ein Ausgangspunkt für Rissinitiierung- und ausbreitung unter wechselnder Belastung sein kann. [4, 7, 9]

2.2 Lösungsansatz

Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Erarbeitung des alternativen Wärmebehandlungskonzeptes „Interrupted Quenchings (I.Q.)“ für Al-Zn-Mg-(Cu)-Legierungen. Dabei sollen die mechanisch-dynamischen Minimalkennwerte von AA7050-Luftfahrtplatten im Zustand T6 erhöhte Festigkeitswerte bei zumindest gleichbleibenden bis leicht gesteigerten anderen Eigenschaften, wie beispielsweise die Spannungsrissskorrosionsbeständigkeit und Zähigkeit, aufweisen. Ergänzend wird angestrebt, die Auslagerungszeit gegenüber dem jetzigen Verfahren erheblich zu verkürzen und neben der Energieeinsparung positive Auswirkungen auf die Zähigkeit und Festigkeit im Vergleich zum Ist-Zustand zu erwirken. Ein weiteres Ziel ist die Aufklärung des Einflusses der Legierungselemente auf das Eigenschaftsprofil (Festigkeit, Bruchzähigkeit, Korrosionsbeständigkeit, Warmauslagerungszeit) von AlZnMg(Cu)-Werkstoffe und im Vergleich zum bisherigen Referenzmaterial EN AW-7050, höherfeste Legierungsvarianten zu entwickeln. Im Rahmen der Dissertation soll der industrielle Prozess zur Herstellung von 7xxx-Plattenwerkstoffen für die Luftfahrtbranche im Labor untersucht werden. Ziel dieses Teilbereichs ist es, ein umfassendes Verständnis des 7xxx-Legierungssystems in Hinblick auf die Wechselwirkung der einzelnen Legierungselemente zu erlangen. Mit den Ergebnissen aus der alternativen Wärmebehandlung sollen neue Optimierungspotenziale bezüglich der Produktqualität sowie der Energie- und Fertigungskosten entstehen. Die auftretenden wissenschaftlichen Herausforderungen können dabei wie folgt definiert werden:

- Bewertung und Auswirkung des Wärmebehandlungsverfahrens des „Interrupted Quenchings“ (I.Q.) auf die mechanisch-dynamischen Minimalkennwerte
 - Messung der Festigkeit, Härte, (Bruch)Zähigkeit und Spannungsrissskorrosionsbeständigkeit
 - Ermittlung des Zeit- und Energieeinsparungspotenziales für Qualitäten anderer Anwendungsbereiche
- Optimierung und Evaluierung des Einflusses der chemischen Zusammensetzung von AA7050 auf die erforderlichen Werkstoffeigenschaften
 - Abgrenzung einer optimalen chemischen Zusammensetzung durch bereits bestehende Patente und mit Hilfe der Literatur
 - Thermodynamische Berechnung und Herstellung ausgewählter Legierungskompositionen innerhalb und außerhalb des Normbereiches im Labormaßstab mit unterschiedlicher chemischer Zusammensetzung

- Messung und Darstellung von Seigerungen, Phasenauflösungen und Anschmelzungen neuer Legierungen
- Optimierung der Homogenisierungswärmebehandlung nach dem Abguss der Kleinstlaborproben hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften am Endprodukt
- Ermittlung eines Laborversuchskonzeptes zur repräsentativen Legierungsentwicklung
 - Definition des erforderlichen Versuchsablaufes unter Miteinbeziehung des Equipments, der Legierungsreihenfolge, der Temperaturführung und der Haltezeit der Metallschmelze
 - Erprobung eines Schmelzeentgasungssystems im Laborbetrieb, um den Wasserstoffgehalt und in weiterer Folge die Porenbildung bei der Erstarrung der Legierung so gering wie möglich zu halten

3 Stand des Wissens

In den nachfolgenden Unterkapiteln ist ein kurzer Überblick vom Werkstoffaufbau, dem Einfluss von Legierungselementen sowie den auftretenden Phasen und Wärmebehandlungen in 7xxx-Aluminium-Knetlegierungen aufgezeigt.

Die Gruppe der kupferhaltigen und kupferfreien 7xxx-Aluminium-Knetwerkstoffen gehört zu der Klasse der ausscheidungshärtbaren Legierungen. Das Cu-haltige Material zeichnet sich durch höchste, das Cu-freie durch mittlere bis hohe Festigkeiten aus, während die Schweißeignung der kupferfreien gegenüber der kupferhaltigen Variante etwas besser ist. Al-Zn-Mg-(Cu)-Legierungen eignen sich aufgrund vorteilhaften Festigkeitseigenschaften als Walzprodukte für hochbeanspruchte Bauteile in der Flugzeugindustrie. [4, 10, 11]

3.1 Festigkeitssteigernde Mechanismen

Aluminium und Aluminiumlegierungen sind polykristalline Werkstoffe. Nahezu alle bedeutenden Eigenschaften (Festigkeit, Zähigkeit) werden von Gitterfehlern sowie von der Art und Verteilung der auftretenden Phasen bestimmt. Die plastische Verformung von Aluminium und seinen Legierungen basiert auf dem Abgleiten von Versetzungen. Kann die Versetzungsbewegung ohne größeren Widerstand erfolgen, so weist das Material nur eine geringe Festigkeit auf. Wird im direkten Vergleich dazu die Bewegung der Versetzungen durch Korngrenzen oder Ausscheidungen erschwert, ist zur Überwindung der Hindernisse ein zusätzlicher Kraftaufwand erforderlich. Der Werkstoff weist eine erhöhte Festigkeit auf. Die Legierungsverfestigung beruht auf dem gezielten Einbau von Hindernissen auf dem Weg, auf denen sich die Versetzungen bewegen. Eine Übersicht der festigkeitssteigernden Mechanismen ist in Abbildung 1 dargestellt. [3, 10, 12, 13]

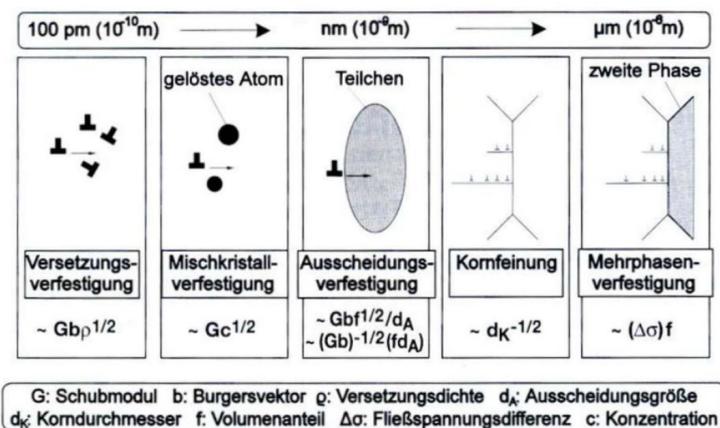


Abbildung 1: Überblick zu den Verfestigungsmechanismen in Legierungen [13]

3.1.1 Versetzungen (Kaltverfestigung)

Durch einen Kaltumformprozess steigt die Festigkeit des Werkstoffes durch die Bildung von Versetzungen an. In Folge der Behinderung und Blockierung der Versetzungsbewegung nimmt die Festigkeit und Härte des Werkstoffes zu. [2, 3]

3.1.2 Korngrenzen (Feinkornhärtung)

Ein Werkstoff mit einer Korngröße von bis zu 5 µm weist unzählige Körner und daher ein sehr feines Gefüge auf. Eine Vielzahl dieser kleinen Körner führt auch zu einem Festigkeitsanstieg, da die darin enthaltenen Korngrenzen (KG) unüberwindbare Hindernisse (bei Raumtemperatur) für die Versetzungen darstellen. Es kommt zu einer Ansammlung von Versetzungen an den Korngrenzen. Eine schematische und reale Darstellung eines Versetzungsstaus ist in Abbildung 2 und Abbildung 3 dargestellt. [2, 3, 14]

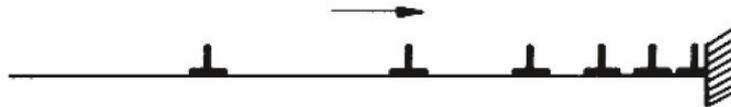


Abbildung 2: Schematische Darstellung einer Versetzungsansammlung an einer Korngrenze [14]

Damit dennoch eine Abgleitung stattfinden kann, ist eine zusätzliche Kraft erforderlich. Dieser Zusammenhang kann über die „Hall-Petch-Beziehung“ erklärt werden: [2, 3, 14]

$$\sigma = \sigma_i + k \cdot d^{-1/2}$$

σ ... Festigkeit (Streckgrenze, Dehngrenze)

σ_i ... innere Reibspannung

d ... Korndurchmesser

k ... korngößenunabhängige Konstante



Abbildung 3: Versetzungsansammlung an einer Korngrenze in rostfreiem Stahl [14]

Bei höheren Temperaturen ($> 200\text{ °C}$) können diese durch Klettern Hindernisse dennoch überwinden und sich weiter fortbewegen. [14]

3.1.3 Mischkristallhärtung

Eine weitere Möglichkeit der Festigkeitssteigerung bildet das Legieren durch den Einbau von Substitutions- oder Zwischengitteratomen. Die auftretende Wechselwirkung der in der Legierung resultierenden Spannungsfelder der enthaltenen Atome mit den im Werkstoff befindlichen Versetzungen führt zu einer erschwerten Versetzungsbewegung. [3, 14]

3.1.4 Teilchenhärtung (Dispersionshärtung)

Die Teilchenhärtung zählt mitunter zu den effektivsten Möglichkeiten der Festigkeitssteigerung. Das Prinzip beruht auf der Bildung oder Ausscheidung von Teilchen (Phasen, Dispersoiden) in diesen Bereichen, auf denen die Versetzungen entlang wandern. In Abhängigkeit von der Größe der Teilchen können diese geschnitten (Schneidemechanismus, Abbildung 4a und b) oder unter Hinterlassung eines Versetzungsringes umgangen (Orowan-Mechanismus, Abbildung 5a und Abbildung 5b) werden. Egal welcher Mechanismus gewählt wird, es bedarf zur Überwindung der Hindernisse immer eine zusätzliche Kraft. Der erforderliche Spannungsbetrag ist von der Teilchengröße abhängig (siehe Abbildung 6). [2, 3, 14]

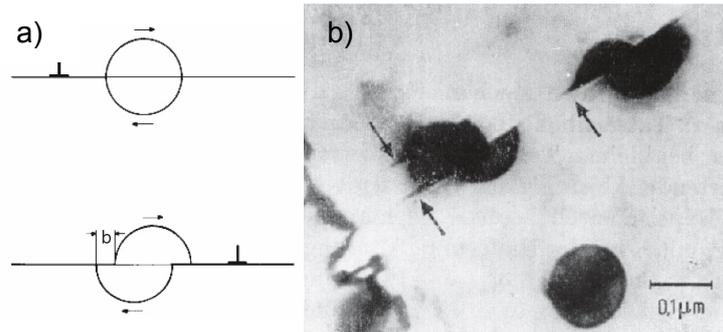


Abbildung 4: Schematische a) und reale Aufnahme b) eines Schneidvorganges von Teilchen durch Versetzungen [14]

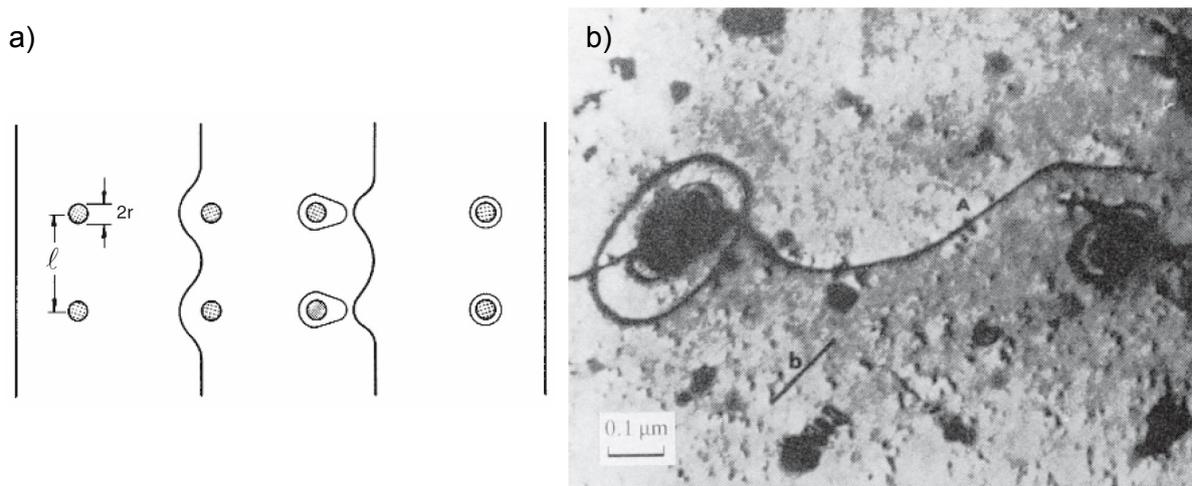


Abbildung 5: Schematische a) und reale Aufnahme b) des Orowan-Mechanismus mit Versetzungsring [14]

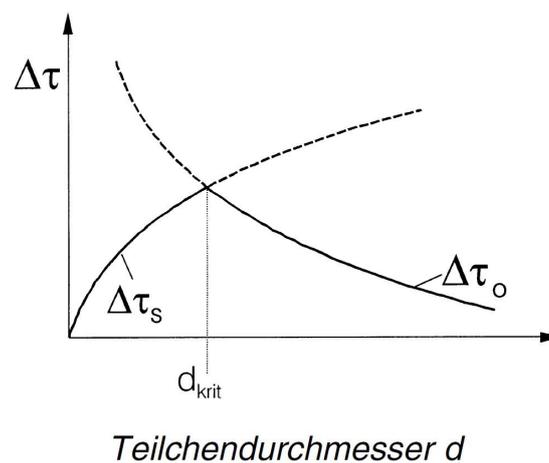


Abbildung 6: Erforderlicher Spannungsbetrag $\Delta\tau$ in Abhängigkeit vom Teilchendurchmesser d ; $\Delta\tau_s$... Spannungsbetrag für den Schneidmechanismus, $\Delta\tau_o$... Spannungsbetrag für den Orowan-Mechanismus, d_{krit} ... kritischer Teilchendurchmesser [3]

Zusätzlich ist es auch notwendig, die Art der Phasengrenze gegenüber der Matrix zu kennen. In Abhängigkeit vom Teilchendurchmesser verspannen die Partikel das Gitter unterschiedlich (siehe Abbildung 22). Kohärente Teilchen weisen eine geringe geordnete Ansammlung von Fremdatomen (GP-Zonen) auf, das Gitter behält nahezu vollständig (kohärent) oder teilweise (teilkohärent) seine Kontinuität. Die Erscheinung dieser Anordnung der Atome kann plättchen- oder nadelförmig sein. Die Abmessungen betragen nur wenige Atomabstände (10 bis 100 Atome). Inkohärente Teilchen weichen vom regulären Gitteraufbau des Matrixgitters vollständig ab. Die Größe der inkohärenten Ausscheidungen liegt im Bereich von 5 μm . [2, 3]

3.2 Aushärtbare Aluminiumknetlegierungen

Die Werkstoffverfestigung erfolgt durch Bildung von fein verteilten Ausscheidungen (Teilchen). Für jede einzelne Legierungsklasse wird die Phase, über die der Aushärtungseffekt auftritt, in einschlägiger Fachliteratur näher erläutert. Ebenso findet der Hinweis auf etwaige Wechselwirkungen der Elemente untereinander statt, die für das Eigenschaftsprofil einer Legierung eine entscheidende Rolle spielen. Diese gegenseitige Beeinflussung in Richtung Löslichkeit, intermetallische Phasen sowie die Auswirkungen auf die mechanischen Eigenschaften stellen ebenfalls wichtige Bereiche dar. Jeder mögliche Legierungszusatz kann neben den beabsichtigten auch unbeabsichtigte Folgeerscheinungen hervorrufen, die unerwünscht sein können. In diesem Zusammenhang werden im Besonderen auch die Wärmebehandlungskonzepte (siehe Tabelle 1) bei den angeführten Legierungsgruppen betrachtet. Durch gezielte Auslagerungsbedingungen und unterschiedliche Wärmebehandlungen ist es möglich, den Einfluss der einzelnen Legierungselemente genau zu untersuchen. Dadurch kann es zu einer Verbesserung der mechanischen Eigenschaften hinsichtlich der Festigkeit, Dehnung, Härte und Bruchzähigkeit kommen. Zur Beurteilung von Aluminiumwerkstoffen dienen als wichtigste Kennwerte die Festigkeitseigenschaften aus dem Zugversuch. Hierbei sind vor allem die 0,2 %-Dehngrenze $R_{p0,2}$, die Zugfestigkeit R_m und die Bruchdehnung A_5 oder A_{10} zu erwähnen. [5, 10, 11]

Tabelle 1: Darstellung der Wärmebehandlungskonzepte für Aluminiumknetlegierungen nach [15]

W	lösungsgeglüht		
T1	warmumgeformt	+ abgeschreckt	+ kaltausgelagert
T2	warmumgeformt	+ abgeschreckt	+ kaltumgeformt + kaltausgelagert
T3	lösungsgeglüht	+ abgeschreckt	+ kaltumgeformt + kaltausgelagert
T4	lösungsgeglüht	+ abgeschreckt	+ kaltausgelagert
T5	warmumgeformt	+ abgeschreckt	+ warmausgelagert
T6	lösungsgeglüht	+ abgeschreckt	+ warmausgelagert
T8	lösungsgeglüht	+ abgeschreckt	+ kaltumgeformt + warmausgelagert
O	weichgeglüht		

Abbildung 7 zeigt überblicksmäßig die Festigkeitsbereiche einzelner Knetlegierungstypen.

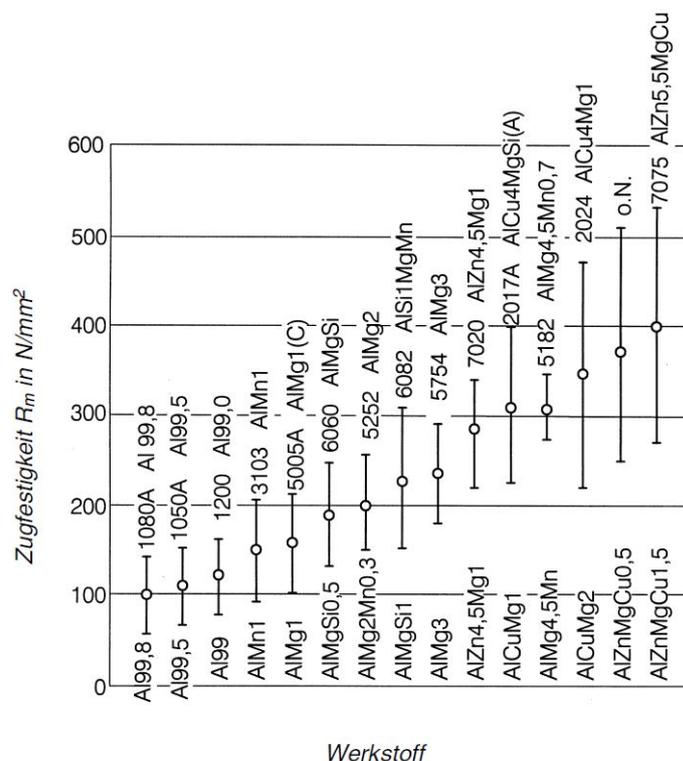


Abbildung 7: Zugfestigkeitsbereiche technisch wichtiger Aluminium-Knetlegierungen [2, 3, 5]

Nach DIN EN 515 wird der metallkundliche Zustand angegeben. Mechanische Kennwerte des Werkstoffes sind aus dieser Bezeichnung nicht ablesbar. Der Werkstoffzustand nach DIN EN 515 wird durch eine Kombination von Buchstaben und Ziffern näher beschrieben. Auch wenn eine metallkundliche Werkstoffbezeichnung vorgenommen wird, sind in der Regel die in der Tabelle angeführten Werkstoffzustände nicht ident, sodass die jeweiligen Halbzeuge die gleichen mechanischen Eigenschaften haben können.

In Abbildung 8 ist das Zuordnungsschema der Zustandsbezeichnungen für aushärtbare Legierungen verdeutlicht. [3, 5]

Dabei steht T6 für die höchste Festigkeiten. Wird der Werkstoff über diesen Zustand hinaus wärmebehandelt, tritt eine Überalterung (T7x) ein, welche durch verminderte Festigkeit aber einer verbesserten Korrosionsbeständigkeit bei 7xxx-Legierungen gegenüber T6 gekennzeichnet ist.

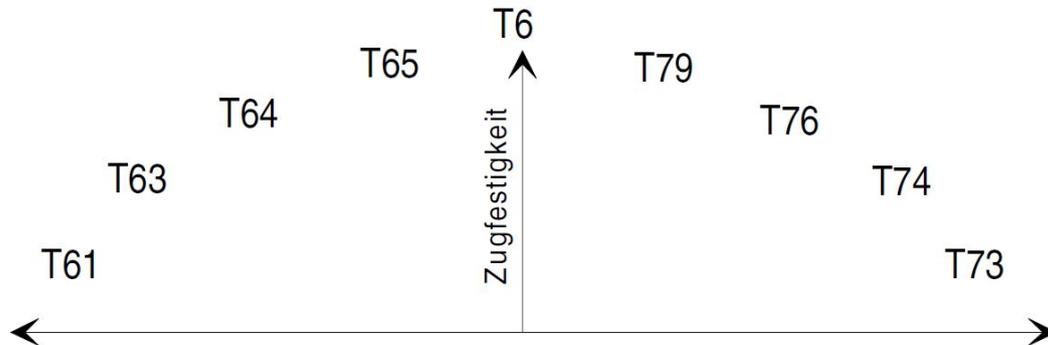


Abbildung 8: Zustandsbezeichnungen für aushärtbare Al-Legierungen [3, 5]

3.3 Aufbau von Al-Zn-Mg-Knetlegierungen

Die Bestrebung nach verbesserten und immer höheren mechanischen Kennwerten sowie Festigkeits/Gewichtsverhältnissen führt zu einer verstärkten Forschung und zunehmenden Einsatz von AlZnMg- und AlZnMgCu-Werkstoffen. Aluminium und Zink bilden ein eutektisches System (Abbildung 9) mit einem zinkreichen Eutektikum bei einer Temperatur von 382 °C und 94,5 % Zink. Zn ist im Aluminiummischkristall bei höheren Temperaturen in großen Mengen löslich, wobei der maximale Wert bei 70 % liegt. Beim Abkühlen sinkt die Löslichkeit des α -Mischkristalls bei 272 °C von 31,6 % auf 4 % bei 100 °C und auf 2 % bei Raumtemperatur ab. Liegt ein mit Kupfer angereicherter α -Mischkristall vor, erhöht sich die Löslichkeit auf 5,5 % Zink. Aus diesem Grund bleiben in Aluminiumlegierungen ähnliche Zinkgehalte im Mischkristall gelöst. Mit zunehmend höheren und höchsten Festigkeitswerten treten vermehrt Probleme in der Beständigkeit gegenüber Spannungsrisskorrosion und abnehmender Zähigkeit auf. Durch ausgewählte Mikrolegierungselemente und modifizierte Wärmebehandlungen können die daraus resultierenden Probleme sukzessive reduziert werden. [3, 5, 16–18]

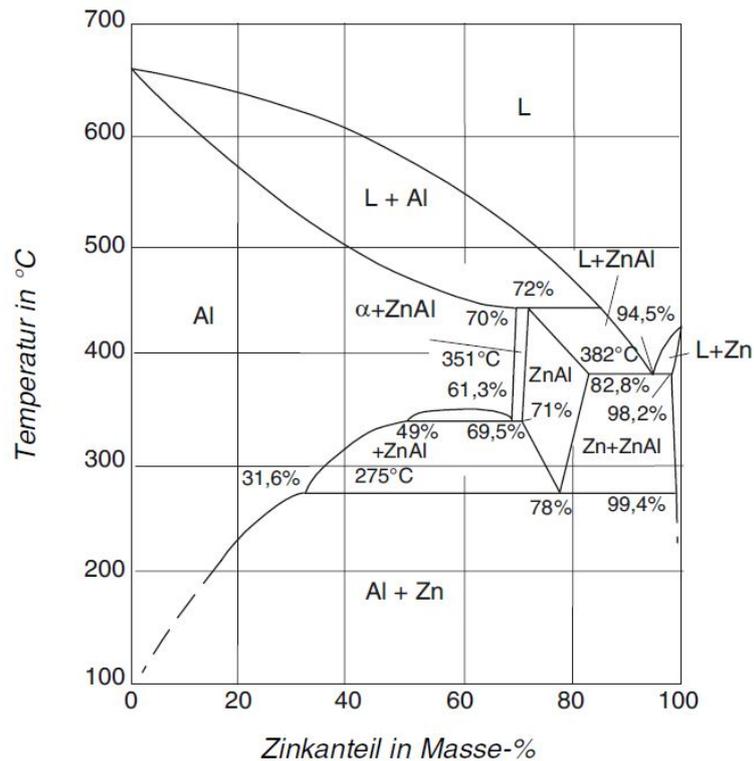


Abbildung 9: Binäres System Al-Zn [3, 19]

Zink-Zusätze allein steigern die Festigkeit nur minimal. Die Kombination von Zink und Magnesium führt zur Aushärtbarkeit der Legierung und damit zu höheren Festigkeitswerten. Bei diesem Legierungstyp wirkt in erster Linie die Tendenz zur Ausscheidung der Verbindung MgZn_2 (η -Phase) aushärtend. Aufgrund der Neigung zur Spannungsrissskorrosion wird der Legierungsgehalt in kupferfreien AlZnMg-Legierungen von Zink und Magnesium auf 6–7 % begrenzt. Durch die Kombination von Zink und Magnesium fällt die Löslichkeitskurve des Zinks im Gleichgewicht viel stärker ab, wobei sich MgZn_2 (η -Phase) und $\text{Al}_2\text{Zn}_3\text{Mg}_3$ (T-Phase) bilden, welche eine Aushärtung der Legierung bewirken. Somit ergeben sich Werkstoffe mittlerer Festigkeit. Geringe Zusätze der Legierungselemente wie Mangan, Zirkon oder Chrom führen zu einer Rekristallisationsbehinderung und einer nur leichten Festigkeitserhöhung. Diesbezüglich muss aber auf eine nicht zu rasche Abkühlung nach dem Lösungsglühen sowie auf die richtige Warmauslagerung, meistens in Stufen, geachtet werden. Nach der geeigneten Wärmebehandlung ist auch die Korrosionsbeständigkeit gewährleistet. In Abbildung 10 ist der Einfluss von Zink und Magnesium auf die Festigkeit einer kaltausgehärteter AlZnMg-Legierung dargestellt. [3, 5, 19]

Wie zu Beginn schon kurz erwähnt, hängt die Festigkeit einer kaltausgehärteten AlZnMg-Legierungen im Wesentlichen von der Summe des Zink- und Magnesium-Gehaltes ab. Der Aushärteeffekt, also die Festigkeitssteigerung durch Kaltaushärtung, wird umso höher, je größer das Verhältnis der Zink:Magnesium-Atome ist (z. B. 4:1) [20, 21]. Die AlZnMg-Legierungen härten bei Raumtemperatur auf mittlere bis hohe Festigkeiten aus, wobei dies

einige Wochen oder bei tiefen Temperaturen einige Monate in Anspruch nehmen kann. Eine weitere Steigerung der Festigkeit ist durch eine Warmauslagerung bei Temperaturen zwischen 130–170 °C möglich, wobei die Dehnungswerte nachteilig abnehmen. In Bezug auf die Spannungsrisskorrosionsbeständigkeit und auf die Schweißbarkeit können AlZnMg-Legierungen meist 0,1 % bis 0,2 % Zirkon sowie etwas Titan enthalten. Obwohl Kupferzusätze einen positiven Effekt auf die Spannungsrisskorrosion ausüben, werden sie vermieden, da die Schweißrissneigung erhöht wird. [3, 17, 22–24]

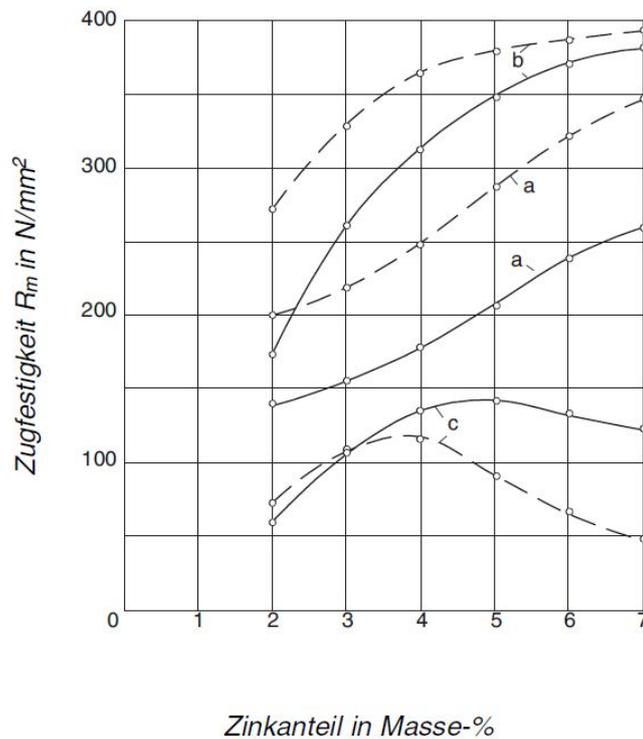


Abbildung 10: Festigkeits- und Aushärtungseffekt in Abhängigkeit vom Zn- und Mg-Gehalt bei Al-Zn-Mg-Legierungen. Sofort nach dem Lösungsglühen bei 450 °C und Abschrecken (a); zusätzlich drei Monate kaltausgelagert (b); Aushärtungseffekt (Festigkeitsanstieg=Differenz zwischen a und b); — 1,2 % Mg; ---- 2,5 % Mg (c) [3, 19]

3.4 Aufbau von Al-Zn-Mg-Cu-Knetlegierungen

AlZnMgCu-Systeme sind von besonderem Interesse, da sie gegenüber anderen aushärtbaren Aluminiummaterialien, beispielsweise den 2xxx- und 6xxx-Legierungen, die stärkste Reaktion auf die Auslagerung zeigen und die höchsten Festigkeitswerte aller Aluminium-Knetwerkstoffe aufweisen. Diese Legierung wird ähnlich wie die kupferfreie Variante aufgrund der vorteilhaften Kombination von hoher Festigkeit bei gleichzeitig geringer Dichte vorwiegend in der Luft- und Raumfahrt eingesetzt. [25, 26]

Die Erstarrungssequenz beginnt mit der Bildung eines dendritischen Netzwerkes aus Aluminium. Dies geht bis zu einer Temperatur von bis zu rund 620 °C. Die nächste sich ausscheidende Phase ist Al_3Fe mit einem Kupfergehalt von kleiner 5 % und einem Zinkanteil kleiner 2 %. Die Phase Mg_2Si erscheint bei einer Temperatur von etwa 565 °C und scheidet sich als eutektische Phase bei 470 °C aus. Die Analyse dieser komplexen eutektischen Ausscheidung zeigt ein Gleichgewicht an $\text{Al}+\text{MgZn}_2+\text{Al}_2\text{Cu}+\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$ mit möglichen weiteren Transformationsprodukten. [18, 27]

Das Festigkeitspotenzial von AlZnMgCu-Werkstoffen ist mit jenen von mittel- bis höherfesten Baustählen vergleichbar. Bei hohen Gehalten an Legierungselementen ist eine exakte Abstimmung zwischen Zusammensetzung und Wärmebehandlung nötig, um optimale Bedingungen für die geforderten mechanischen Kennwerte zu erhalten. [16, 28]

Wie zuvor erwähnt, werden bei diesem Legierungstyp die höchsten aller möglichen Festigkeitswerte von Aluminiumlegierungen erreicht. 0,5 % bis 2 % Kupfer in AlZnMgCu-Legierungen bewirken einen weiteren Festigkeitsanstieg durch Bildung der Ausscheidung Al_2CuMg (S-Phase). Aufgrund der Tatsache, dass Kupfer der Spannungsrissskorrosion entgegenwirkt (Abbildung 11 und Abbildung 12) [29, 30], dabei aber die allgemeine Korrosionsbeständigkeit senkt, kommt es gleichzeitig zu einer Erweiterung des nutzbaren Bereiches für Zink und Magnesium auf etwa 9 %. Voraussetzung dafür ist, dass gleichzeitig Chrom zugegeben wird. Das Verhältnis von Zink:Magnesium beträgt hier vorzugsweise 2–3. Der eigentliche Härtungseffekt dieses Legierungstyps wird durch die Legierungselemente Zink und Magnesium durch Bildung von MgZn_2 und $\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$ hervorgerufen. Magnesium senkt die Löslichkeit von Zink im α -Mischkristall stark ab. Dadurch wird das Aushärtungspotenzial deutlich verbessert. Magnesium kann sich bevorzugt an Korngrenzen in Form von Mg_5Al_3 oder Mg_5Al_8 ausscheiden, wobei überschüssiges Magnesium außerdem durch Mischkristallverfestigung festigkeitserhöhend wirkt. Mit steigendem Gehalt an Mg und Zn nimmt die Beständigkeit ähnlich wie bei den AlZnMg-Legierungen gegen Spannungsrisss- und Schichtkorrosion ab. Kupfer als Zusatz bewirkt einen Anstieg der Aushärtungsrate und wirkt durch die Bildung der intermetallischen Verbindung Al_2CuMg als Keim für die Aushärtungsphasen. In Abbildung 13 ist die erzielbare Zugfestigkeit nach einer

Warmaushärtung mit 1,5 % Kupfer und wechselnden Zink- und Magnesium-Zusätzen dargestellt. [3, 22–24, 31]

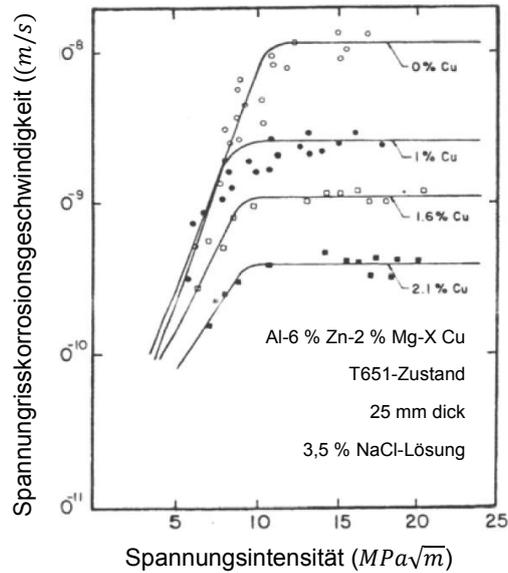


Abbildung 11: Wirkung des Kupfergehaltes (0-2,1 Gew.-%) auf das Spannungsrissskorrosions-Verhalten einer „peak-aged (T6)“ teilrekristallisierten Platte mit 6 % Zn und 2 % Mg nach [29, 30]

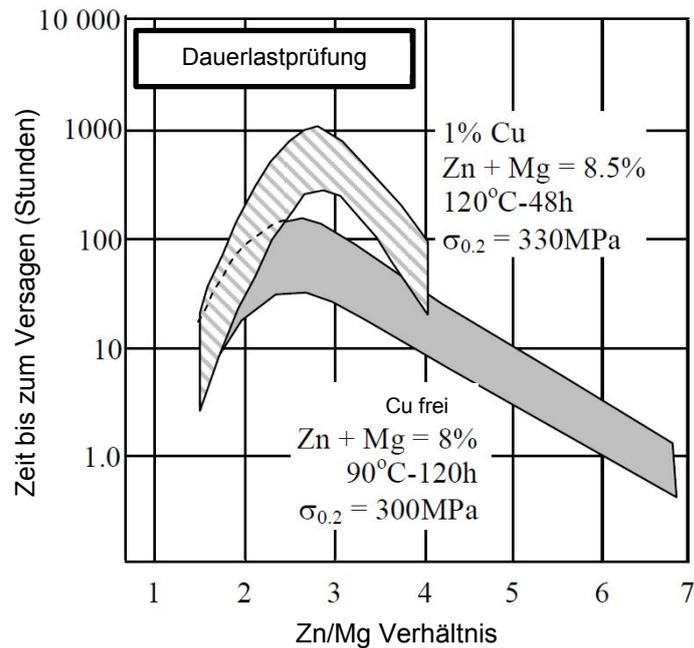


Abbildung 12: Auswirkungen des Zn/Mg-Verhältnisses bis zum Versagen der Zugproben (schraffiert). Ternäre Al-Zn-Mg-Legierung im gleichen Alterungszustand und (grau) Al-Zn-Mg-Cu-Legierung im T6-Zustand nach [30]

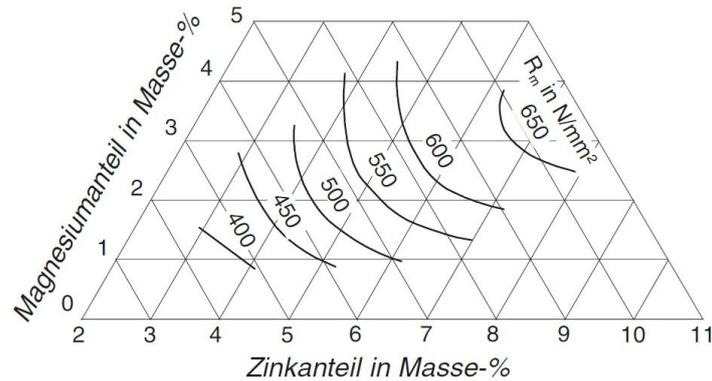


Abbildung 13: Festigkeitseinfluss in Abhängigkeit vom Zink- und Magnesiumanteil bei 7xxx-Legierungen [3, 11]

Abbildung 14 repräsentiert den Verlauf der Festigkeitswerte in Abhängigkeit von der Höhe des Zink-Zusatzes bei konstantem Kupfer- und Magnesiumgehalt.

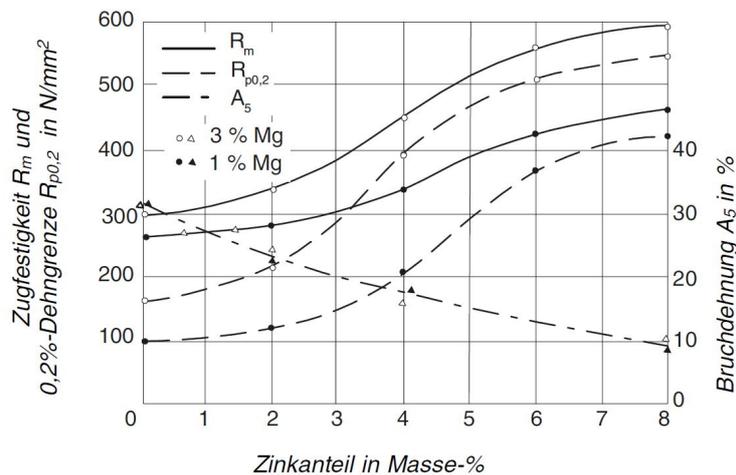


Abbildung 14: Festigkeitseinfluss von Zn auf die erreichbaren mechanischen Eigenschaften bei Cu-haltigen Al-Legierungen der 7xxx-Serie [3]

Die Zugabe von Chrom bewirkt generell eine Erhöhung des elektrischen Widerstandes. Da dieses Element eine sehr geringe Diffusionsrate aufweist, bildet sich in Knetlegierungen bevorzugt eine feindispersiv, inkohärente Phase $\text{Al}_{12}\text{Mg}_2\text{Cr}$. Chrom wirkt einerseits festigkeitssteigernd und rekristallisationshemmend, andererseits werden zusätzlich noch die Bruchzähigkeitseigenschaften verbessert. Nach Möglichkeit sollte ein maximaler Chromgehalt von kleiner 0,35 % angestrebt werden, da sonst grobe intermetallische Phasen mit anderen Elementen, wie Eisen oder Mangan, entstehen können. Neben Chrom dienen Mangan-Zusätze bis 0,3 % zur Steuerung des Ausscheidungsverhaltens und tragen auch zu einer verbesserten Dehnungseigenschaft des Materials bei. Im Allgemeinen wird durch Mangan die Rekristallisationstemperatur erhöht und das Kornwachstum behindert. Bei zu hohen Gehalten an Mangan kann jedoch ein negativer Einfluss in Richtung Rissbildung beim Warmwalzen hervorgerufen werden. [3, 24, 32, 33]

Zirkon kommt sowohl in AlZnMg- als auch AlZnMgCu-Legierungen zur Anwendung. Einerseits wird damit die Kornstruktur verfeinert und andererseits die Abschreckempfindlichkeit deutlich herabgesetzt. Zirkon bildet sphärische Al_3Zr -Dispersoide, die kohärent zur Aluminiummatrix, aber ungleichmäßig in der Legierung verteilt sind. Diese Partikel wirken auf Korn- und Subkorn Grenzen verfestigend, sodass eine Rekristallisation erschwert wird. Es kann aber nicht ausgeschlossen werden, dass eine partielle Rekristallisation genau dort auftreten kann, wo diese Dispersoide nur spärlich vorhanden sind. [3, 24, 32, 33]

Je höher die Festigkeit der Legierung ist, desto vermehrt muss ein besonderes Augenmerk auf die maximal zulässigen Beimengungen der Elemente Eisen und Silizium gelegt werden. Bei einem zu hohen Gehalt an Eisen und einem zu geringen Anteil an Silizium kommt es bevorzugt zur Bildung der spröden Phase Al_3Fe , was eine Verschlechterung der Dehnung zur Folge hat. Daher ist eine maximale Menge an Eisen von $< 0,5\%$ anzustreben. Ebenso ist es durch den Eisenüberschuss möglich, dass es zur Bildung von Cu_2FeAl_7 kommt, wobei das Kupfer, welches eigentlich zur Festigkeitssteigerung benötigt wird, abgebunden wird. Diese beiden Begleitelemente (Fe, Si) neigen dazu, grobe Ausscheidungen schwer löslicher Phasen, wie $\text{Al}_6(\text{FeMn})$, zu bilden, welche die Risszähigkeit beeinträchtigen. Aus diesem angeführten Grund sind auch die Chrom- und Mangan-Zusätze begrenzt. [3, 24, 32, 33]

Titan mit Bor in Form von TiB_2 führen zu einer deutlichen Kornfeinung, da TiB_2 im Gegensatz zu reinem Titan seine Kornfeinungswirkung größtenteils nicht verliert. [3, 24, 32, 33]

Ein optionales Legierungselement ist Scandium. Dieses bildet ähnlich wie Zirkon feine, kohärente Al_3Sc -Dispersoide. Die feinen Partikel führen zu einer Gefügestabilisierung bei gleichzeitiger Kornverfeinerung, senken aber synchron die Ermüdungsrisswachstumsbeständigkeit [34–39].

3.5 Wärmebehandlungen

So vielfältig wie das Einsatzgebiet von Legierungssystemen sind auch die erforderlichen mechanischen Eigenschaften der jeweiligen Werkstoffe. Durch das ständige Streben nach Gewichtseinsparung, Blechdickenreduktion und hohen Dehnungen kommen die bestehenden Materialien zunehmend an ihr Limit. Wenn noch höhere Festigkeiten benötigt werden, sind die Endverbraucher teilweise gezwungen, auf noch höherfeste Legierungen zu wechseln. Es gilt hierbei zu beachten, dass eine positive Veränderung einer Werkstoffeigenschaft (Festigkeitsgewinn) auch fast immer mit einer negativen Veränderung (Verschlechterung der Spannungsrisskorrosionsbeständigkeit) einhergeht. Durch zusätzliche oder alternative Wärmebehandlungsmethoden können die erforderlichen Eigenschaften den jeweiligen Erfordernissen angepasst werden, sodass ein Umstieg auf andere Werkstoffsysteme nicht mehr zwingend notwendig ist. [40]

Eine gezielte Wärmebehandlung kann die Festigkeit einer aushärtbaren Legierung wesentlich steigern. Grundvoraussetzung dafür ist, dass mindestens ein Legierungsbestandteil, dessen Löslichkeit im Mischkristall mit sinkender Temperatur abnimmt, vorhanden ist. Die klassische Wärmebehandlung (Aushärtung) umfasst die wesentlichen Schritte (siehe Abbildung 15) Lösungsglühen, Abschrecken und Auslagern. Ziel des Homogenisierens und Lösungsglühens ist die Herstellung eines homogenen Mischkristalls. Die Glühtemperaturen liegen dabei meist knapp unter der Soliduslinie. Diese kann durch die unterschiedlichen zugegebenen Legierungselemente leicht zu niedrigeren Temperaturen verschoben werden, sodass etwaige Anschmelzungen im Werkstoff möglich sind. Bei einigen Knetlegierungen kann eine Warmumformung schon wie eine Lösungsglühung wirken. Hierbei liegt bereits nach dem Abkühlen ein übersättigter Mischkristall vor, sodass auf ein separates Lösungsglühen verzichtbar ist. Beim Abschrecken des Werkstoffes nach dem Lösungsglühen ist besonders darauf zu achten, dass das Temperaturgebiet zwischen der Lösungsglüh-temperatur und 200 °C besonders rasch durchlaufen wird, um eine vorzeitige Ausscheidung des übersättigten Zustandes zu verhindern. In Folge der schnellen Abkühlung wird der Zustand eingefroren. Die Abkühlgeschwindigkeit ist von der Legierungszusammensetzung abhängig. Speziell die Legierung vom Typ AlZnMg zeigt das Phänomen der Rückbildung. Erfolgt nach einer Kaltaushärtung bei Raumtemperatur eine kurzzeitige Erwärmung auf 120 °C bis 180 °C, sinken die angestiegenen mechanischen Eigenschaften auf den Zustand nach dem Abschrecken zurück. Diese stellen sich dann durch erneutes Kaltauslagern wieder ein. [3]

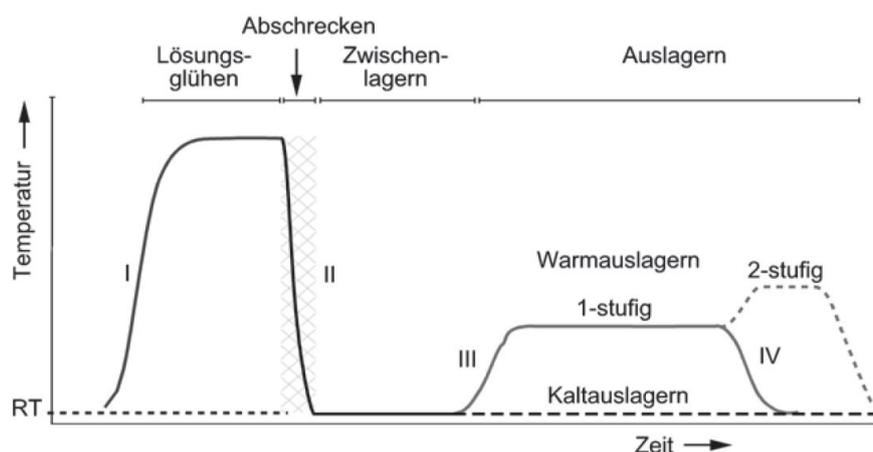


Abbildung 15: Klassischer Wärmebehandlungszyklus für allgemein ausscheidungshärtbare Aluminiumknetlegierungen [4]

3.5.1 Umformung

Walzprodukte werden in der Regel nach dem Lösungsglühen und Abschrecken mit einer plastischen Verformung (Recken) von 1–2 % gerichtet. Dieser Richtprozess dient einerseits dazu, um Abschreckspannungen zu beseitigen, andererseits um den durch den Abschreckprozess entstandenen Verzug der Produkte zu vermindern. Eine bewusst in den Prozess integrierte Kaltauslagerungszeit hat einen signifikanten Einfluss auf die nachfolgende Wärmebehandlung. So kann beispielsweise mit steigendem Umformgrad ($\epsilon > 30\%$) einerseits der Prozess des „Natural Ageings (NA, Kaltauslagerung)“ positiv oder negativ beeinflusst, andererseits aber auch die nachfolgende Warmauslagerung beschleunigt werden, was jedoch zu niedrigeren Festigkeitswerten bei 7xxx-Legierungen führt (Abbildung 16). Zusätzlich ist neben der Aushärtezeit- und Temperatur auch die Aufheizgeschwindigkeit von besonderer Bedeutung. Wird diese eher im unteren Bereich angesetzt (20 °C pro Stunde), so ist der sich einstellende negative Effekt der vorhergegangenen Umformung auf die erreichbare Härte gering. [4]

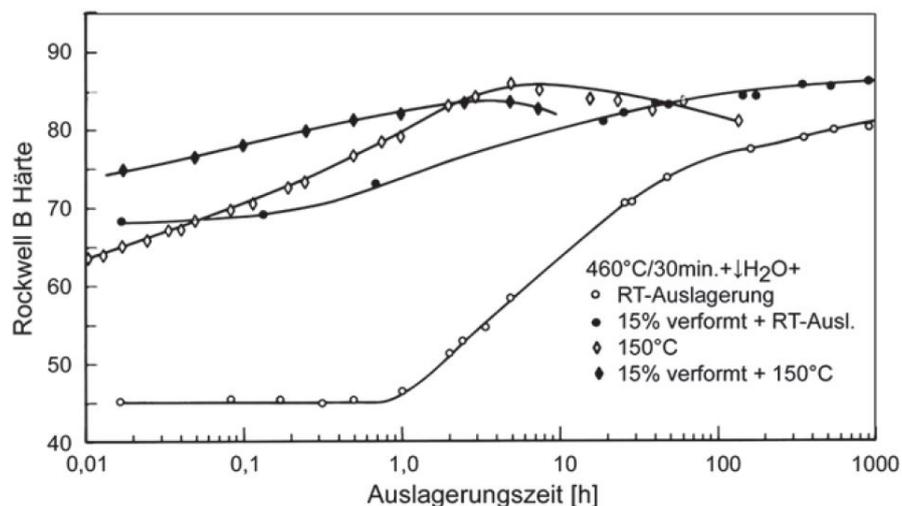


Abbildung 16: Einfluss der Verformung auf das Aushärtepotenzial von AA7075 bei Raumtemperatur und 150 °C [4]

3.5.2 Homogenisierung

Durch lange Glühzeiten im Einphasengebiet (α) werden viele zur Aushärtung notwendigen Legierungselemente gelöst. Die Temperaturen für die Homogenisierungsbehandlung liegen im Bereich zwischen 450–500 °C, jeweils abhängig von der chemischen Zusammensetzung des Werkstoffes. Das Hauptziel dieser Wärmebehandlung ist dabei die Verringerung der (Mikro)Segregation (Seigerung), welche sich im Rahmen der Erstarrung ergibt. Bei 7xxx-Legierungen bilden sich durch Homogenisieren feine Cr-, Mn- oder Zr-Dispersoide, welche ein unerwünschtes Kornwachstum oder eine Rekristallisation während der Lösungsglühung verhindern können. Diese Partikel nehmen einen Volumenanteil von ca. 0,05 % bis 0,2 % ein

und weisen eine Größe von 20 nm bis 500 nm auf. Die Cr-haltige Legierungen AA7075 zeigt beispielsweise Gefügebestandteile von $\text{Al}_{18}\text{Mg}_3\text{Cr}_2$ oder $\text{Al}_{12}\text{Mg}_2\text{Cr}$ mit einer Größe von 40 nm bis 300 nm, während sich bei der Zr-haltigen Variante AA7050 Al_3Zr -Dispersoide (20-60 nm) bilden können. Aufgrund der Kohärenz und der kleinen Größe der Zr-Dispersoide ist auch ein Anstieg der Bruchzähigkeit bei einem Wechsel von Cr- auf Zr-basierten 7xxx-Legierungen zu erwarten. [4, 10, 15, 41]

Die Ausscheidung Al_3Zr hat sich in Hochleistungs-7xxx-Legierungen etabliert. Diese Dispersoide finden sich zum Beispiel in AA7050 und AA7150 wieder und können durch eine zweistufige Homogenisierung gebildet werden. Eine Glühung unter 450 °C begünstigt deren Nukleation, während die zweite Stufe über 450 °C ihr kontrolliertes Wachstum forciert. [15]

Zusätzlich zeigt eine zweite Hochglühung den positiven Effekt der nahezu vollständigen Auflösung von weiteren groben Phasen, wie beispielsweise Al_2CuMg (S-Phase) oder $\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$ (T-Phase), welche sich negativ auf die mechanischen Eigenschaften auswirken. Um deren Wiederausscheidung während der kontrollierten Abkühlung zu verhindern, ist eine relativ rasche Abkühlung von der Homogenisierungsglühtemperatur erforderlich. Darüber hinaus kann durch ein schnelles Abschrecken die Partikelgröße klein gehalten werden. [15, 42]

3.5.3 Lösungsglühung

Um eine in weiterer Folge für die Warmauslagerung benötigte Übersättigung zu erreichen ist es notwendig, die Legierung bei Temperaturen knapp unterhalb der Soliduslinie, zwischen 470 °C und 560 °C [4] bzw. 450 °C und 480 °C [3], zu glühen. Durch die Lösungsglühung wird die Herstellung eines homogenen Mischkristalles, auch bekannt als homogene Verteilung der Legierungselemente, angestrebt. Eine schematische Darstellung der Lösungsglühbehandlung ist in Abbildung 17 wiedergegeben. [4]

Die Wahl der richtigen Glühtemperatur basiert zum Teil auf Literatur und Patenten, aber vielmehr auf Wissen und Erfahrung. Jede 7xxx-Knetlegierung benötigt andere Wärmebehandlungstemperaturen. Zum einen ist die Temperatur so zu wählen, dass eine Auflösung der in der Legierung enthaltenen Elemente erreicht wird, zum anderen das keinerlei Anschmelzungen durch Reste von Eutektikum auftreten. [4]

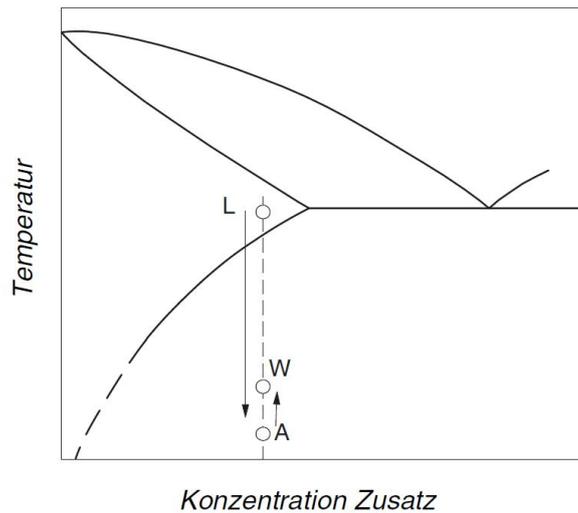


Abbildung 17: Aushärtenschema eines Zweistoffsystems; L... Lösungsglüh-temperatur, A...Abschrecktemperatur, W...Warmauslagerungs-temperatur [3]

Jegliche weitere Verwendung des Werkstückes bzw. des Materials ist bei dem Vorhandensein von Anschmelzungen unmöglich. Auszugsweise verallgemeinerte Wärmebehandlungsparameter sind in Tabelle 2 dargestellt. [2–4, 10, 12, 22]

Tabelle 2: Warmauslagerungsbedingungen für 7xxx-Legierungen nach [3, 4]

DIN 573.3	EN-AW	Lösungsglüh-temperatur [°C]	Abschreck-medium	Warm-auslagerungs-temperatur [°C] 1. Stufe, 2. Stufe	Warm-auslagerungs-zeit [h]: 1. Stufe, 2. Stufe
7020	AlZn4,5Mg1	470-480 [3] 465±5 [4]	Wasser [3] Luft [4]	115-125, 165-180 [3] 90-100, 140-160 [4]	12-24, 4-6 [3] 8-12, 16-24 [4]
7075	AlZn5,5MgCu	470-480 [3] 465±5 [4]	Wasser [3] Wasser [4]	115-125, 165-180 [3] 115-125, 165-180 [4]	12-24, 4-6 [3] 12-24, 4-6 [4]

Die reale Lösungsglüh-dauer ist von der jeweiligen Legierung abhängig und muss den Gegebenheiten (chemische Zusammensetzung) angepasst werden. Bei gewissen Werkstoffen (z. B. AA7020) kann eine Warmumformung bereits wie eine Lösungsglühung wirken. Nach dem Abkühlvorgang aus dem Umformprozess liegt ein übersättigter Mischkristall vor, sodass ein nachfolgender eigentlicher Lösungsglühprozess nicht mehr erforderlich ist. [2, 3, 10, 12]

3.5.4 Abschrecken

Generell ist darauf zu achten, dass ausscheidungshärtbare Legierungen, speziell die 2xxx- und 7xxx-Serie, nach dem Lösungsglühen so schnell wie möglich auf adäquate Temperatur (Raumtemperatur) abgeschreckt (gequenched) werden, um eine vorzeitige Entmischung (Ausscheidung) der gelösten Atome zu unterbinden. Die Abschreckgeschwindigkeiten variieren je nach Legierung und liegen im Bereich von 30 °C bis hin zu 6000 °C pro Minute. Die kritischen „Quenching“-Raten für 2xxx- und 7xxx-Legierungen sind in Tabelle 3 zusammengefasst. [4, 43, 44]

Tabelle 3: Abkühlgeschwindigkeiten im Temperaturbereich zwischen 400 °C und 290 °C [4, 43, 44]

Legierung	Kritische Abkühlgeschwindigkeit (°C/Minute)
EN AW-2024	6000
EN AW-7020	30
EN AW-7075	6000

Jenes Temperaturintervall, bei dem ein Verlust an Übersättigung durch Diffusion auftreten kann, liegt im Bereich von 400 °C und 290 °C. Es muss daher dieses kritische Gebiet so schnell wie möglich durchlaufen werden. Abbildung 18 zeigt ein ZTU-Schaubild für die Legierungen AA7050 und AA7075 mit unterschiedlichen Kühlraten inklusive Wärmebehandlung auf den Zustand T76 bzw. T6. Die Nase der Abkühlkurve repräsentiert die Ausscheidungskinetik. Die auftretenden Ausscheidungsarten (metastabile sowie Gleichgewichtsphasen) können mit Hilfe unterschiedlicher Messmethoden, wie beispielsweise einer DSC, ermittelt und analysiert werden. [4]

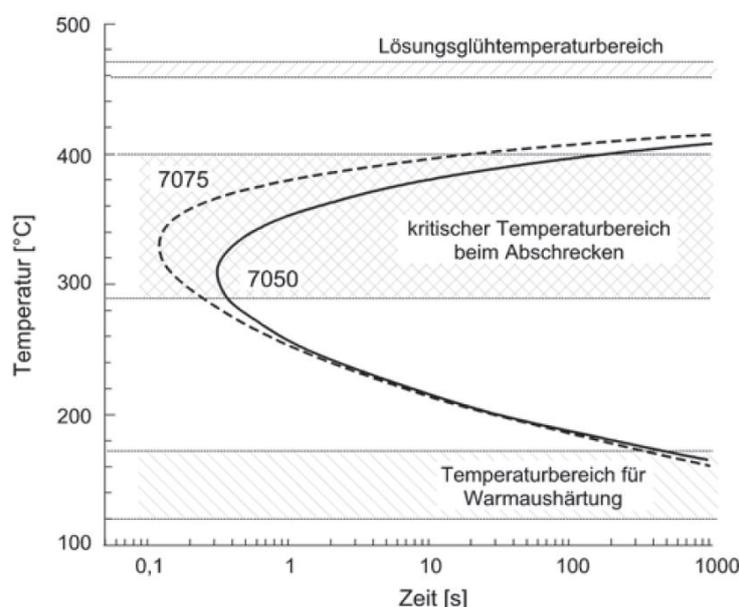


Abbildung 18: ZTU-Schaubild für Bleche aus 7075-T6 und 7050-T76 [4]

Durch dieses rasches Abkühlen aus dem Einphasengebiet kommt es zu einer Übersättigung (Ungleichgewichtszustand) an Legierungsatomen im Aluminiummischkristall. Zwischen kupferfreien und -haltigen 7xxx-Legierungen (niedrig bzw. hoch legiert) ist die Quenchrage von essentieller Bedeutung. Diese ist wiederum von der Temperatur des Abschreckmittels, dem Verhältnis von Oberfläche zu Volumen sowie dem Wärmeübergang zwischen Quenchmedium und Werkstoff sowie der Dicke des Materials abhängig. So weist beispielsweise ein bei gleichen Bedingungen abgeschrecktes Blech mit einer Dicke von 3 mm und eine Platte mit 40 mm andere mechanische Eigenschaften auf. In Untersuchungen [45] hat sich gezeigt, dass bei 80 mm dicken umgeformten Platten eine ausgesprochene Differenz zwischen Oberfläche und Plattenzentrum vorliegt. Während das Zentrum hohe Härtewerte aufweist, sind diese an der Oberfläche bei Luftabkühlung wesentlich geringer. Dies ist auch durch den höheren Umformgrad an der Oberfläche verglichen mit dem Zentrum bedingt, wodurch eine erhöhte Erholungs- und Rekristallisationsaktivität vorliegt. Die dabei gebildeten (Sub-)korngrenzen fungieren als Nukleationsstellen und bewirken somit, dass an der Oberfläche der Platte es zu einem vorzeitigen Ausscheiden von Legierungselementen kommt, sofern die kritische Abkühlgeschwindigkeit unterschritten ist. [15]

Während die Cu-haltige Variante eine hohe Abkühlrate benötigt, können Cu-freie Al-Zn-Mg-Legierungen langsam von der Lösungsglüh-temperatur abgekühlt werden. [4, 46–51]

Die höhere Abschreckempfindlichkeit von AA7075 gegenüber AA7050 sind auf die Bildung von $Al_{12}Mg_2Cr$ -Dispersoide gegenüber Al_3Zr -Dispersoiden zurückzuführen. Cr-haltige Dispersoide fördern die Entmischung der Legierungsbestandteile. [4]

Ein Beispiel für die Abschreckempfindlichkeit einer Al-Zn-Mg-Legierung (AA7020) ist in Abbildung 19 dargestellt. Die Werte der Proportionalitätsdehngrenze aus dem Zugversuch mit Luftabkühlung, verglichen mit der Wasserabschreckung, sind nahezu ident. Die „Quench“-Empfindlichkeit hängt in erster Linie vom Zn:Mg-Verhältnis, aber auch von der Summe Zn+Mg ab. So ist beispielsweise eine Legierung mit einem um etwa 30 % höheren (Zn+Mg)-Gehalt wesentlich abschreckempfindlicher. [3]

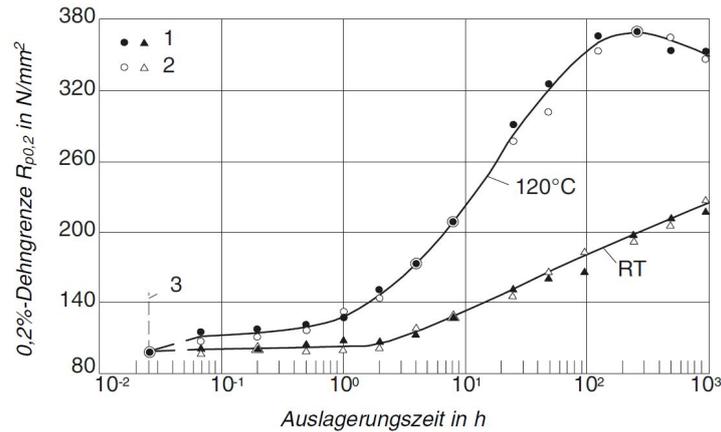


Abbildung 19: Entwicklung des Härteverlaufes einer Cu-freien 7xxx-Legierung (AA7020); 1 Wasserabschreckung, 2 Luftabkühlung, 3 abgeschreckt [3]

Eine Verdeutlichung der Wichtigkeit der kritischen Abkühlgeschwindigkeit ist in Abbildung 20 gezeigt.

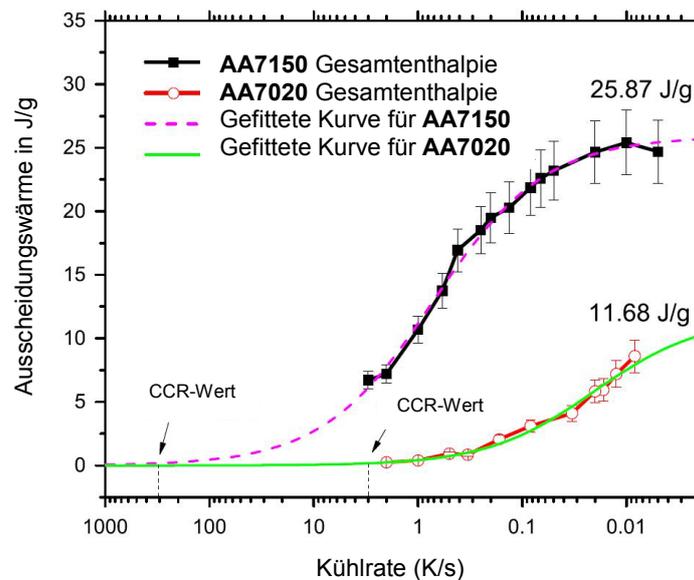


Abbildung 20: Bestimmung der kritischen Abkühlgeschwindigkeit einer hoch- und niedrig-legierten Aluminiumknetlegierung der 7xxx-Serie nach [48]

Eine zuvor stattgefundenene Entmischung (Ausscheidung) oder unvollständige Auflösung von Legierungselementen führt zum Verlust an Übersättigung. Diese verringert die maximal erreichbare Festigkeit (Härte), da die für den Aushärteprozess notwendigen Phasen nicht mehr zur Verfügung stehen und senkt die Duktilität sowie die Korrosionsbeständigkeit. Abbildung 21 verdeutlicht eine zu geringe Abschreckgeschwindigkeit und vorzeitige Phasenausscheidung in Abhängigkeit von der Abschreckgeschwindigkeit. [4, 48]

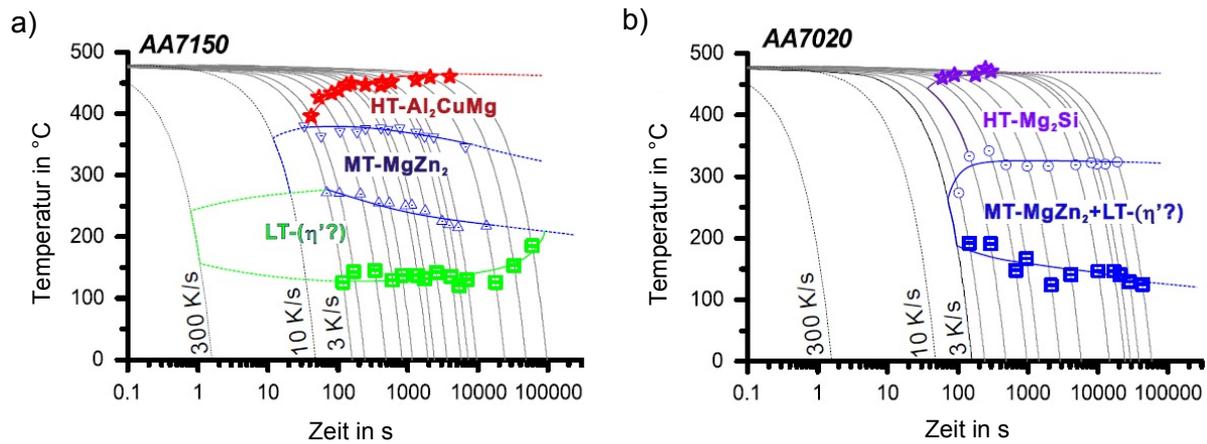


Abbildung 21: Kontinuierliche Abkühl-Ausscheidungsdiagramme (CCP) für AA7150 (a) und AA7020 (b) nach [48]

Industriell muss ein Mittelmaß zwischen einer rascher Abkühlung und dem Verzug von Halbzeugen gefunden werden. Ein geringes Verziehen des Halbzeuges kann durch nachfolgende Richtbehandlungen, wie dem Recken, nahezu ausgeglichen werden. [4]

3.5.5 Kalt- und Warmauslagerung

Nach dem Abschrecken der Legierung von der Lösungsglüh-temperatur beginnt der Auslagerungsvorgang. Dieser Prozessschritt kann entweder bei niedrigen (Raumtemperatur) oder erhöhten Temperaturen (> 50 °C) erfolgen. Die treibende Kraft ist der übersättigte Mischkristall, der versucht, durch einen Zerfall und das Ausscheiden von Legierungsatomen einen energetisch günstigeren Zustand (Gleichgewicht) zu erreichen. Infolge der Diffusion bilden sich dann Ausscheidungen im Gefüge. Die dabei entstehenden Teilchen können der Größe entsprechend kohärent, teilkohärent oder inkohärent sein und das Gitter der Matrix mehr oder weniger verspannen. Eine schematische Darstellung der zuvor erwähnten Partikel ist in Abbildung 22 wiedergegeben. Aufgrund der Art und Größe der Ausscheidungen tragen nur kohärente zu einer Festigkeitssteigerung bei. Inkohärente Teilchen begünstigen keinen nennenswerten Härte- oder Festigkeitsgewinn. [3, 13]

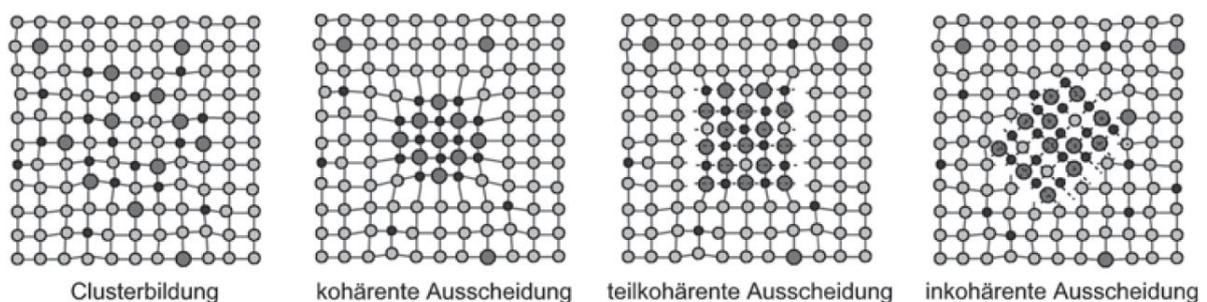


Abbildung 22: Arten von Ausscheidungen in aushärtbaren Aluminiumlegierungen [4]

3.5.5.1 Ausscheidungssequenz

Neben der Festigkeit können die (Bruch)Zähigkeit und Spannungsrisskorrosionsbeständigkeit von Legierungen der 7xxx-Serie durch die Auflösung und Bildung von Ausscheidungen entsprechend den jeweiligen Anforderungen angepasst werden. [45, 52–54]

Die Ausscheidungssequenz bei der klassischen Warmauslagerung von 7xxx-Al-Werkstoffen ist nachfolgend angeführt: [54–63]

Übersättigte feste Lösung - metastabile GP-Zonen (GPI, GPII) - metastabile η' -Ausscheidungen - stabile η -Ausscheidungen

Wobei der zwangsgelöste (übersättigte) Zustand durch die Lösungsglühbehandlung und das Abschrecken gekennzeichnet wird. Metastabile Ausscheidungen (GPI, GPII) werden während der Kalt- und in frühen Stadien der Warmauslagerung gebildet. Die metastabile η' -Phase ist für die Aushärtung bzw. den Härtungsprozess verantwortlich, währenddessen die Gleichgewichtsphase η nicht wesentlich zum Härtezuwachs beiträgt und durch grobe Teilchen charakterisiert wird sowie den typisch überalterten Bedingungen entspricht. Die charakteristische Größe der Phasenbestandteile reicht von wenigen Nanometern (nm) bis hin zu 1 μm großen Ausscheidungen an den Korngrenzen. [42, 54, 57, 58, 64, 65]

3.5.5.2 Kaltauslagerung

In den frühen Stadien der Kaltauslagerung bilden sich zu Beginn mit Zn angereicherte Cluster, die in weiterer Folge zu GP-Zonen (benannt nach ihren Entdeckern Guinier und Preston) und entweder kohärente, teilkohärente oder inkohärente Ausscheidungen übergehen (siehe Abbildung 22). Die Entmischung wird durch die Zwangsübersättigung und den darin enthaltenen Leerstellen gesteuert. Die Kaltauslagerung beginnt bei 7xxx-Legierungen bereits unmittelbar nach dem Lösungsglühen und Abschrecken. Ein großer Teil des Festigkeitsgewinns durch Kaltauslagerung bei Raumtemperatur findet innerhalb von sieben Tagen nach der Lösungsglühung statt, wobei üblicherweise nach dieser Woche und anschließender Warmauslagerung kein starker Anstieg mehr beobachtet wird. Der Prozess der Kaltauslagerung kann sich jedoch auch von mehreren Tagen bis hin zu Jahren ausdehnen. Der Existenzbereich von GP-Zonen ist nicht eindeutig abgeklärt. Einige Literaturstellen berichten über deren Existenz von Raumtemperatur [58, 66] bis zu 120 °C [67], andere Quellen von bis zu 150 °C [4]. Nach [68] bilden sich GP-I Zonen bei Temperaturen unterhalb von 60 °C, während GPII-Zonen bei 60 °C bis 80 °C existieren, wobei ab ca. 80 °C die GPI- und GPII-Zonen in die metastabile Ausscheidungsform η'

übergibt. Abbildung 23 stellt die Härteentwicklung von AA7075 zwischen Raumtemperatur und 100 °C dar.

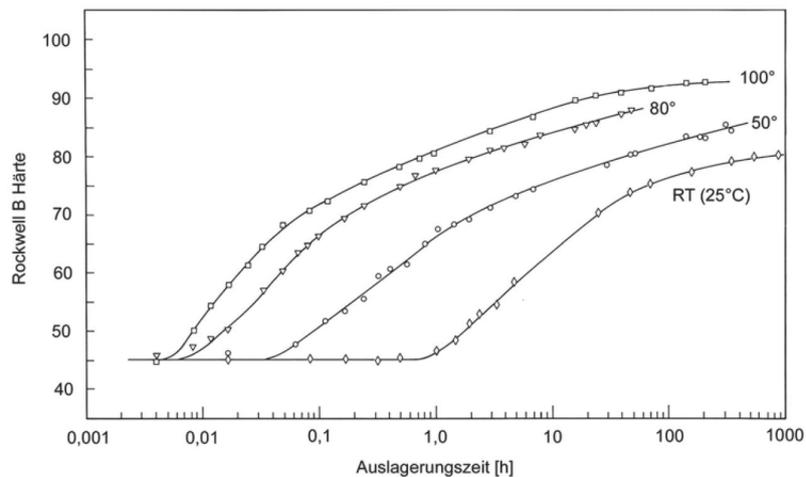


Abbildung 23: Aushärteverlauf von AA7075 zwischen RT und 100 °C

In den kaltausgelagerten Zuständen ist keine maximale Festigkeit erreichbar. Im Vergleich zur Warmauslagerung kann die akzeptable Zähigkeit auf die Anwesenheit von groben Korngrenzenausscheidungen sowie den damit verbundenen ausscheidungsfreien Zonen (pfz – precipitation free zones) zurückgeführt werden. Dennoch liegt in diesen Zuständen (T4) eine gute Kombination aus Festigkeit und Zähigkeit vor. Allerdings ist diese Legierung in T4 sehr anfällig auf Korrosion, weshalb immer eine abschließende Wärmebehandlung auf den Zustand T6 oder T7 stattfindet, wobei T7 die beste Beständigkeit gegenüber Spannungsrissskorrosion mit reduzierter Festigkeit aufweist. [4, 11, 25, 65, 69]

3.5.5.3 Warmauslagerung

Wie in Kapitel 3.5.5.2 erwähnt, ist die aus den kohärenten GP-Zonen entstehende teilkohärente Phase η' für die hohe Härte der 7xxx-Legierungen verantwortlich. Der typische Temperaturbereich der Warmauslagerung liegt zwischen 100 °C und 150 °C, der maximal erreichbare Härtewert zwischen 120 °C und 130 °C. [4, 68, 70–78]

Der Übergang von GP-Zonen zu einer nächsten Phase geschieht durch Vergrößerung wachstumsfähiger Ausscheidungen. Bei entsprechend hoher Auslagerungstemperatur- und Zeit werden teilkohärente η' -Ausscheidungen in die stabile Gleichgewichtsphase (η) umgewandelt. Bei einer fortgeführten Warmauslagerung bei in etwa 125 °C erfolgt eine Teilchenvergrößerung (Ostwaldreifung), wodurch die Festigkeit um 10–15 % bis hin zu 30 % reduziert, aber die Spannungsrissskorrosionsbeständigkeit deutlich erhöht wird. Der sich einstellende Wärmebehandlungszustand wird im Allgemeinen als Überalterung bezeichnet (T7). [4, 13, 63, 79–82]

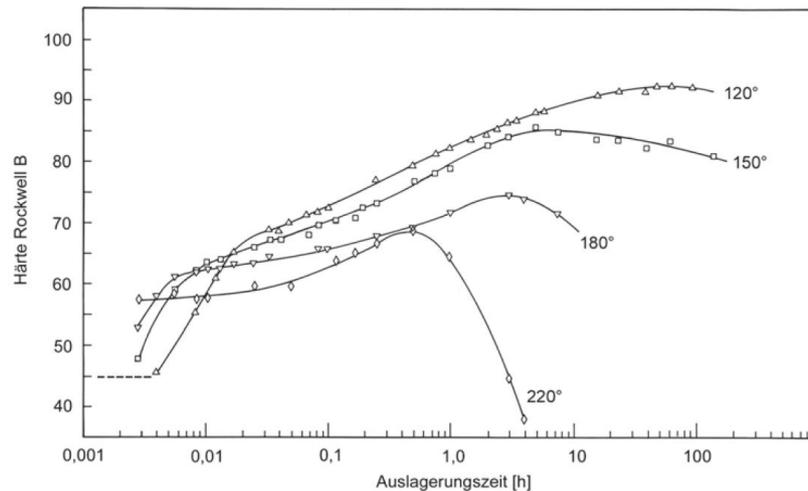


Abbildung 24: Warmaushärteverlauf von AA7075 zwischen 120 °C und 220 °C [4]

Der T7(X)-Zustand kann in Abhängigkeit von der chemischen Zusammensetzung aus dem T6-Zustand (Auslagerungstemperatur 110–130 °C) durch eine längere Warmauslagerungszeit oder bei noch höheren Temperaturen (160–180 °C) [83, 84] erreicht werden. [4, 13]

3.5.5.4 Alternative Warmauslagerungsverfahren

Alternative Wärmebehandlungsmethoden sind ein interessanter Bereich zur Eigenschaftsoptimierung von Aluminiumknetlegierungen. Zu den bereits bestehenden konventionellen Verfahren haben sich im Laufe der Jahre durch intensive Forschung und Entwicklung weitere Methoden der Warmauslagerung etabliert, welche neben einer zum Teil verkürzten Warmauslagerungszeit auch noch eine positive Auswirkung auf die Festigkeitseigenschaften ausübt. Darunter zählen beispielsweise die Technologie der „Retrogression and Reageing (RRA)“ [85–97], das „Interrupted Ageing (IA)“ [98–101], das „Double Ageing (DA)“ [102] oder das „Interrupted Quenching“ (I.Q.) [47, 103–105].

3.5.5.4.1 Retrogression and Reageing (RRA)

Bei der RRA-Wärmebehandlung [6, 85–97] (Abbildung 25) erfolgt die Auslagerung meistens in drei Stufen. Begonnen wird mit einer konventionellen Warmauslagerung bei Temperaturen im Bereich von 120 °C [89], die Warmauslagerungszeit muss aber so gewählt werden, dass für die nachfolgende Reversionsglühung ein unteralterter Gefügestand vorliegt. Würde sich nach dem ersten Wärmebehandlungsschritt bereits ein überalterter Zustand einstellen, können im anschließenden Rückglühvorgang bei noch höheren Temperaturen die gebildeten Ausscheidungen nicht wieder aufgelöst werden. Der zweite Schritt besteht wie bereits kurz erwähnt aus einer sogenannten Reversions- oder Rückglühung bei Temperaturen im Bereich von 170–230 °C [89]. Dabei werden die bereits gebildeten, feinen Ausscheidungen erneut aufgelöst und gröbere Partikel können durch Ostwaldreifung wachsen. Den ideale Zeitpunkt

zur Beendigung der Rückglühung stellt die maximale Härte dar. Ein zusätzliches Halten bei erhöhter Temperatur führt nur zu einer Vergrößerung der Partikel, die mit einem Festigkeitsverlust einhergeht. Entscheidend ist die Auswirkung dieser Wärmebehandlung auf die Spannungsrissskorrosionsbeständigkeit. Nach [89] führt dieses Verfahren zu einem Werkstoffzustand der Korrosionsresistenz, ähnlich T76 mit nahezu vergleichbaren Härtewerten im Zustand T6. [13, 15, 89]

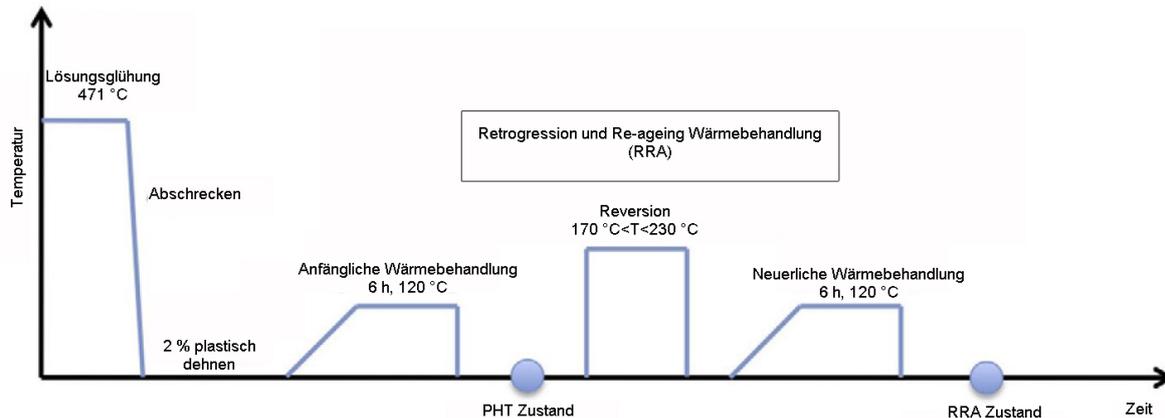


Abbildung 25: Schematische Darstellung der „Retrogression- und Reageing-Wärmebehandlung“ nach [89]

3.5.5.4.2 Interrupted Ageing (IA)

„Interrupted Ageing“ (Abbildung 26), also die unterbrochene (Warm)auslagerung, zählt auch zu den neuartigen Wärmebehandlungsverfahren, aus der Legierungen mit verbesserten mechanischen Eigenschaften resultieren. Die Nomenklatur für die unterbrochene Auslagerung wird mit „I“ gekennzeichnet. Wird eine Legierung mit Hilfe dieses Verfahrens beispielsweise auf den Zustand T6 ausgehärtet, so ergibt sich die Schreibweise T6I6. Dabei findet nach dem Lösungsglühen und Abschrecken ein kurzes Auslagern bei hohen Temperaturen statt, gefolgt von einer Warmauslagerung bei 65 °C für wenige Stunden bis Wochen [101, 106], damit sich ein unteralterter Gefügestand einstellt. Abschließend erfolgt die Aushärtung auf maximale Festigkeit. [13, 15, 101]

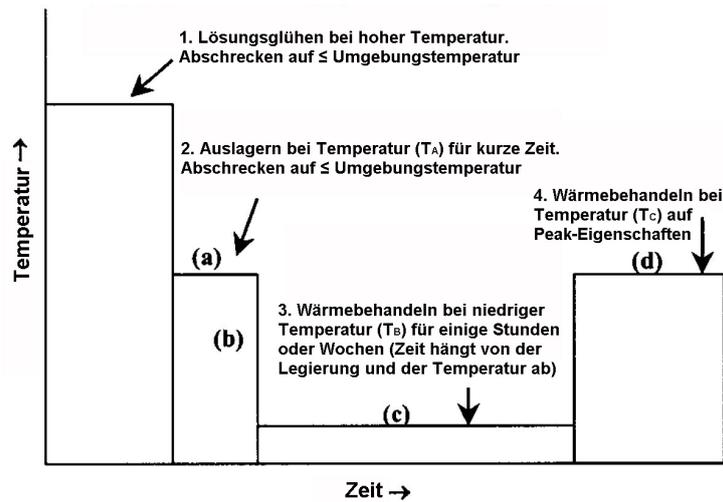


Abbildung 26: Schematische Darstellung der unterbrochenen Warmauslagerung nach [101]

Der Vorteil dieser Wärmebehandlung besteht durch die Bildung von GP-Zonen und in weiterer Folge in der Ausscheidung feinverteilter sekundärer Phasen, die am Ende des Prozesses ein wesentlich feineres Ausscheidungsmuster ergeben. Ein daraus resultierender Härteanstieg ist in Abbildung 27 dargestellt.

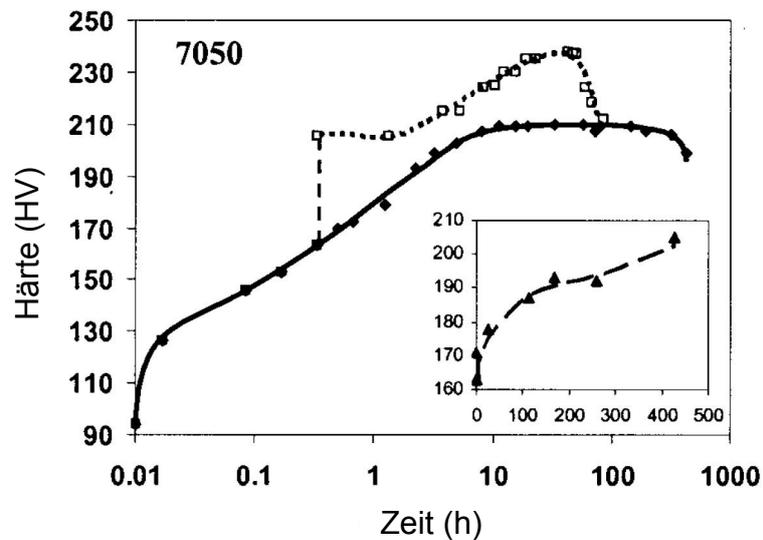


Abbildung 27: T6I6-Wärmebehandlung von AA7050 und deren Auswirkung auf die maximale Härte (T6I6...strichlierte Linien, T6...volle Linie) nach [101]

3.5.5.4.3 Double Ageing (DA)

Wie der Name verrät, handelt es sich beim „Double Ageing“ (Abbildung 28) um ein Wärmebehandlungsverfahren, das in zwei Stufen stattfindet. Der Prozess beginnt wie bei der konventionellen Warmauslagerung mit einer Lösungsglühung und Abschreckung auf Raumtemperatur, gefolgt von einer ersten Auslagerung bei niedriger Temperatur und einer abschließenden zweiten Auslagerung, bei einem etwas höheren Temperaturwert. [13, 15, 102]

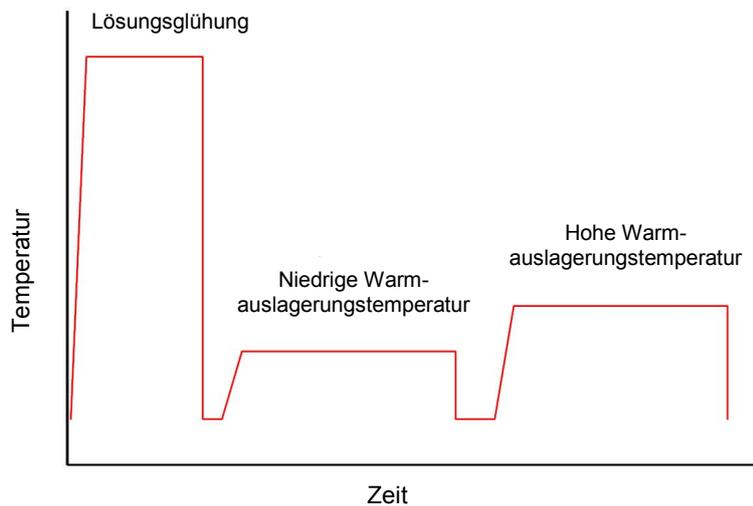


Abbildung 28: Schematisches Prozessschema der zweifachen Warmauslagerung nach [102]

Wie eingangs erwähnt, sollte die Temperatur der ersten Stufe niedriger als die der zweiten sein. Grund dafür ist, dass sich durch die Wahl eines zu hohen Auslagerungsniveaus im ersten Schritt bereits Gleichgewichtsphasen (η -MgZn₂) bilden können, die bei der nachfolgenden höheren Temperatur aufgrund ihrer Größe nicht mehr aufgelöst werden können. Generell begünstigen niedrigere Werte im ersten Schritt feine GP-Zonen, welche bei höheren Temperaturen als Keimstellen für die aushärtende Phase η' dient. Die Auswirkung auf die Zeiteinsparung bei gleichbleibender Härte des „Double Ageings“ gegenüber einer konventionellen Auslagerung ist in Abbildung 29 verdeutlicht. Der große Vorteil dieses Verfahrens liegt einerseits in der Ausscheidungsverteilung, sodass keinerlei Härteverlust eintritt, und andererseits ist das Zeiteinsparungspotenzial enorm, was bei einer verkürzten Wärmebehandlungszeit zu einer erhöhten Ausbringungsrates führt. [13, 15, 102]

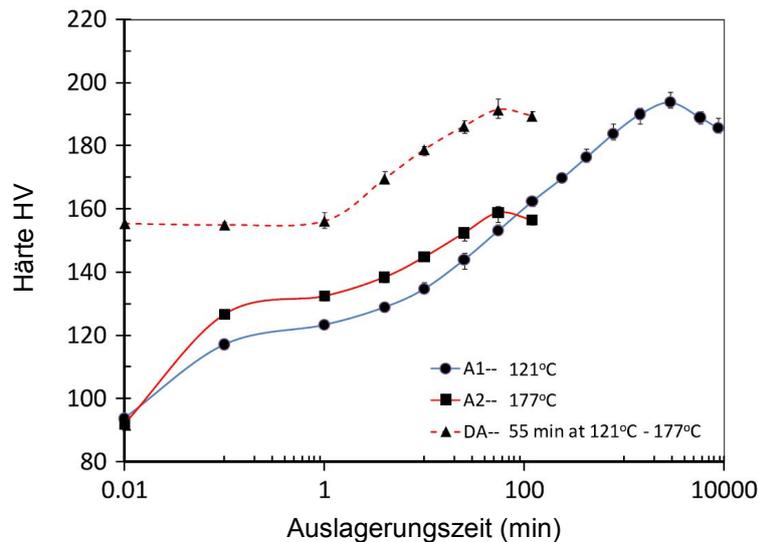


Abbildung 29: Zeiteinsparung bei der zweistufigen Auslagerung gegenüber der Standardvariante ohne Verlust an Härte nach [102]

3.5.5.4.4 Interrupted Quenching (IQ)

Einen bisher wenig erforschten Bereich stellt das „Interrupted Quenching“ (I.Q.) [47, 103–105] (Abbildung 30) dar. Dabei wird der Werkstoff nicht wie gewöhnlich auf Raumtemperatur, sondern auf einen erhöhten Wert abgeschreckt und für eine gewisse Zeit gehalten bevor dieser auf Raumtemperatur abkühlt. Dabei handelt es sich um eine Art „verfrühte“ Auslagerung nach der Lösungsglühung. Dieses Verfahren dient zur Erzeugung von feinen Ausscheidungen, hauptsächlich GP-Zonen und η' , vor der eigentlichen Wärmebehandlung. Die Art, Menge und Größe der Ausscheidungen ist von der gewählten Abschrecktemperatur und Haltedauer abhängig. Wie bereits in Kapitel 3.5.4 erwähnt, ist auf eine entsprechend hohe Kühlrate beim Abschrecken auf die bestimmte Temperatur zu achten. Sollte diese zu gering sein, kann es zu einer vorzeitigen Entmischung von Phasenbestandteilen kommen, die in weiterer Folge in dem finalen Warmauslagerungsschritt für die Aushärtung nicht mehr zur Verfügung stehen. [54, 103]

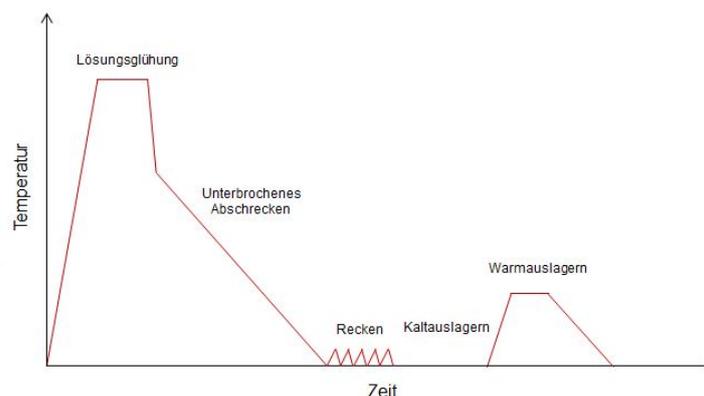


Abbildung 30: Mögliches Prozessschema des „Interrupted Quenchings (I.Q.)“

Abbildung 31 zeigt ein sogenanntes Zeit-Temperatur-Eigenschafts-Diagramm (C, TTP-curve) für AA7075 im Zustand T6. In diesen Kurven sind die prozentuellen Anteile der maximal erreichbaren Festigkeitswerte (Zugfestigkeit und Streckgrenze) in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit angegeben. Diese Kurven sind bei der Wahl der Abschreckgeschwindigkeit und den sich dabei ausbildenden Gefügeständen für Prognosen der Festigkeit und Zähigkeit von essentieller Bedeutung. [103, 107]

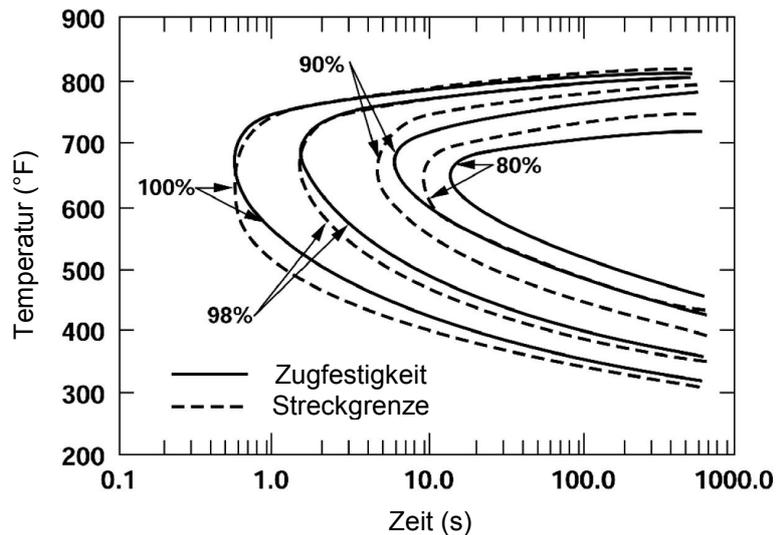


Abbildung 31: Zeit-Temperatur-Eigenschafts-Diagramm für AA7075 im Zustand T6 nach [107]

Die Simulationsergebnisse der QFA (Quench Faktor Analyse) mit dem prognostizierten positiven Festigkeits- und Zähigkeitssteigerungseffekt für 7xxx-Legierungen, basierend auf der unterbrochenen Abschreckung, verdeutlicht Abbildung 32a und Abbildung 32b. Da in der Literatur kaum mechanische Kennwerte von 7xxx-Legierungen durch das I.Q.-Verfahren gegeben sind, wird auf den experimentellen Teil verwiesen.

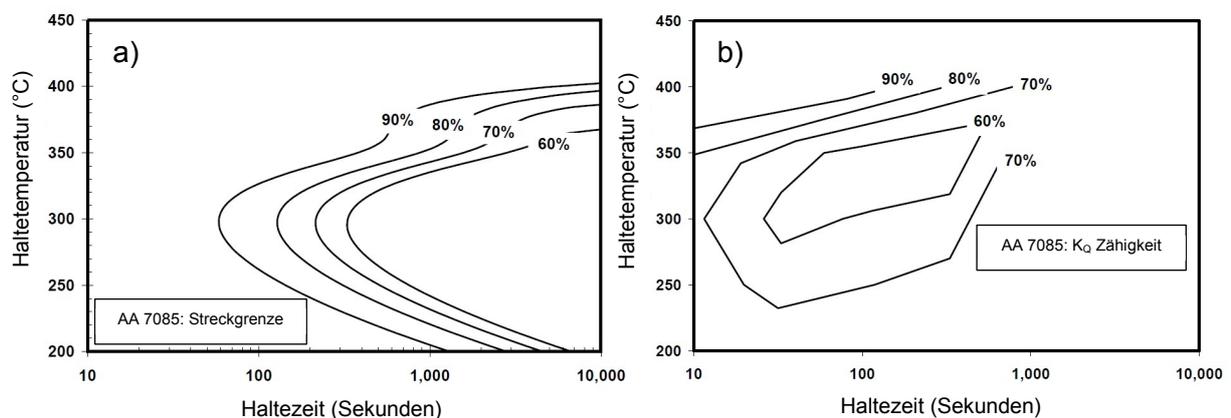


Abbildung 32: Technologische Eigenschaften durch I.Q. von AA7085: a) Streckgrenze und b) Zähigkeit nach [103]

Hauptziel dieser Wärmebehandlungsstrategie gegenüber herkömmlichen Technologien ist eine Festigkeitssteigerung bei gleichzeitig starker Verkürzung der Warmauslagerungszeit. Dadurch könnten 7xxx-Legierungen ökologischer und gleichzeitig ökonomischer hergestellt werden. Auf nähere Details und Ergebnisse dieses Verfahrens wird später im Rahmen dieser Dissertation eingegangen.

4 Methoden zur Charakterisierung

In den nachfolgenden Unterkapiteln wird ein kurzer Einblick über die verwendeten Methoden der Werkstoffcharakterisierung gegeben.

4.1 Werkstoffcharakterisierung

Neben den mechanischen Prüfverfahren wie Härte-, Zug sowie Kerbschlagbiegeprüfungen wurden auch Bruchzähigkeits- und Korrosionstests durchgeführt.

4.1.1 Härteprüfung

Als wesentliches Instrument der zerstörungsfreien Werkstoffprüfung diente die Härteprüfung nach Brinell (HBW 2,5/62,5) [108]. Die Untersuchungen wurden auf einer EMCO M4-025-G3-Einheit (Abbildung 33) durchgeführt.



Abbildung 33: Universalhärteprüfgerät EMCO-M4C-025-G3 [109]

Die Prüfung der Härte erfolgte bei allen untersuchten Proben auf der zur Plattenaußenseite zeigenden Fläche. Dazu wurden in Summe drei Härteeindrücke (Anfang-Mitte-Ende) bei bestimmten Temperaturen und zu bestimmten Zeiten durchgeführt. Aus den gemessenen Härtewerten erfolgte die Berechnung des Mittelwertes sowie der Standardabweichung und die Erstellung eines entsprechenden Diagramms. Eine schematische Darstellung der Härteeindrücke ist in Abbildung 34 angeführt.

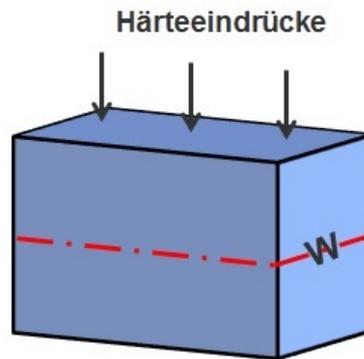


Abbildung 34: Schemenhafte Darstellung der Härteeindrücke über die gesamte Probe

4.1.2 Zugprüfung

Die für die Zugprüfung erforderlichen Proben wurden entsprechend der Norm DIN EN 6892-1 [110] Form A mit Probendurchmesser $d_0=8$ mm und $L_0=40$ mm [111] gefertigt. Die Prüfung erfolgte auf einer Z100-Maschine der Firma Zwick/Roell (Abbildung 35), die Messung der dabei auftretenden Dehnung bzw. Längenänderungen fand mittels Makrowegaufnehmer statt.



Abbildung 35: Zugprüfmaschine Zwick/Roell Z100 [112]

4.1.3 Kerbschlagbiegeversuch

Um die Zähigkeit des wärmebehandelten Probenmaterials ermitteln zu können, kamen instrumentierte Charpy-Schlagzähigkeits-Prüfungen nach DIN EN ISO 179-2 [113] zum Einsatz. Die für die Untersuchung zur Verfügung gestellten Proben wurden im Rohformat 12x12x125 mm zur weiteren Bearbeitung und Prüfung an das Leichtmetallkompetenzzentrum Ranshofen gesendet. Es erfolgte weiters die Bearbeitung der übermittelten Proben auf die erforderliche Dimension von 3x6x30 mm mit einer Kerbtiefe von 2 mm sowie deren Prüfung.

4.1.4 Bruchzähigkeitstest

Die Bruchzähigkeit beschreibt den Widerstand gegenüber Rissausbreitung und ist vor allem in der Flugzeugindustrie von essentieller Bedeutung. Wie bereits in Abschnitt 5.1.1 angesprochen, wurden die Bruchzähigkeitsproben aus der Geometrie in Abbildung 45 produziert. Die Bestimmung erfolgte über den „Compact-Tension-Test“ (CT-Test) nach DIN EN ISO 12737 [114]. Dabei wird durch die mechanisch mittig erzeugte Kerbe der Probe infolge einer Schwingbeanspruchung ein künstlicher Anriss eingebracht. Mittels einer Zugbelastung wird der Riss weiterwachsen, bis eine kritische Größe erreicht wurde und die Probe gerissen ist. Dabei erfolgte die Messung der auftretenden Spannung sowie der Rissausdehnung. Aus diesen beiden Werten kann anschließend die Bruchzähigkeit des Werkstoffes ermittelt werden.

4.1.5 Korrosionstest

Um den Effekt der alternativen Wärmebehandlung I.Q. speziell auf die Korrosionseigenschaften testen zu können, mussten einige Vorbereitungen getroffen werden. Die Probendimension für die Spannungsrisskorrosionstests entsprach der bereits bekannten Geometrie von 12x12x125 mm in L-Richtung. Diese wurden entsprechend der alternativen Technologie (I.Q.) wärmebehandelt und anschließend für 30 Tage im Wecheltauchtest (zehn Minuten in eine 3,5 % NaCl-Lösung tauchen, 50 Minuten an Luft trocknen, mechanische Belastung in der Höhe von 75 % der $R_{p0,2}$) nach ASTM G44 [115] einer Korrosionsprüfung unterzogen.

4.1.6 Metallographie

Die Probenaufbereitung für weiterführende metallographische Analysen erfolgte auf der halbautomatischen Schleif- und Poliermaschine Struers Tegramin 30 (Abbildung 36a). Das Schleifen wurde dabei mit unterschiedlicher Körnung von 220 (MD-Molto), 800, 1200 und 4000 durchgeführt. Die Anpresskraft betrug 150 N, aufgeteilt auf mehrere Proben. Der Polierschritt erfolgte mit Diamant-, OP-S- oder MgO-Suspension (1 μm) bzw. mit Etosil E. Zur Gefügekontrastierung kamen neben der bekannten Barker-Ätzung mittels LectroPol5 (Abbildung 36b) noch Ätzungen nach Weck oder mit 32 %-NaOH zur Anwendung. Zur metallographischen Analyse der Proben wurde das Stereomikroskop Discovery V12 (Abbildung 37a) sowie das vollmotorisierte Auflichtmikroskop Zeiss Axio Imager M1m (Abbildung 37b) der Firma Zeiss verwendet. Die Bildverarbeitung erfolgte mit dem inkludierten Softwarepaket von Zeiss Axio Vision 4.8.

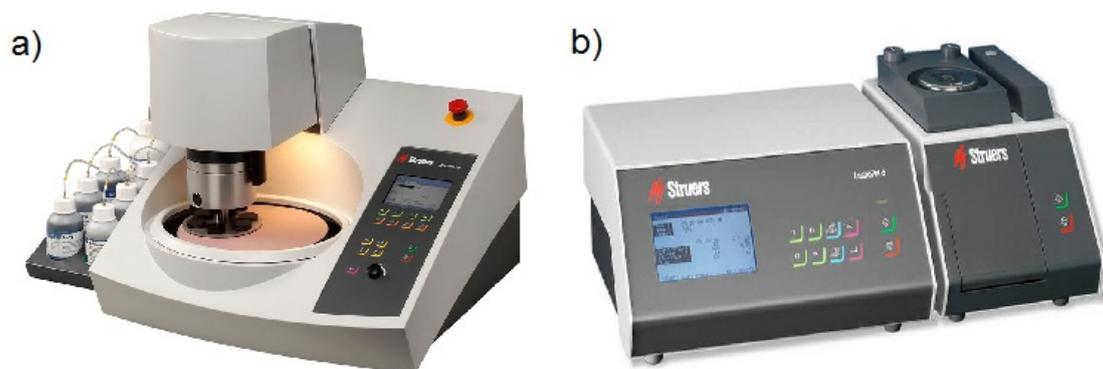


Abbildung 36: a) Halbautomatische Schleif- und Poliermaschine Struers Tegramin 30 und b) elektrolytische Ätz- und Poliereinheit LectroPol-5 [116, 117]

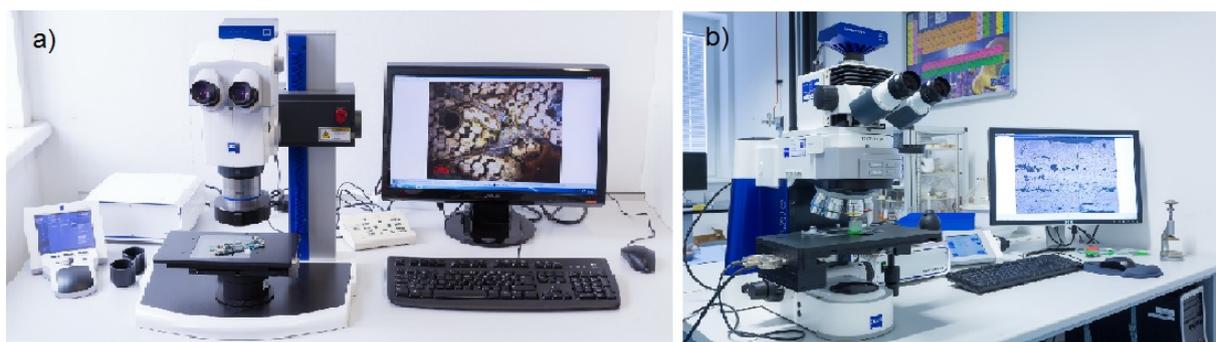


Abbildung 37: a) Stereomikroskop Zeiss Discovery V12 und b) vollmotorisiertes Auflichtmikroskop Zeiss Axio Imager M1m [118, 119]

4.1.7 Funkenspektrometrie

Die Funkenspektrometeranalyse dient in erster Linie zur Überprüfung der chemischen Zusammensetzung einer Legierung. Dabei wird ein Lichtbogen zwischen einer Elektrode und der zu untersuchenden Probenoberfläche erzeugt. Infolge der auftretenden hohen Temperaturen kommt es zur Verdampfung des Probenmaterials. Die emittierte Strahlung wird in optische Systeme geleitet, in einzelne Komponenten zerlegt und gemessen [120]. In Abbildung 38 ist das verwendete Funkenspektrometer der Firma SPECTROMAXx abgebildet.



Abbildung 38: Funkenspektrometer der Firma SPECTROMAXx [121]

4.1.8 Rasterelektronenmikroskopie

Rasterelektronenmikroskopieuntersuchungen (REM) werden unterstützend zur Gefüge- und Werkstoffcharakterisierung eingesetzt. Dabei wird die Probenoberfläche mit einem sehr fein gebündelten Elektronenstrahlen abgerastert. Die gestreuten Elektronen erzeugen je nach Modus ein Abbild der Probenoberfläche oder der Zusammensetzung. Die REM-Untersuchungen wurden auf einem JSM-IT300-LV (Abbildung 39) der Firma Jeol mit einer energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDX) der Firma Oxford durchgeführt. Dabei werden die einzelnen Atome in der Probe durch den auftreffenden Elektronenstrahl angeregt und senden anschließend die für das jeweilige Element charakteristische Röntgenstrahlung aus. [122]



Abbildung 39: Rasterelektronenmikroskop Jeol JSM-IT300-LV mit EDX-Analyse [123]

4.1.9 Transmissionselektronenmikroskopie

Durch die Analyse mittels Transmissionselektronenmikroskop (TEM) können Ausscheidungen, Korngrenzen, Gitterfehler und Phasengrenzen anschaulich abgebildet werden. Weiteres besteht die Möglichkeit, Beugungsbilder des Kristallsystems einer Probe aufzunehmen und dadurch Rückschlüsse auf die Orientierung ziehen zu können. Die aus der Kathode austretenden Elektronen werden emittiert und durch eine angelegte Beschleunigungsspannung (Anodenspannung) zur Probe hin beschleunigt. Die Fokussierung des Elektronenstrahls erfolgt mit Hilfe unterschiedlicher Linsensysteme. Trifft der Elektronenstrahl auf die Probe, so erfolgt eine Wechselwirkung der Elektronen mit den Probenatomen. Gefügeunterschiede sind durch die auftretenden Sekundärelektronen erkennbar. Für TEM-Untersuchungen müssen sehr dünne Folien (~ 100 nm) des Probenmaterials durch metallographische Methoden hergestellt werden. Untersuchungen wurden auf einem Philips CM20 sowie einem Tecnai F20 (Abbildung 40) durchgeführt. [124]



Abbildung 40: Transmissionselektronenmikroskop Tecnai F20 [125]

4.2 Thermodynamische Differenzkalorimetrie

Die dynamische Differenzkalorimetrie (Differential Scanning Calorimetry – DSC) ist eine häufig verbreitete und angewandte Methode zur (thermischen) Untersuchung von Werkstoffen und dient gleichzeitig der Materialcharakterisierung. Dabei ist unter dem Begriff Differenzkalorimetrie die Messung von chemischen oder physikalischen Eigenschaften bezogen auf die Änderung der Temperatur oder Zeit des Messsignals (Wärmestrom) zu verstehen. Das Messprinzip beruht auf Wärmemengenänderungen (Enthalpie) durch eine simultane Messanordnung von Referenz und Probe. Der Messkörper (Ofenzelle) besteht aus einer Metallscheibe, an welcher unterschiedliche Sensoren für zum Beispiel die Temperaturbestimmung angebracht sind. Um Messungen bei tiefen Temperaturen (flüssiger N_2 bei -196 °C) oder anderen Atmosphären als Luft durchführen zu können, kann die Messzelle mit inertem oder reaktivem Gas (H_2 oder CO) geflutet werden. Ein schematischer Aufbau einer DSC ist in Abbildung 41 dargestellt. Bei chemischen oder physikalischen Reaktionen eines Materials, wie beispielsweise dem Schmelzen, ändert sich während dieses Vorganges der Wärmestrom. [126–128]

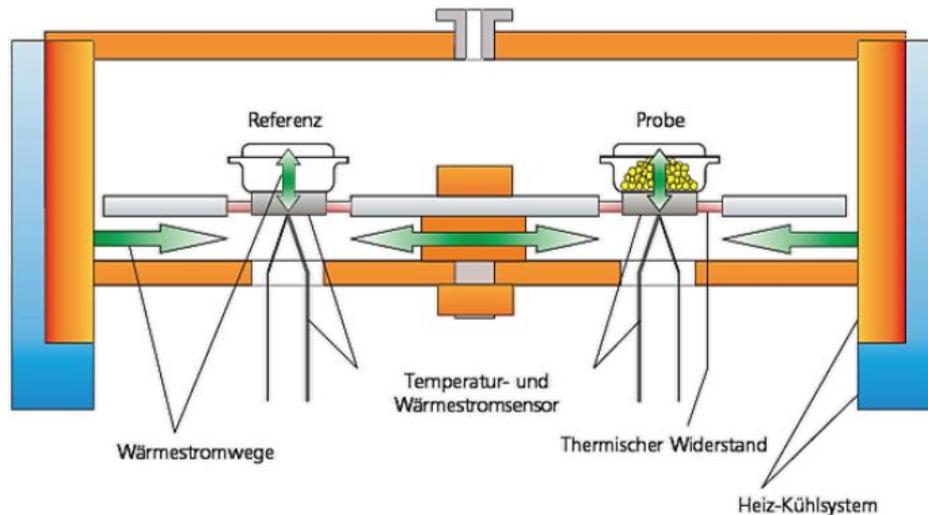


Abbildung 41: Schematische Darstellung einer DSC-Messzelle [126]

Exotherme oder endotherme Ausschläge (Peaks) in den Graphen kennzeichnen Erstarrungs- oder Schmelzpunkte sowie Auflösungs-, Umwandlungs- oder Ausscheidungsvorgänge (siehe Abbildung 42). Die Fläche unterhalb eines Peaks ist proportional der Enthalpieänderung. [128]

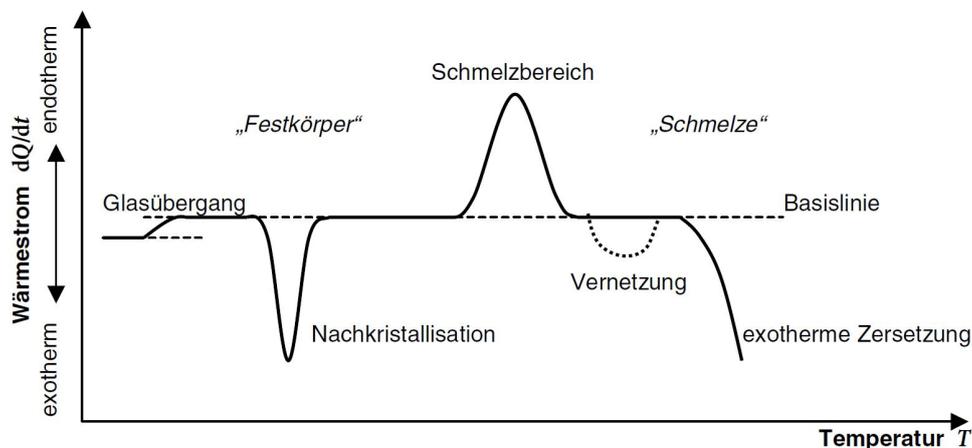


Abbildung 42: Mögliche auftretende Effekte während einer DSC-Messung [126]

Materialreaktionen ergeben einen Sprung in der Enthalpie-Temperatur-Kurve der Messung. Reinstoffe, insbesondere Metalle, ändern ab einer gewissen Temperatur ihren Aggregatzustand. Die Ermittlung der (An)Schmelztemperatur erfolgt durch die „Onset“-Bestimmung. Diese tritt als exo- oder endotherme Abweichung von der Basislinie auf. Die extrapolierte Temperatur lässt sich laut Theorie [126, 127] genau am Schnittpunkt der Tangente der Basislinie und jener an dem Wendepunkt ermitteln. Da die Temperaturbestimmung durch die „Onset“-Methode relativ viel Interpretationsspielraum lässt, ist es wichtig, bereits auf vorhergehende Signale vor dem Erreichen der Schmelztemperatur

zu achten. Dazu ist es unter Umständen erforderlich, eigene Methoden [57] zur Schmelzpunktbestimmung bei Legierungen zu generieren. [126–128]

Exemplarisch zeigt Abbildung 43 eine reale DSC-Messung von AA7175 mit exothermen Signalen bei den auftretenden Phasenumwandlungen in Abhängigkeit von unterschiedlichen Zn:Mg-Verhältnissen.

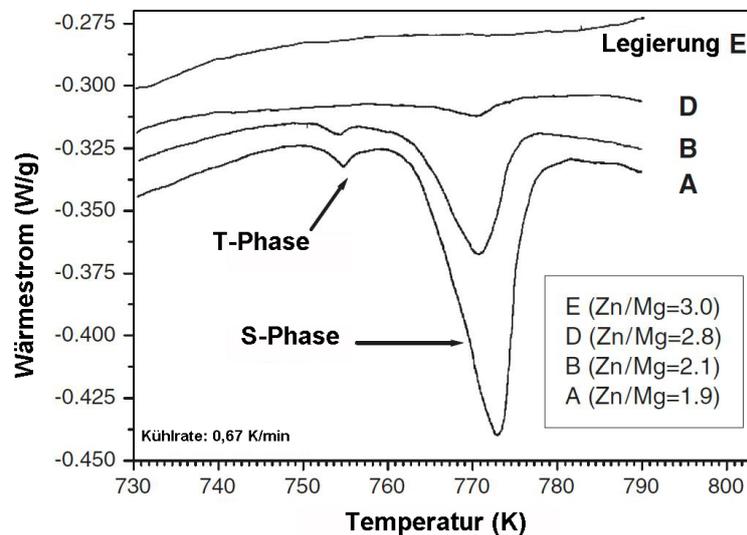


Abbildung 43: Exotherme Ausschläge während der DSC-Messungen von AA7175 nach [42]

4.3 Thermodynamische Berechnungen

Thermodynamische Berechnungsprogramme (CALPHAD-Programme, CALculation of PHase Diagrams) dienen zur Legierungsoptimierung. Sie sind ein wichtiges und nützliches Werkzeug zur Vorhersage von möglichen Lösungsglühtemperaturen, Phasenausbildungen und zu Schmelzintervallbestimmungen. Ein gewöhnliches Phasendiagramm zeigt Bereiche, in denen Phasen stabil sind. Der CALPHAD-Ansatz beruht auf der Berechnung von thermodynamischen Gleichgewichts-Zuständen (GGW) des Systems und ist die Summe der Eigenschaften der auftretenden einzelnen Phasen. [129–141]

4.3.1 Methodik der thermodynamischen Berechnung

Die CALPHAD-Berechnungsmethode beruht auf experimentellen Erkenntnissen über Phasengleichgewichte und allen zugehörigen thermodynamischen Informationen aus versuchstechnisch ermittelten thermochemischen und thermophysikalischen Daten, welche zu Datenbanken zusammengefasst wurden. Jede Eigenschaft einer Phase kann thermodynamisch über Modelle [142, 143] beschrieben und ausgewertet werden. Dazu ist es erforderlich, alle wichtigen Informationen (Gibbs-Energie etc.) in dem Modell anzupassen. Erst im Anschluss ist es möglich, ein Phasendiagramm mit den entsprechenden thermodynamischen Eigenschaften neu zu berechnen. Ziel der CALPHAD-Methode ist es,

eine möglichst zuverlässige Beschreibung des vorliegenden Systems mit den zugehörigen Eigenschaften zu generieren sowie Temperaturen und Phasenausbildungen möglichst präzise vorherzusagen. [129, 133, 139]

4.3.2 Phasenmodellierung

Einer der kompliziertesten Themenbereiche der CALPHAD-Methode ist die Phasenmodellierung. Diese basiert im Wesentlichen auf mathematischen Modellen für die Gibbs-Energie der einzelnen Phasen, da bei bekannten Werten von Druck und Temperatur auch zusätzlichen thermodynamischen Größen ermittelt werden können. Eine exakte Beschreibung über das Verhalten von Phasen in einem Mehrkomponentensystem ist nicht möglich. Aus diesem Grund wird immer ein Unterschied zwischen Vorhersage und Berechnung [57] resultieren. Nur durch regelmäßige Nutzung von CALPAD-Programmen und deren Vergleich mit experimentellen Ergebnissen können diese Systeme kontinuierlich verbessert und weiterentwickelt werden. [129, 133, 139]

4.3.3 Phasengleichgewichtsberechnungen

So groß wie die Vielzahl an unterschiedlichen thermodynamischen Berechnungsprogrammen ist, so groß ist auch die Anzahl an verfügbaren Datenbanken [57]. Diese sind jeweils für die Prognose von verschiedenen Werkstoffen entwickelt und entsprechend erweitert worden. Darunter zählen vorzugsweise metallische Werkstoffe wie Stähle, Nichteisenmetalllegierungen sowie Schlacken. Ein entscheidender Vorteil ist, dass die Software zur Berechnung der Gleichgewichtsenergien zum einen verschiedene Algorithmen und zum anderen unterschiedliche Randbedingungen (Temperatur, Druck, Variation von chemischen Legierungselementen) verwendet. In nahezu allen Fällen wird das Gleichgewicht bei konstantem Volumen oder bei einem gegebenen chemischen Potenzial eines Elements oder einer gegebenen Zusammensetzung einer bestimmten Phase bestimmt. [129, 133, 139]

5 Resultate und Diskussion

Die Wärmebehandlung und hier im Speziellen das „Interrupted Quenching“ sowie die Abstimmung der Legierungszusammensetzung stellt einen wichtigen Bereich zur Optimierung von 7xxx-Legierungen dar.

5.1 „Interrupted Quenching“ (I.Q.)

Nachfolgend wird in den nächsten Kapitel das Versuchskonzept der unterbrochenen Abschreckung, deren Ergebnisse sowie die gewonnene wissenschaftliche Erkenntnis diskutiert.

5.1.1 Probandimension und Probenentnahmeposition (I.Q.)

Um verschiedenen Prüfverfahren mit den Proben durchführen zu können, bestand die erste Aufgabe darin, eine Probengeometrie zu generieren, welche sowohl einer Härteprüfung als auch dem Reck- und Zugprüfvorgang unterzogen werden konnte. Es kristallisierte sich eine quadratische Dimension von 12x12x125 mm (BxHxL) als vorteilhaft heraus, wodurch alle weiteren Proben (ausgenommen ½-CT) mit diesen Abmessungen versehen wurden. Die Entnahme des Versuchsmaterials für alle durchgeführten Prüfungen erfolgte immer aus einer exakt definierten Plattenposition (Abbildung 44), damit bei ergänzender Probenfertigung eine permanent gleichbleibende Entnahmeposition und damit verbundene mechanische Grundkennwerte bezogen auf die Plattendicke gewährleistet werden können.

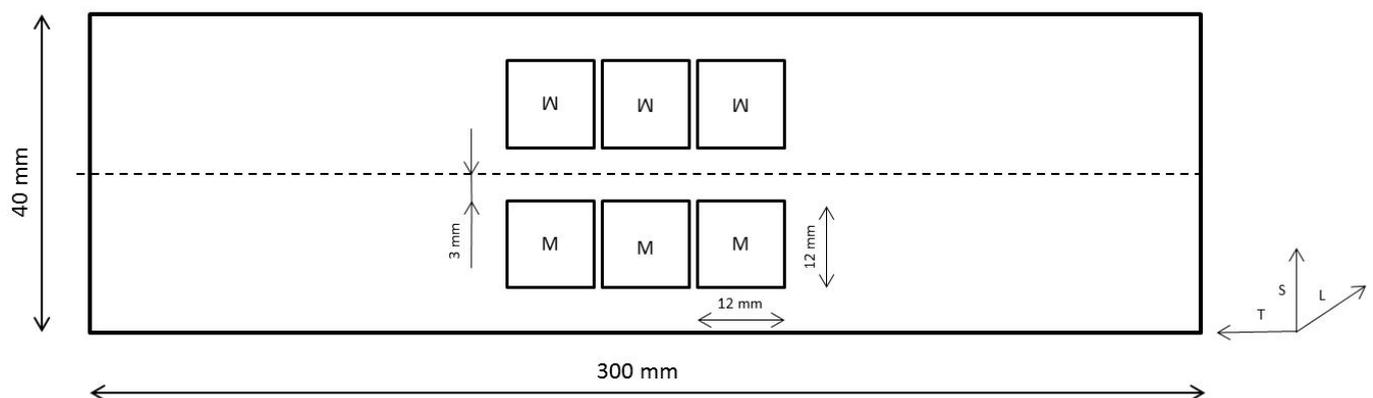


Abbildung 44: Entnahmeposition der Proben aus dem 40 mm dicken Plattenversuchsmaterial

Die Position ist in Dickenrichtung gesehen immer drei Millimeter von der Mitte entfernt. Um eine Verwechslung der Lage der Proben zum Zentrum oder vom Zentrum der Platte weg ausschließen zu können, erfolgte eine zusätzliche Kennzeichnung an den Stirnseiten mit einem „M“, wobei das „Dach“ des „M“ immer in Richtung Plattenmitte zeigt. Für die Bruchzähigkeitstests musste eine neue Probengeometrie ermittelt werden, damit diese gemäß des Prozessschemas in Abbildung 30 noch um 1,5 % plastisch gereckt werden konnten. Die sich ergebende Probenform ähnelt jener einer Flachzugprobe, unterscheidet sich jedoch wesentlich in der Längen-, Breiten- und Dickenabmessung. Die entworfene Probenform ist in Abbildung 45 dargestellt. Aus dem Mittelstück der Probe erfolgte die Herstellung von jeweils zwei Stück ½-CT-Proben, die wiederum entsprechend der Skizze aus Abbildung 44 an der Stirnseite gekennzeichnet wurden. Anlehnend an die Probengeometrie mussten auch die Platten für die Wärmebehandlung neu gestaltet werden. Eine Detailansicht des fertig entworfenen Plattenwerkes samt Probe ist in Abbildung 46 dargestellt.

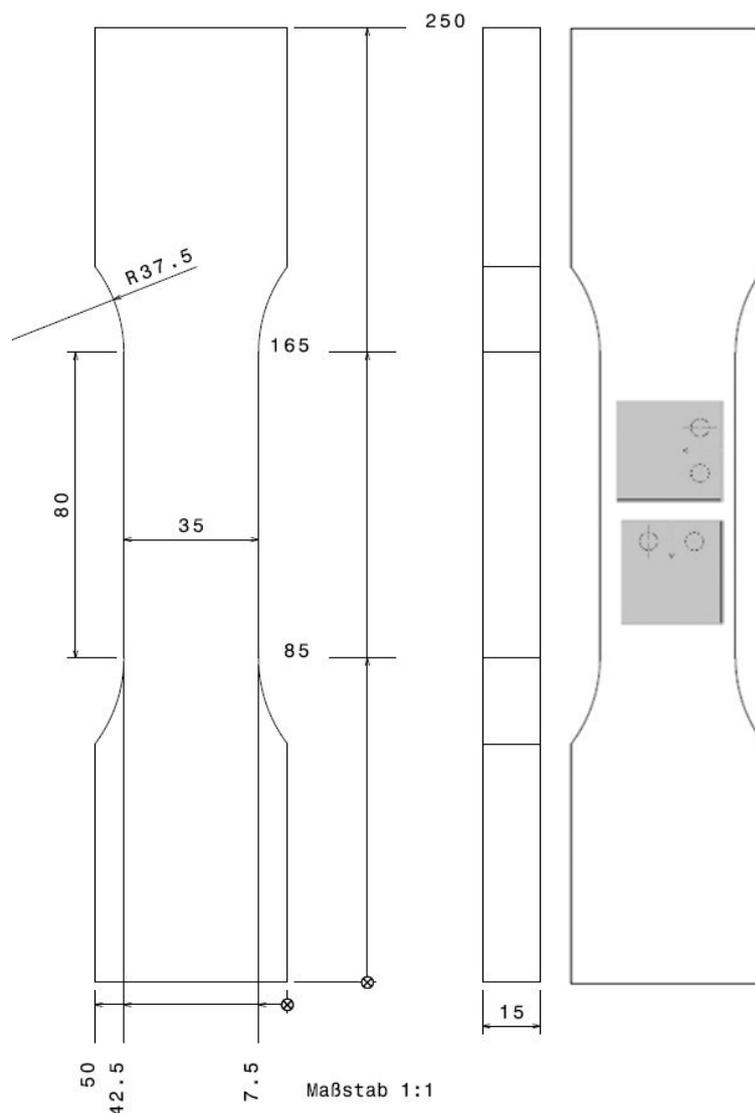


Abbildung 45: Ausgangsgeometrie zur Herstellung von ½-CT-Proben (Angaben in mm)

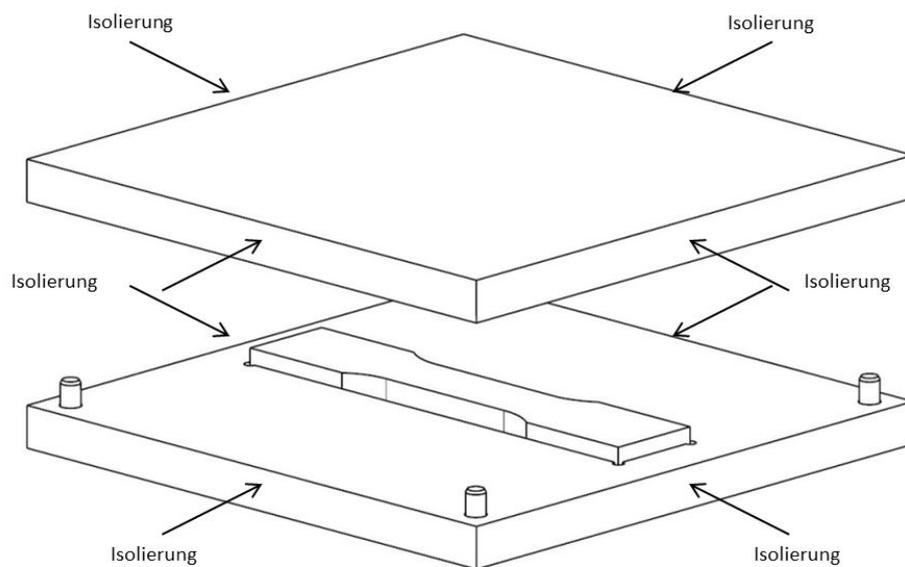


Abbildung 46: Fertig entworfene Plattengeometrie samt Probe für die Zähigkeitsmessungen

5.1.2 Legierung 7050

Im Rahmen einer Ideensammlung bei der Wärmebehandlungsstrategie „I.Q.“ wurde damit begonnen, ein einheitliches Versuchskonzept für die Abschreckung auf erhöhte Temperatur zu erstellen. Dieser Ablauf sollte in hohem Grade die industrielle Variante widerspiegeln, aber dennoch auf die optimalen Laborabläufe abgestimmt werden. Das Erstkonzept ist in Abbildung 47 dargestellt.

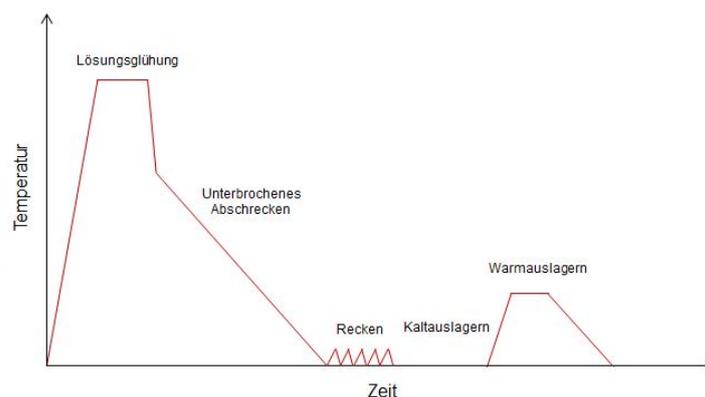


Abbildung 47: Versuchsschema für das „Interrupted Quenching“ bei der Legierung AA7050

Aus den zur Verfügung stehenden 7xxx-Plattenversuchsmaterialien wurden Proben mit optimierter Geometrie für die weiteren durchzuführenden Versuche (siehe Abschnitt 5.1.1) herausgearbeitet. Das Wärmebehandlungsprozedere startete mit einer Lösungsglühung im Kammerumluftofen bei 480 °C, gefolgt von der Abschreckung auf erhöhte Temperatur im Ölbad (Raumtemperatur bis 225 °C in 25 °C Schritten). Es wurden aus demselben

Probenmaterial eigens Platten mit Nuten (siehe Abbildung 48) angefertigt (300x300x40 mm), in denen die Proben nach der Lösungsglühung und Abschreckung eingelegt werden, um eine langsame Abkühlung entsprechend den industriellen Bedingungen (vergleichbare Dicke wie unter Praxisbedingungen) zu gewährleisten. Vor der Einlage der Proben nach dem Abschrecken auf erhöhte Temperatur wurden die Platten (40 mm dick) zuvor in einem Kammerumluftofen (Nabertherm N60/85SHA, N60/65HA) auf die entsprechende Abschrecktemperatur vorgewärmt. Nach der Abschreckung erfolgte die Entnahme der Proben aus dem Ölbad und die sofortige Einlage in die genannten Platten mit eingefrästen Nuten (siehe Abbildung 48).



Abbildung 48: a) Draufsicht bei der Platte mit Nuten, in welche die Proben eingelegt werden, b) eingefräste Nuten in der Versuchsplatte zur Einlage der Proben [144]

Nachfolgend wurden die Platten in isolierte Holzrahmen eingelegt, sodass eine langsame Abkühlung von der jeweiligen Quench- auf Raumtemperatur nur über die Plattenober- und -unterseite stattfand. Anschließend kam es für die 7050-Proben, entsprechend dem Versuchsschema in Abbildung 47, zu einem plastischen Recken um 1,5 % und einer Kaltauslagerung für sieben Tage. Abschließend erfolgte eine Warmauslagerung bei 125 °C für 24 Stunden und die Messung des Warmaushärteverlaufs, um die Peakhärte des Materials zu bestimmen. Weiters wurden im T6-Zustand Zugprüfungen durchgeführt. Um gewährleisten zu können, dass nach der Vorgabe der industriellen Parameter die einzuhaltenden Temperaturen und Zeiten auch wirklich im Labor nachgestellt werden können, wurde bei nahezu jedem Lösungsglüh- und Abkühlvorgang die Temperatur mitgemessen. Die Ermittlung erfolgte mit einem Messwagen, in dem eine Schaltung mit

verschiedenen ICP-Module installiert war, welche die Temperatur der Proben und des Ofenraumes mittels Typ-K-Thermoelementen aufzeichnete. Die Dokumentation der Parameter fand sowohl für die Legierung 7050 als auch für 7020 statt. Stellvertretend für die unzähligen Messungen ist eine klassische Aufheizkurve für eine Lösungsglühung und Abschreckung auf erhöhte Temperatur in Abbildung 49 dargestellt. Für die Aufzeichnung erfolgte eine Bohrung eines Loches mit $\varnothing 1$ mm jeweils an den Stirnseiten von Dummyproben zur Einbringung der Thermoelemente sowie die Bestimmung der Metalltemperatur.

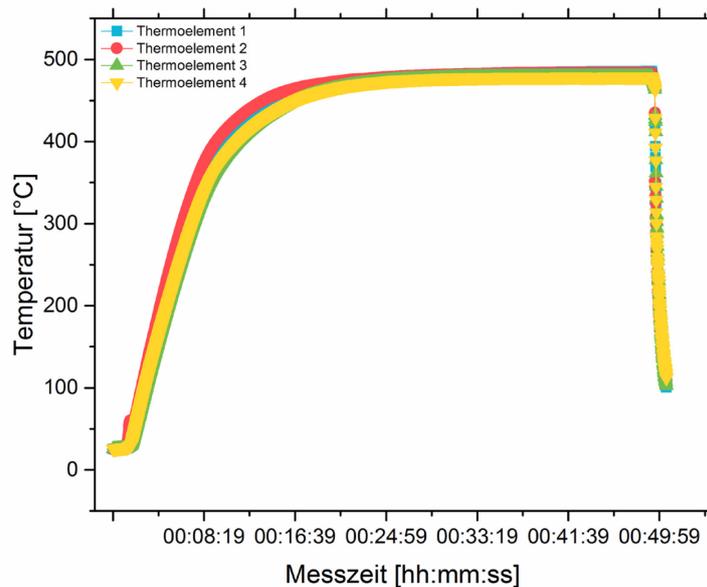


Abbildung 49: Temperaturaufzeichnung einer Lösungsglühung und Abschreckung auf erhöhte Temperatur von AA7050 bei Messung an verschiedenen Positionen der Probe

Nach der Abschreckung im auf die gewünschte Abschrecktemperatur vorgewärmten Ölbad erfolgte eine Einlage der Proben in die ebenfalls auf die gewünschte Quenchttemperatur erhitzten Platten (Abbildung 48) und eine langsame Abkühlung. In Abbildung 50 ist eine typische Abkühlkurve, hier für die Abschrecktemperaturen von 200 °C und 225 °C, dargestellt. Es ist ersichtlich, dass aufgrund des Manipulationsweges vom Ölbad und dem Einlegen in die Platten ein kleiner Temperaturverlust bei den Proben auftritt. Dieser ist aber aufgrund des Verhältnisses von Proben- zu Plattenvolumen so gering, dass er vernachlässigbar ist, da die Platten ohnehin genug Wärme enthalten, sodass die Proben wieder auf die entsprechende Temperatur erwärmt werden können. Die Abkühlzeit ist von der eingestellten Abschrecktemperatur sowie den Umgebungsbedingungen abhängig. Je höher diese ist, desto länger dauert es bis zum Erreichen der Raumtemperatur und umgekehrt. Die durch Versuche durchschnittlich ermittelte Abkühlzeit auf Raumtemperatur beträgt im Mittel etwa acht Stunden.

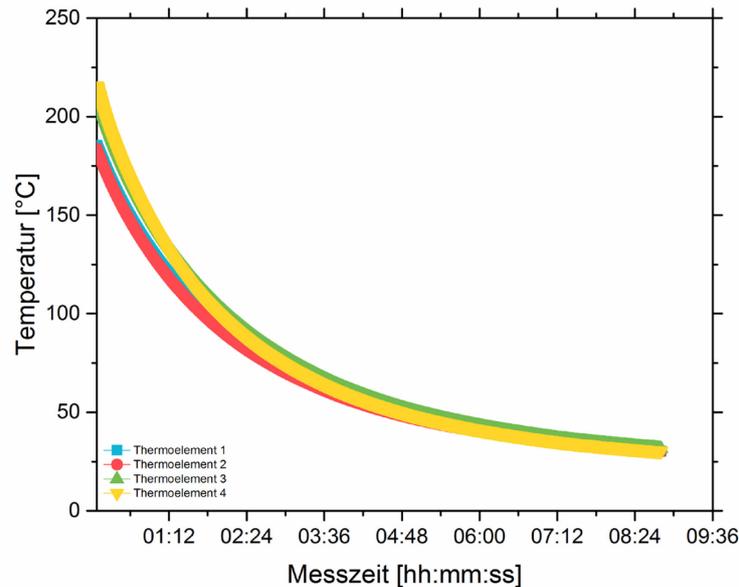


Abbildung 50: Abkühlung der Proben von erhöhter Abschrecktemperatur für AA7050 (Messung der Temperatur in der Platte)

5.1.3 Legierung 7020

Für die niedriglegierte Variante 7020 erfolgte die Durchführung eines ähnlichen, jedoch reduzierten Versuchsschemas (Abbildung 51).

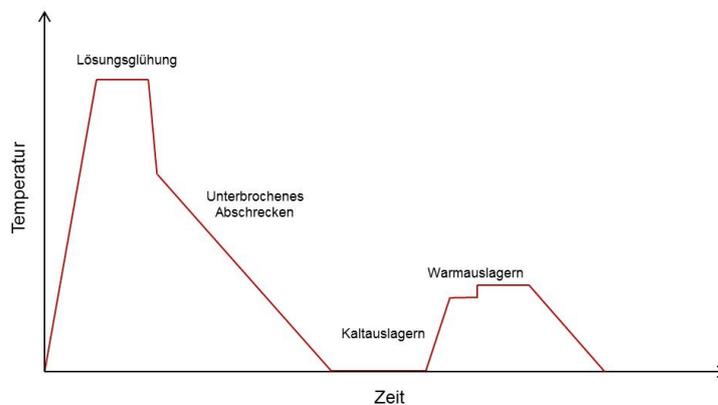


Abbildung 51: Konzept des Abschreckens auf erhöhte Temperatur für Legierung AA7020

Da das Ausgangsmaterial nur in einer Dicke von 8 mm zur Verfügung stand, kamen entsprechende Proben mit einer Geometrie von 8x8x125 mm zur Anwendung. Eine Entnahme aus einer definierten Position entsprechend Abbildung 44 war aufgrund der geringen Dicke nicht möglich. Daher konnte in weiterer Folge auch auf eine Bezeichnung mit dem Buchstaben „M“ an der Stirnseite der Proben verzichtet werden. Da es sich hierbei nur um eine etwas vereinfachte Versuchsdurchführung (Machbarkeitsstudie) handelt, wurden auf gewisse Schritte wie das Recken und die Messung des Härteverlaufes während der Kalt- und Warmauslagerung zu bestimmten Zeiten verzichtet. Aufgrund einer anderen chemischen Zusammensetzung gegenüber der Legierung 7050 mussten weitere Wärmebehandlungs-

parameter eingestellt werden. So betrug die Lösungsglühtemperatur im Umluftofen 470 °C und die Haltezeit lag bei 30 Minuten. Die Glühtemperaturen und Glühzeiten beziehen sich immer auf die Metalltemperatur des Versuchsmaterials. Um auch hier gewährleisten zu können, dass die angeforderten Parameter erreicht werden, wurden während der Lösungsglühung auch die Temperaturen mittels dem Messaufbau und der Software DasyLab mitaufgezeichnet. Eine repräsentative Aufnahme des Temperaturverlaufes der Lösungsglühung ist in Abbildung 52 abgebildet.

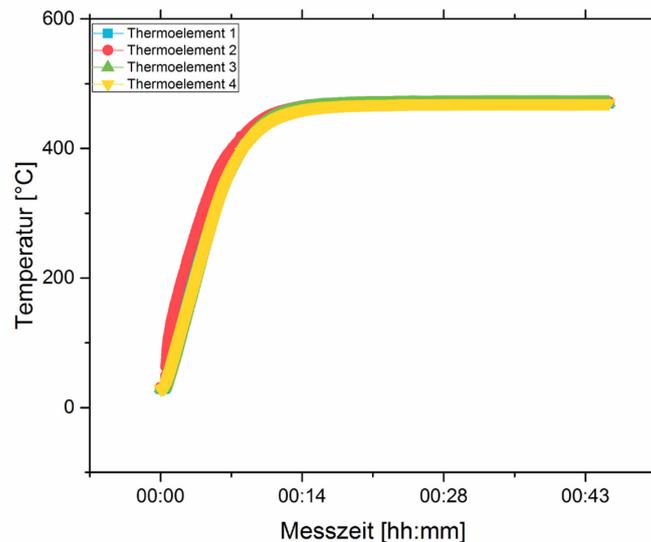


Abbildung 52: Temperaturerfassung bei der Lösungsglühbehandlung von AA7020

Bei diesen Versuchen wurden folgende Abschrecktemperaturen untersucht: Raumtemperatur (Referenz) und 80 °C bis 150 °C jeweils in Schritten von 10 °C. Für die niedriglegierte Vergleichsvariante (AA7020) erfolgte eine Abschreckung auf einem erhöhten Temperaturniveau im Metallbad. Eine Messung der Abkühlung bzw. Abschreckung der Proben von der Lösungsglühtemperatur auf den gewünschten Wert war aufgrund der Größe und des Handlings der Proben im Metallbad nicht möglich, weshalb in diesem Fall auch keine Aufzeichnung zur Verfügung steht. Nach der Abschreckung im Metallbad erfolgte ebenfalls eine rasche Reinigung und Einlage der Proben in die vorgewärmten Platten. Die Abkühldauer von der Abschreck- auf Raumtemperatur ist auch bei diesem Legierungstyp temperaturabhängig. Nach allen durchgeführten Messungen hat sich auch hier eine durchschnittliche Abkühlzeit von acht Stunden eingestellt. Eine Abkühlkurve für den Werkstoff 7020 ist in Abbildung 53 dargestellt.

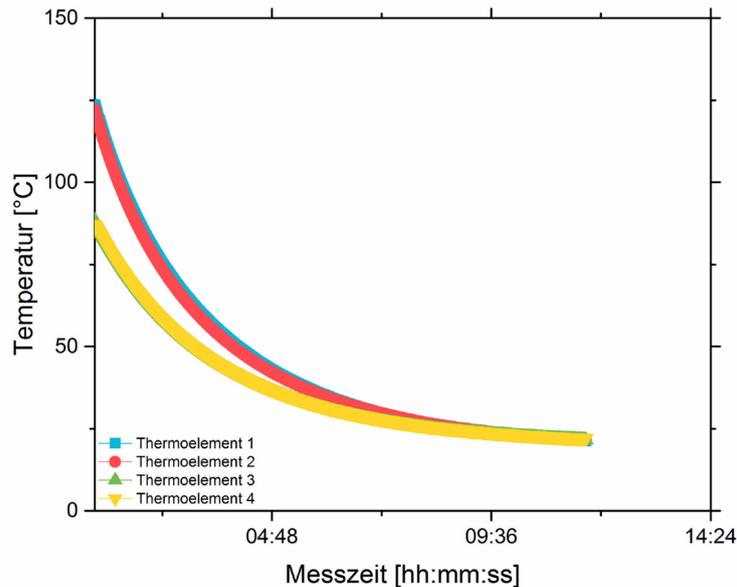


Abbildung 53: Temperaturverlauf der Probe an unterschiedlichen Stellen bei einer langsamen Abkühlung von erhöhter Abschrecktemperatur – Legierung AA7020

Die Kaltauslagerung erstreckte sich über drei Tage, bevor es zu einer abschließenden zweistufigen Warmauslagerung kam.

5.1.4 Versuchsergebnisse von 7050

In diesem Unterabschnitt werden die ersten Versuchsergebnisse der unterbrochenen Abschreckversuche zusammengefasst und diskutiert.

5.1.4.1 Härteprüfung

Wie bereits kurz in den einleitenden Punkten beschrieben, erfolgte nach der T6-Wärmebehandlung eine Zug- und Härteprüfung für die Legierung 7050. Dabei ist in Abbildung 54 ersichtlich, dass zu Beginn der Warmauslagerung die durch die Kaltaushärtung gewonnene Festigkeit sinkt. Der messbare Härteabfall wird durch das Auflösen der während der Kaltauslagerung gebildeten feinen Ausscheidungen (GP-Zonen) begründet [58, 145]. Sobald dieser Vorgang (Reversion) beendet ist, beginnt ein erneuter kontinuierlicher Härteanstieg bis zum Erreichen der Peakhärte. Bei allen getesteten Abschrecktemperaturvariationen wurde eine maximale Härte nach etwa 24 Stunden beobachtet. Erfolgt eine noch längere Warmauslagerung, so stellt sich im Gefüge ein überalterter Zustand (T7) ein. Dieser ist durch vergrößerte oder grobe Ausscheidungen gekennzeichnet, welche zwar einen positiven Effekt auf die Spannungsrisskorrosionsbeständigkeit ausüben, sich aber nachteilig auf die Streck- und Dehngrenze auswirken. Aus den Kurvenverläufen in Abbildung 54 ist klar erkennbar, dass mit steigender Abschrecktemperatur die maximal erreichbare Härte im Zustand T6 (Peakhärte) gegenüber der Referenzprobe kontinuierlich abnimmt. Der

angestrebte Effekt der Festigkeitssteigerung durch die unterbrochene Abschreckwärmebehandlung ist zumindest bei den Härtemessungen der ersten Versuche nicht eingetreten. Dieser kann aber durch eine zu geringe Abkühlgeschwindigkeit von der Lösungsglühbehandlung begründet werden. Hierbei haben sich während des Abschreckens bereits erste Phasen und Partikel ausgeschieden, welche im nachfolgenden Warmauslagerungsprozess nicht mehr zur Verfügung stehen.

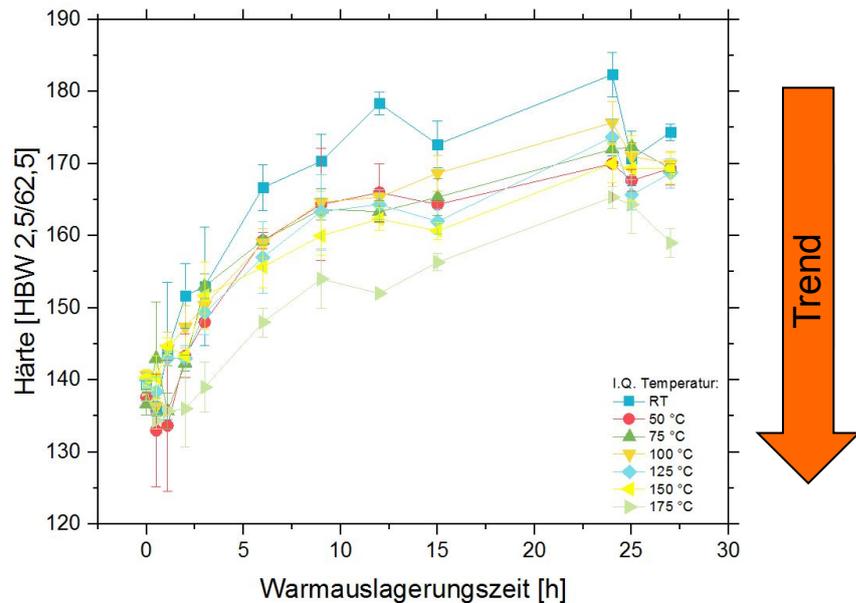


Abbildung 54: Warmhärtungsverlauf von AA7050 nach der Abschreckung auf erhöhte Temperatur als Funktion der Aushärtezeit, Trend abnehmender Härtewerte mit steigender Abschrecktemperatur

5.1.4.2 Zugprüfung

Da bekannt ist, dass die Härtewerte mit den Zugfestigkeitswerten korrelieren, wurde auch hier eine nachteilige Auswirkung auf die erreichbaren mechanischen Kennwerte erwartet. Entsprechend der Abbildung 55 sind ebenfalls im Zugversuch abnehmende Festigkeits- und Dehnungswerte mit steigender Abschrecktemperatur erkennbar. So erreichten die Proben mit einer Abschrecktemperatur von 175 °C im Mittel 492 MPa, was einer verminderten Festigkeit von 53 MPa gegenüber der Standard-Wasserabschreckung bedeutet. In den entsprechenden Werksangaben bewegen sich die Werte im Bereich von 500 MPa, wobei diese von der Dicke sowie der Prüfrichtung (L-, LT- oder ST-Richtung) abhängig sind. Die detaillierten Messergebnisse sind in Tabelle 4 dargestellt.

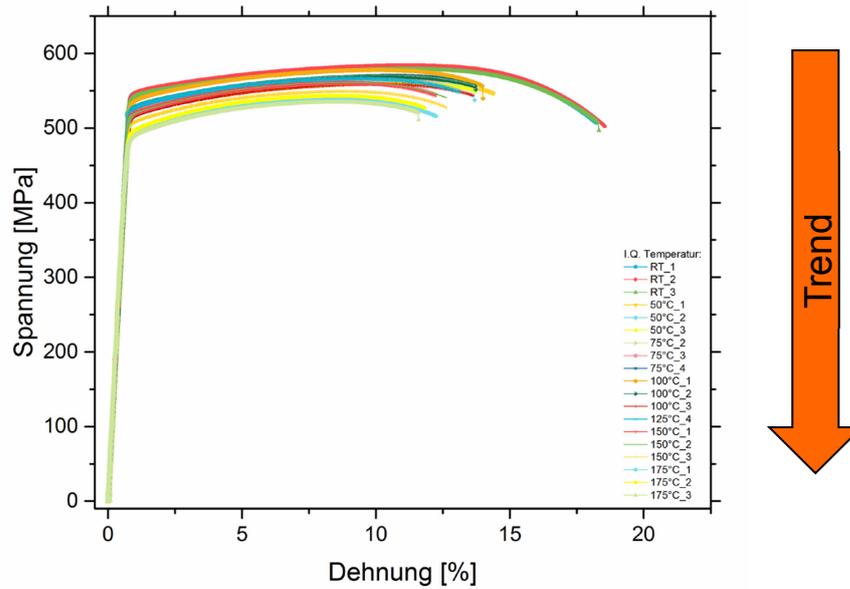


Abbildung 55: Ergebnisse der Zugprüfung der ersten Versuche als Funktion der abnehmenden Festigkeit mit steigender Abschrecktemperatur von AA7050, Trend abnehmender Festigkeiten mit steigender Abschrecktemperatur

Tabelle 4: Kennwerte aus dem Zugversuch der ersten Serie

Probenkennung	R_{p0.2}	R_m	A_g	A_t
Temperaturserien	MPa	MPa	%	%
RT	545	582	10,4	18,4
50 °C	517	563	9,8	13,9
75 °C	524	567	9,8	13,6
100 °C	525	569	9,3	13,8
125 °C	526	566	8,5	13,2
150 °C	514	557	8,0	12,5
175 °C	490	539	7,7	11,9

5.1.5 Versuchsergebnisse von 7020

In diesem Kapitel werden die ersten Ergebnisse der Legierung 7020 mit dem etwas vereinfachten Versuchskonzept der unterbrochenen Abschreckung zusammengefasst und diskutiert.

5.1.5.1 Härteprüfung

Im Gegensatz zur Legierung 7050 konnte beim Werkstoff 7020 ein nachteiliger Effekt von abnehmbaren Festigkeitseigenschaften mit steigender Abschrecktemperatur nicht festgestellt werden. Die Messung der Vergleichsvariante nach drei Tagen Kaltaushärtung zeigte, dass die Proben mit der höchsten und größten Abschrecktemperatur auch den höchsten Härtewert aufwiesen, jene bei 100 °C und 125 °C zeigten den niedrigsten Wert durch Abschreckung auf erhöhte Temperatur mit nachfolgender Kaltaushärtung, wobei die Abweichungen in der Schwankungsbreite liegen. Die Ergebnisse sind in Abbildung 56 dargestellt.

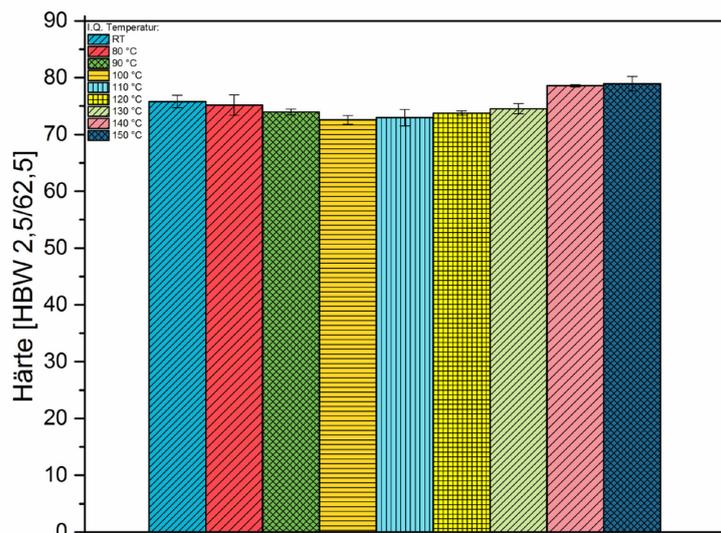


Abbildung 56: Härtewerte nach drei Tagen Kaltaushärtung von AA7020 in Abhängigkeit von der Abschrecktemperatur

In Anbetracht der Tatsache, dass von allen gemessenen Härtewerten gegenüber der Referenz ein nicht wirklich signifikanter Härtezuwachs erkennbar ist, kann vorerst auch nicht von einem Festigkeitsgewinn durch das I.Q. gesprochen werden. Nach anschließender zweistufiger Warmauslagerung, begonnen bei 100 °C für acht Stunden, gefolgt von 140 °C für 26 Stunden, wurde eine neuerliche Härteprüfung durchgeführt. Es zeigte sich, dass alle auf unterschiedliche Temperatur abgeschreckten Proben keinen signifikanten Härteunterschied (Abbildung 57) in der Endfestigkeit aufwiesen. Die Werte erstreckten sich über einen Bereich von 120 HBW bis 125 HBW. Ein Trend einer vermeintlich gestiegenen Härte für erhöhte Abschrecktemperaturen wurde nicht bestätigt. Eine negative Tendenz wie

für 7050 war zumindest an der niedriglegierten 7xxx-Vergleichsvariante (7020) nicht feststellbar.

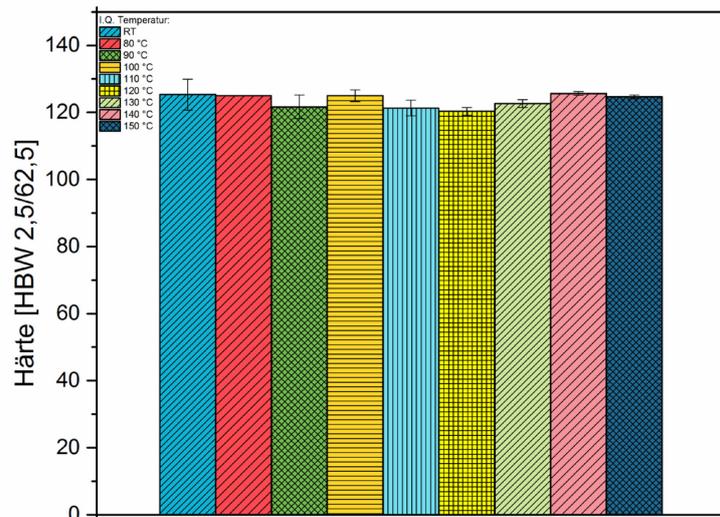


Abbildung 57: Härtewerte nach der zweistufigen Warmauslagerung auf zuvor unterschiedlich abgeschreckte Temperaturen–Legierung AA7020

5.1.6 Diskussion der Ergebnisse von Legierung 7050 und 7020

Da die Ursache der verminderten Härte und Festigkeit zu Beginn nicht bekannt war, erfolgten eine umfangreiche Literaturrecherche sowie eine Studie der Lösungsglüh- und Abschreckparameter. Nach der Auswertung von Temperaturaufzeichnungskurven (Abbildung 58), konnte als Ursache der geringen Festigkeit bei höheren Abschrecktemperaturen von AA7050 eine unzureichend rasche Abschreckgeschwindigkeit [46] festgestellt werden. Aufgrund des Einflusses der Vorwärmung des Abschreckmediums (Öl) auf die entsprechende Abschrecktemperatur, erfolgte ein relativ langsamer Wärmeübergang von der Lösungsglüh- auf die Zieltemperatur. Je höher die Temperatur des Ölbad, desto geringer ist auch die Abschreckgeschwindigkeit. In Folge dessen beginnt der übersättigte Mischkristall auch frühzeitig zu zerfallen (Entmischung). Die enthaltenen Legierungselemente scheiden aufgrund der langsamen Abkühlung bereits erste Phasen oder Phasenbestandteile [48, 49] aus, welche bei einer weiterführenden Warmauslagerung für die Aushärtung nicht mehr zur Verfügung stehen. Unweigerlich kommt es zu einem Verlust an Übersättigung, der maximal erreichbare Ausscheidungsdruck sinkt, sodass das Aushärtepotenzial nicht mehr komplett ausgeschöpft werden kann. Dieser Effekt aus dem Versuchskonzept (siehe Abbildung 47) überwiegt für Legierung 7050. Zhang et. al. [48] konnten veranschaulicht zeigen (Abbildung 21), dass bei einer zu geringen Kühlrate bereits Phasenausscheidungs Vorgänge vom Typ η' als auch η , also der metastabilen Form und der Vorläufer der Gleichgewichtsphase, im Material stattfinden, welche das Potenzial für die nachfolgende Härtung deutlich vermindern [146].

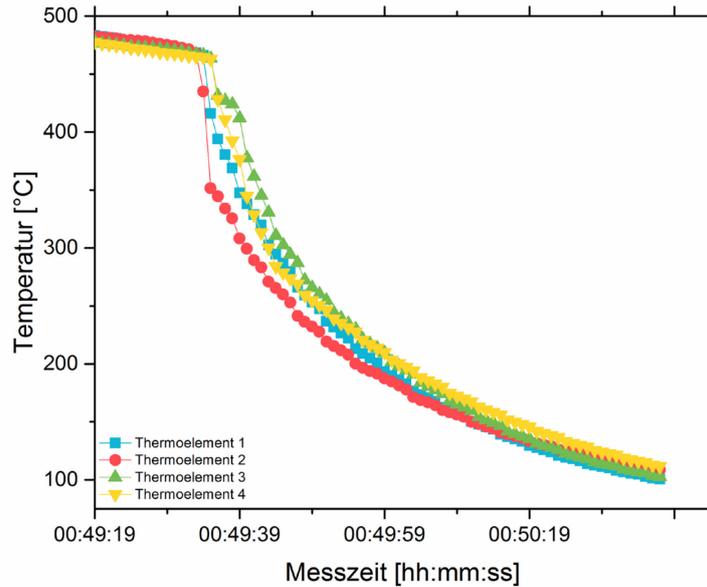


Abbildung 58: Verminderte Abschreckgeschwindigkeit von der Lösungsglüh- auf erhöhte Temperatur bei Legierung 7050, erkennbar an dem flachen Kurvenverlauf und der Zeit bis zum Erreichen der gewünschten Quenchtemperatur

In Abbildung 59 ist eine erweiterte Temperaturlaufzeichnung des Lösungsglühvorganges, der Entnahme der Proben aus dem Ofen sowie der Abschreckung im Ölbad aufgezeichnet. Dabei ist ersichtlich, dass bereits beim Herausnehmen des Versuchsmaterials aus dem Lösungsglühofen ein leichter Temperaturabfall stattfindet, der aber aufgrund der erforderlichen Manipulation nicht vermieden werden kann.

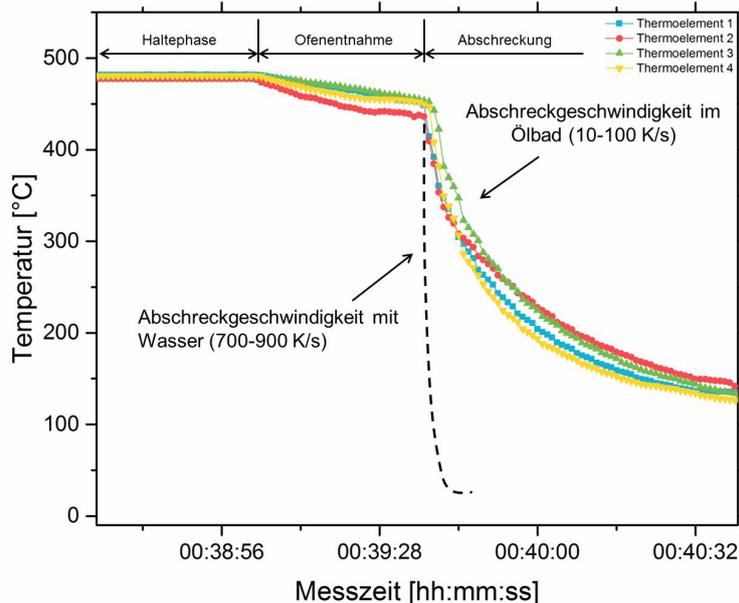


Abbildung 59: Gemessene Abschreckgeschwindigkeiten und Temperaturverlauf im Ölbad verglichen mit der Wasserabschreckung für Legierung 7050

Bei der Abschreckung auf erhöhte Temperatur im Ölbad ist ebenso deutlich erkennbar, dass die Zeit bis zum Erreichen der gewünschten Abschrecktemperatur beinahe zwei Minuten

beträgt (grüne Linie). Das entspricht umgerechnet einer Kühlrate von in etwa 3–10 K pro Sekunde. Bei niedrig gewählten Abschrecktemperaturen ist die Kühlrate entsprechend höher und umgekehrt. Ergänzend dazu ist eine orange strichlierte Linie eingezeichnet, welche eher dem Realitätsfall entspricht und etwa 700–900 K pro Sekunde [72] beträgt. Zurzeit wird aus wirtschaftlichen Gründen industriell als Quenchmedium immer Wasser eingesetzt. Die Steuerung der sich einstellenden Abschreckgeschwindigkeit würde nur über die Geschwindigkeit bzw. Verweilzeit der Platten in der Abschreckeinrichtung gesteuert. Da auf Basis der bisherigen Erkenntnisse eine Fortführung der Versuche in der ursprünglich geplanten Ausführung nicht sinnvoll ist, wurde das Konzept der unterbrochenen Abschreckung auf erhöhte Temperatur sowohl für Legierung 7050 als auch für 7020 abgeändert. Eine genauere Erläuterung ist in Kapitel 5.1.7 angeführt.

5.1.7 Strategieänderung der Wärmebehandlung

Aufgrund der bisher gewonnenen Erkenntnisse ist eine Adaption des Versuchskonzeptes zur Vermeidung des Aushärtetpotenzialverlustes unumgänglich, welches nachfolgend detailliert beschrieben ist.

5.1.7.1 Legierung 7050 und 7020

Um einen Verlust an Übersättigung und den damit einhergehenden Festigkeitseinbußen entsprechend der ersten Laborversuche zu unterbinden, erfolgte eine Abänderung des Versuchskonzept entsprechend der Abbildung 60 und Abbildung 61. Der adaptierte Untersuchungsablauf unterscheidet sich von der ersten Variante darin, dass anstelle des direkten Abschreckens der Proben auf erhöhte Temperatur im Ölbad, diese im Wasserbad auf Raumtemperatur abgeschreckt (grüne Markierung) und sofort nach Entnahme aus dem Wasserbad in die vorgewärmten Platten eingelegt wurden. Damit kann gewährleistet werden, dass die für den Legierungstyp erforderliche Abschreckgeschwindigkeit auch tatsächlich erreicht und der Einfluss der verminderten Abkühlgeschwindigkeit mit steigender I.Q.-Temperatur eliminiert wird. Weiters entspricht dieser Prozess eher der industriellen Variante, da die Temperatur des industriellen Abschreckmediums Wasser immer bei Raumtemperatur liegt und die Plattentemperatur durch die Verweildauer bzw. Durchfahrtsgeschwindigkeit geregelt wird. Die restliche Verfahrensweise aus Kapitel 5.1.2 und Kapitel 5.1.3 wurde beibehalten. Ergänzend folgten neuerliche Temperaturmessungsaufzeichnungen, um die jeweilige Temperatur im Prozessschritt zu dokumentieren.

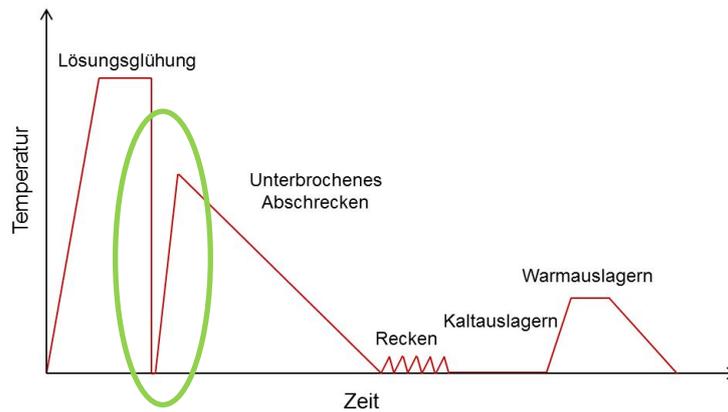


Abbildung 60: Adaptierter Untersuchungsablauf für weitere Wärmebehandlungsversuche von Legierung 7050 [144]

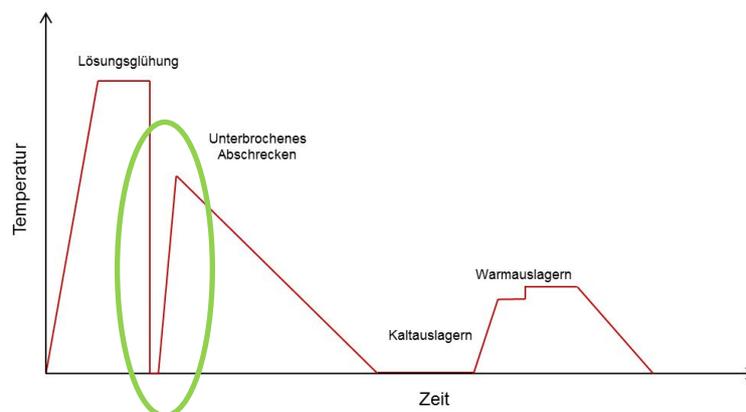


Abbildung 61: Überarbeitetes Versuchsschema für die niedriglegierte Vergleichsvariante 7020

5.1.8 Ergebnisse und Diskussion des überarbeiteten Konzeptes von 7050

Die Versuchsdurchführung wurde durch die Überarbeitung der Abschreckung im Wasserbad in Bezug auf die Wege und des Platzbedarfes ein wenig erleichtert. Wie zuvor erwähnt, fanden neuerlich Temperaturaufzeichnungen statt. In Abbildung 62 ist die Messung einer Lösungsglühbehandlung mit nachfolgender Abschreckung im Wasserbad aufgezeichnet. Durch diese Konzeptadaptierung konnte bereits bei der Entnahme der Proben vom Lösungsglühofen bis hin zur Wasserabschreckung ein deutlich geringerer Temperaturverlust verzeichnet werden. Da die Kühlrate für das neue Medium gegenüber dem Ölbad um den Faktor sieben bis zehn höher ist, wurde die Aufzeichnungsrate der Messpunkte um das Doppelte erhöht. Wie in Abbildung 62 ersichtlich, sind trotz gesteigerter Tastraten bei der Erfassung der Temperaturwerte aufgrund der hohen Abkühlrate nicht bzw. nur vereinzelt Punkte mitaufgezeichnet worden. Direkt nach der Abschreckung erfolgte im Anschluss die Entnahme der Proben und das Einlegen in die auf die gewünschte Abschrecktemperatur vorgewärmten 40 mm dicken Platten.

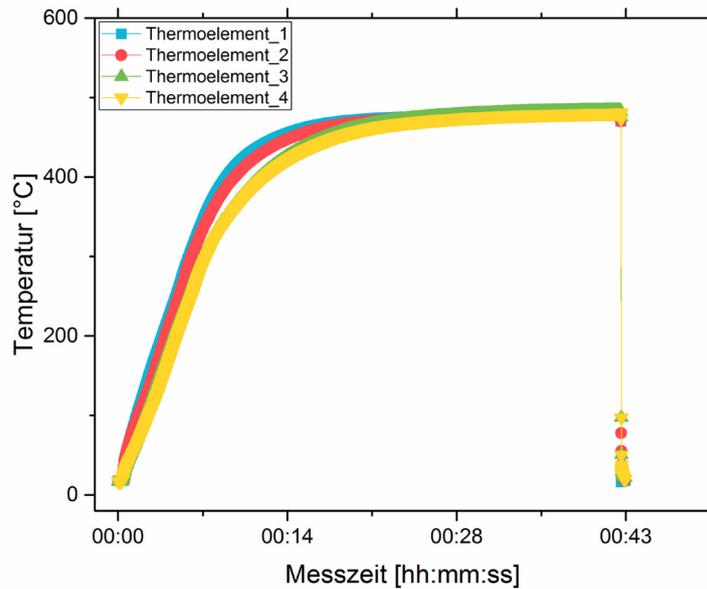


Abbildung 62: Temperaturverlauf bei der Lösungsglühbehandlung und Abschreckung im Wasserbad nach der Konzeptüberarbeitung von 7050

Aufgrund des berechneten Verhältnisses von Probe- zu Plattenvolumen ist der dabei auftretende Effekt des Wärmeverlustes vernachlässigbar gering. Abbildung 63 zeigt die Temperaturaufzeichnung der zuvor abgeschreckten und anschließend in die vorgewärmten Platten eingelegte Proben. Aus dem Kurvenverlauf ist ersichtlich, dass eine Erwärmung von Raum- auf die gewünschte Probertemperatur relativ rasch vonstattengeht. Die Abkühlzeit ist wiederum von der zu untersuchenden Abschrecktemperatur abhängig. Für die höchsten Werte (200 °C und 225 °C) betrug diese in etwa neun Stunden, bei geringeren Temperaturen (100 °C und 125 °C) lag diese bei etwa sechs Stunden.

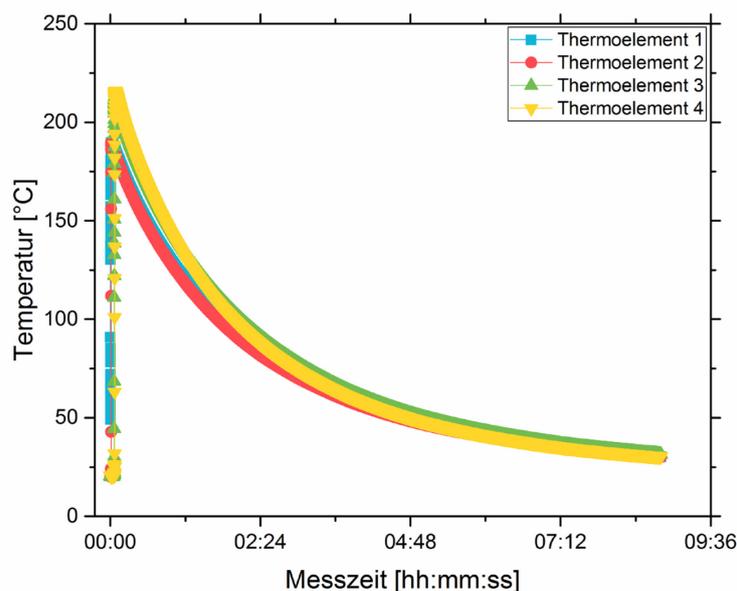


Abbildung 63: Temperaturverlauf bei der Wiedererwärmung und Abkühlung in den Platten von der Abschrecktemperatur 200 °C und 225 °C für Legierung 7050

5.1.8.1 Härteprüfung

Da keine Anhaltswerte der Härte nach der langsamen Abkühlung in der Platte in der Literatur zu finden sind, erfolgten auch hier Härtemessungen (HBW 2,5/62,5) mit jeweils drei Messpunkten und dem daraus erzeugten Mittelwert. Aus den ausgewerteten Ergebnissen (Abbildung 64) ist erkennbar, dass die Abschrecktemperatur allgemein bzw. die Einlage der Proben in die vorgewärmten Platten einen großen Einfluss hat. Damit ist gemeint, dass im Vergleich zur Standardwasserabschreckung mit einer einwöchigen Kaltauslagerung (angedeutet mit orangem Strich) eine mehr als deutlich höhere Festigkeit mit Hilfe dieses Verfahrens möglich ist.

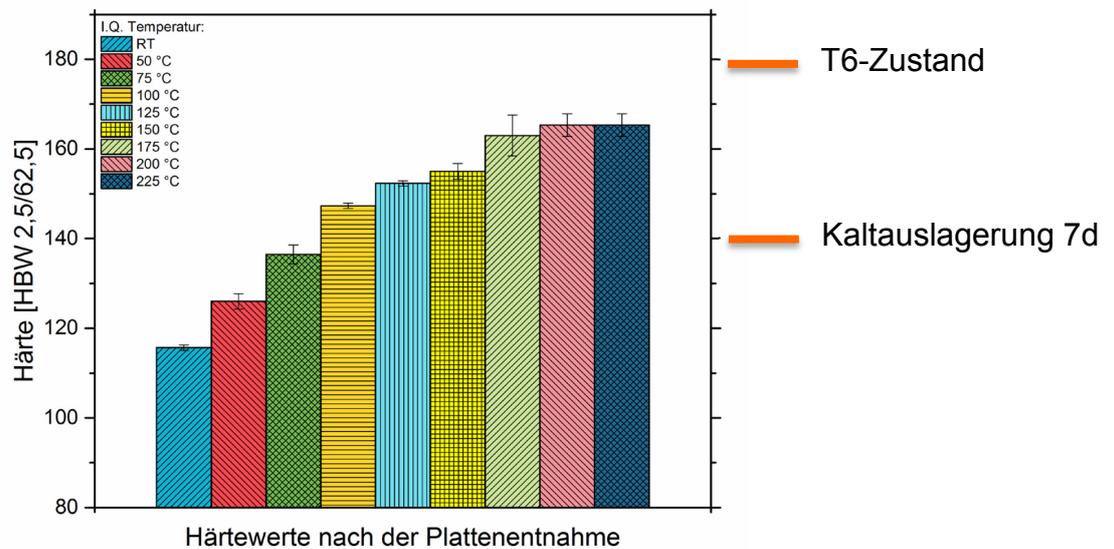


Abbildung 64: Härtewerte nach Abschreckung auf unterschiedliche Temperatur und langsamer Abkühlung in der Platte für 7050 ohne Kaltauslagerung

Die Proben mit der geringsten Abschrecktemperatur weisen den niedrigsten Durchschnittshärtewert von 114 HBW auf, während jene mit 175 °C und 225 °C eine Härte von 161 HBW bzw. 165 HBW besitzen. Der typische Peakhärtewert für die Legierung 7050 beträgt im Zustand T6 etwa 178 HBW. Gemäß den Messungen nach der Plattenentnahme ist die bereits ohne Warmauslagerung vorliegende Härte somit im Schnitt um nur etwa 8 % niedriger als im Zustand T6. Aus den gemessenen Werten direkt nach der Abkühlung (Abbildung 64) folgt, dass für die höchste Vorwärmebehandlungstemperatur beinahe Peakhärte erreicht werden kann, ohne überhaupt eine 24-stündige Wärmebehandlung durchführen zu müssen. Wird die gemessene Härte aus den Versuchen mit dem gebräuchlichen überalterten Zustand T7451 verglichen, würde dies eine deutliche Steigerung der Härtewerte gegenüber den konventionellen Abläufen bedeuten. Einerseits betragen diese ohne abschließende Warmauslagerung im Vergleich mit der Referenz eine um ca. 15 HBW höhere Härte, andererseits könnte eine zeit- und kostenintensive Warmauslagerung eingespart werden. Zum direkten Vergleich des Härteniveaus infolge der höheren

Abschrecktemperaturen sind neben Abbildung 64 die erreichbaren Härtewerte aufgrund einer einwöchigen Kaltauslagerung symbolisch (orange Linie) gekennzeichnet. Zum einen ist auch hier die Härte schon wesentlich über den erreichbaren siebentägigen Kaltauslagerungswert, zum anderen erfolgt bei der nachfolgenden Warmauslagerung wieder ein Härteabfall in Folge der Rückbildung von Ausscheidungen während des Kaltauslagerungsprozesses. Es wird angenommen, dass mit steigender Abschrecktemperatur die gebildeten Ausscheidungen im Material eine so stabile Größe erreicht haben, dass bei einem etwaigen nachfolgenden Aushärteprozess bereits von einem höheren Härteniveau gestartet wird. In weiterer Folge wird mit Hilfe von TEM-Aufnahmen versucht, eine exaktere Klärung dieser Zusammenhänge zu erreichen [59, 60].

Entsprechend den Erwartungen zeigte die in Wasser abgeschreckte Referenzprobe die stärkste Härtezunahme, während der einwöchigen Kaltauslagerung (Abbildung 65). Die Werte stiegen von anfangs 114 HBW kontinuierlich auf 144 HBW an. Ebenso konnte eine leichte Zunahme für die Proben mit einer Abschrecktemperatur von 50 °C und 75 °C verzeichnet werden. Für höheren I.Q.-Temperaturen erfolgte während der einwöchigen Kaltauslagerungszeit nur ein kleiner, nicht signifikanter Härteanstieg. Alle weiteren untersuchten Probenzustände mit einer Abschrecktemperatur von > 125 °C weisen eine vernachlässigbar geringe Härtezunahme auf.

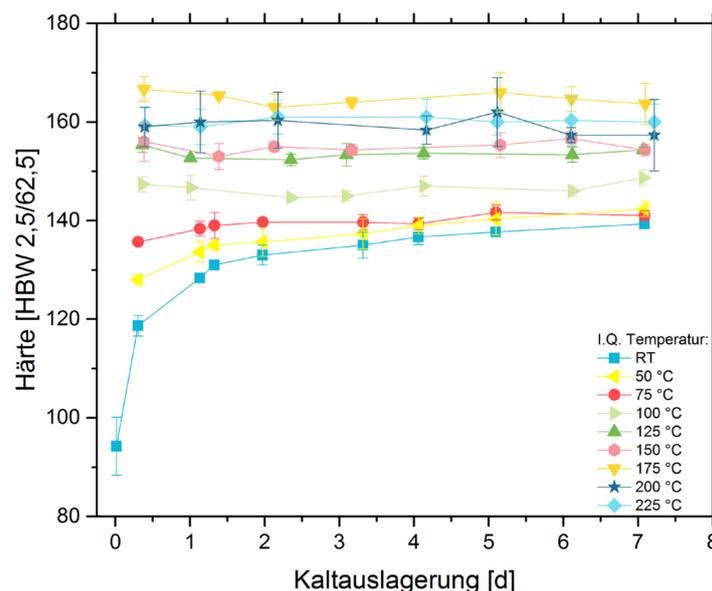


Abbildung 65: Entwicklung der Härtezunahme während der einwöchigen Kaltauslagerung als Funktion von unterschiedlichen Abschrecktemperaturen für Werkstoff 7050

Kleinere Ausschläge, also Härtewertschwankungen, können dem Prozess des „Secondary Ageings“ [17, 76, 101, 147, 148] zugeschrieben werden. Für die Untersuchungstemperaturen > 125 °C muss aber erwähnt werden, dass diese aufgrund der höheren I.Q.-Temperatur jedoch mit einem signifikant höheren Härteniveau gegenüber den anderen Proben gestartet haben. In Abbildung 66 ist der Effekt des unterbrochenen Abschreckens in Kombination mit

der abschließenden Warmauslagerung bei 125 °C für 24 Stunden auf den Härteverlauf dargestellt. Wie zuvor angenommen, fällt bei geringeren I.Q.-Temperaturen die bereits gewonnene Härte bei der Referenz- als auch bei der auf 75 °C abgeschreckten Probe ab. Dieser beobachtete Effekt ist in der Literatur bekannt und kann durch Auflösen von den bereits fein gebildeten GP-Zonen [58, 61] begründet werden. Entgegen der Erwartung tritt auch eine anfängliche Härteabnahme bei einer Abschrecktemperatur von 175 °C auf. Daher kann die Annahme, dass die sich bereits bei 175 °C gebildeten Ausscheidungen eine gewisse Stabilität aufweisen, nicht bestätigt werden. Diese entstandenen Teilchen sind noch klein und instabil, sodass die anfängliche Härteabnahme auf Basis eines Rückbildungsphänomens basiert. Sobald der Ausscheidungs-rückbildungsprozess abgeschlossen ist, findet eine neuerliche kontinuierliche Härtezunahme bis zum Erreichen des Peakmaximums statt, welche für Legierungen der 7xxx-Serie bei etwa 24 Stunden typisch ist [58, 62, 71].

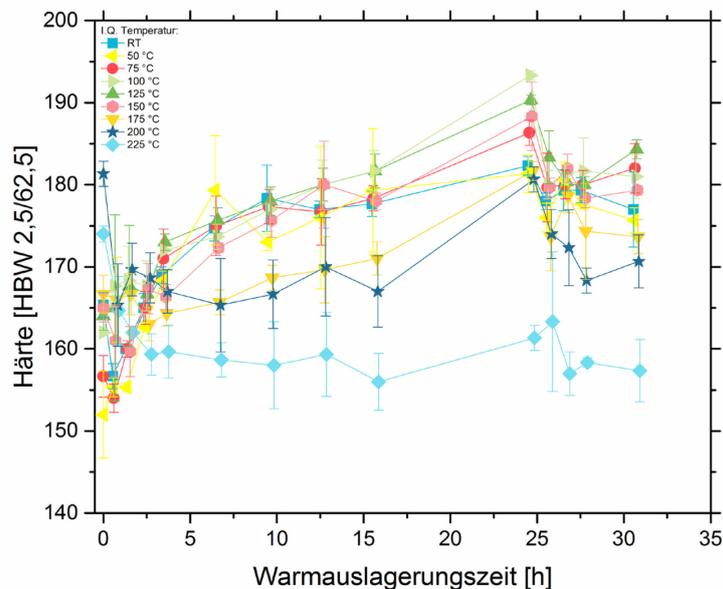


Abbildung 66: Härteverlauf während der Warmauslagerung bei 125 °C mit 24 Stundenpeak von Werkstoff 7050 in Abhängigkeit von unterschiedlichen I.Q.-Temperaturen

Weiters ist aus dem Härteverlauf in Abbildung 66 erkennbar, dass die untersuchten Abschrecktemperaturen von 75 °C, 100 °C und 125 °C einen deutlich höheren Härtewert als die der Referenzprobe aufweisen (Detailübersicht siehe Abbildung 67). So erreichte das Material nach 24 Stunden einen Peakhärtewert von 182 HBW, während die Probe bei 100 °C knapp 194 HBW bzw. die 125 °C 191 HBW aufwies. Bei höheren Abschrecktemperaturen von 200 °C und 225 °C zeigte sich ein komplett gegenläufiger Trend. Ähnlich wie bei den anderen Temperaturen fiel zu Beginn der Warmauslagerung die bereits durch die langsame Abkühlung erreichte Härte von 174 HBW auf etwa 158 HBW.

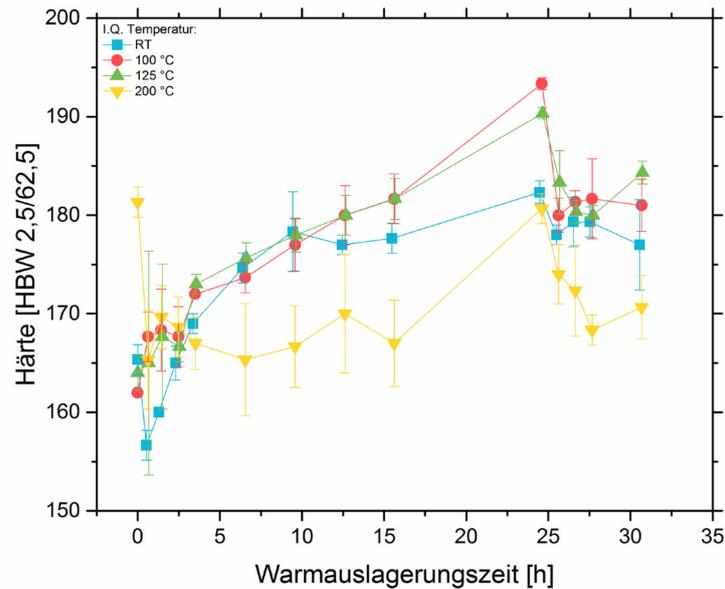


Abbildung 67: Detailauszug aus Abbildung 66 des Härteverlaufes der wichtigsten I.Q.-Temperaturen während der Warmauslagerung bei 125 °C mit 24 Stundenpeak für den Werkstoff 7050

Während die anderen zu untersuchenden Proben einen erneuten Härteanstieg verzeichnen konnten, zeigte der Werkstoff bei der höchsten Abschrecktemperatur (225 °C) keine positive Reaktion auf die Warmauslagerung. Die Härte blieb kontinuierlich auf einem Wert von etwa 157 HBW. Durch die Ergebnisse der Messungen wird nun ersichtlich, dass die anfängliche Abschrecktemperatur von 225 °C bereits eine so hohe Anzahl und Größe von Ausscheidungen im Material hervorgerufen hat, dass die nachfolgende Warmauslagerung bereits wie eine Überalterungswärmebehandlung wirkt, die Korrosionsbeständigkeit verbessert aber gleichzeitig die mechanischen Kennwerte absinken lässt. Ein ähnliches Phänomen ist bei der Abschrecktemperatur von 200 °C festzustellen, wobei die Abnahme der Härte dabei nicht so stark wie bei 225 °C ist. Aufgrund des signifikant ausgeprägten Kurvenverlaufes zwischen 15 und 24 Stunden kann aber keine klare Aussage über den tatsächlichen Verlauf innerhalb der verbleibenden neun Stunden getroffen werden, da zusätzliche Messungen bei 18 und 21 Stunden notwendig sind. Wird eine etwas extrapolierte Darstellung der gleichen Messung nach 25 Stunden herangezogen, so werden die zuvor erwähnten Härtewerte wieder etwas relativiert (siehe Abbildung 68). Dennoch befindet sich das Härtemaximum bei den Abschrecktemperaturen von 100 °C und 125 °C über dem der bekannten Ausgangsmarke von 178 HBW. Die Abschrecktemperaturen von 175 °C, 200 °C und 225 °C liegen in der maximal erreichbaren Härte jedoch weiterhin deutlich unterhalb jener der Referenzprobe. Es kann also festgehalten werden, dass alleine auf Grund der gemessenen Härteverläufe eine positive Wirkung der alternativen Wärmebehandlung, sprich des I.Q., gegeben ist.

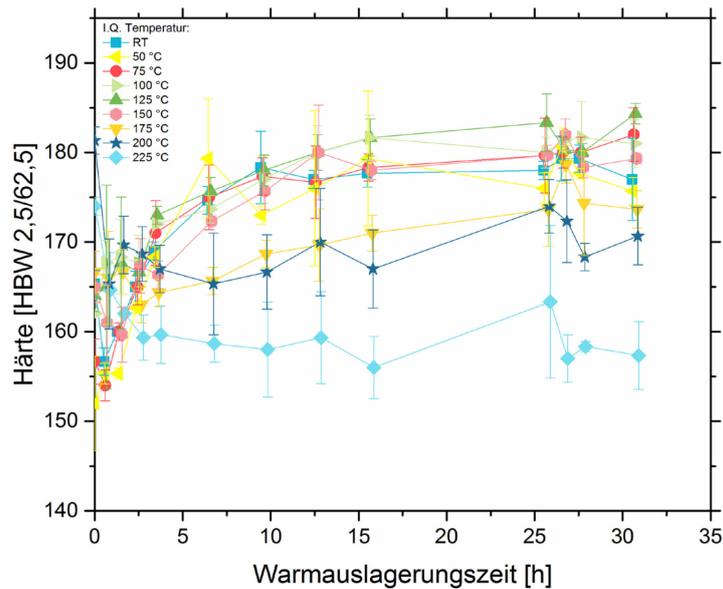


Abbildung 68: Extrapolierter Härteverlauf von Werkstoff 7050 bei 125 °C ohne eines Wertes bei 24 Stunden in Abhängigkeit von unterschiedlichen Abschrecktemperaturen

Entsprechend den Ergebnissen aus der Härteprüfung ist ersichtlich, dass sich ab einer Abschrecktemperatur ≥ 150 °C der Mechanismus der Aushärtung gegenüber den anderen Temperaturen geändert hat. Aufgrund der hohen Quenchingtemperatur und der langsamen Abkühlzeit wird vermutet, dass ein bereits zum Teil überaltertes Gefüge im Werkstoff vorliegt, welches durch gröbere und grobe Ausscheidungen gekennzeichnet ist und nicht zum wesentlichen Aushärtungsprozess und der damit verbundenen Erhöhung der Härtewerte beiträgt.

5.1.8.2 Zugprüfung

Die bei der Härtemessung beobachtete positive Tendenz der Festigkeitssteigerung spiegelt sich auch in den erhaltenen Kennwerten des Zugversuches (Abbildung 69 und Abbildung 70) wider. So zeigt die bei 100 °C und 125 °C abgeschreckten Proben eine deutlich erhöhte Streckgrenze bei der T6-Wärmebehandlung (24 Stunden bei 125 °C) gegenüber der Referenzprobe (+ 18 MPa). Die bei dieser Abschrecktemperatur im Werkstoff auftretende Phase ist vorwiegend η' bzw. deren Vorläufer (GPI- und GPII-Zonen), welche sich durch die abschließende Warmauslagerung nach etwa 24 Stunden in die Gleichgewichtsphase η (MgZn_2) umwandelt und dann nicht mehr zu einem Festigkeitsgewinn beiträgt. Entsprechend der Annahme und den Werten aus dem Härteverlauf in Abbildung 66 und Abbildung 68 ist mit einer reduzierten Festigkeit bei höheren Temperaturen zu rechnen. So zeigten die Proben mit der höchsten Abschrecktemperatur die niedrigste Streckgrenze von 493 MPa. Obwohl nur ein Temperaturunterschied von 25 °C zwischen der vorletzten und letzten Probe vorliegt, weist diese eine verminderte Streckgrenze um 28 MPa auf, was sehr beachtlich ist.

Der Trend der abnehmenden Streckgrenze setzt sich bis zu einer Abschrecktemperatur von 125 °C fort. Genau um diese Temperaturen muss im Werkstoff ein Ausscheidungszustand vorliegen, der für eine optimale Festigkeit sorgt.

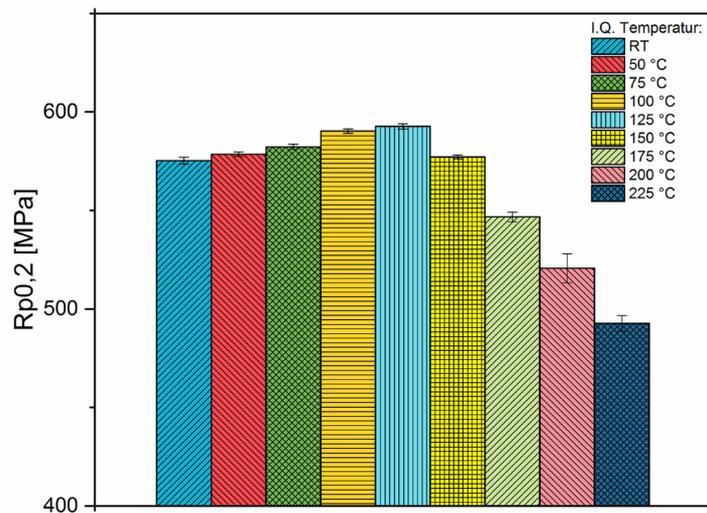


Abbildung 69: Ermittelte Dehngrenze aus dem Zugversuch für verschiedene Abschrecktemperaturen von Legierung 7050

Weitere Auswertungen der Ergebnisse aus dem Zugversuch zeigten, dass sich bei einer Abschrecktemperatur von 175 °C eine leichte Steigerung der Bruchdehnung gegenüber den anderen untersuchten Probenzuständen einstellte. Da bei dieser Temperatur leicht niedrigere Werte in der Zugfestigkeit und Streckgrenze gegenüber der Referenzprobe festgestellt wurde, spiegelt sich der Effekt in leicht erhöhten Dehnungswerten wider (Abbildung 70). Ab I.Q.-Temperaturen von > 175 °C ist ein signifikantes Absinken der Dehngrenze erkennbar. Aufgrund der erfreulichen Festigkeitssteigerung bei 100 °C und 125 °C wurde auch mit einer Erhöhung der Dehnungswerte gerechnet. Entgegen den Erwartungen sind diese unter Miteinbeziehung der Schwankungsbreite jedoch ähnlich gegenüber jenen der Referenzprobe.

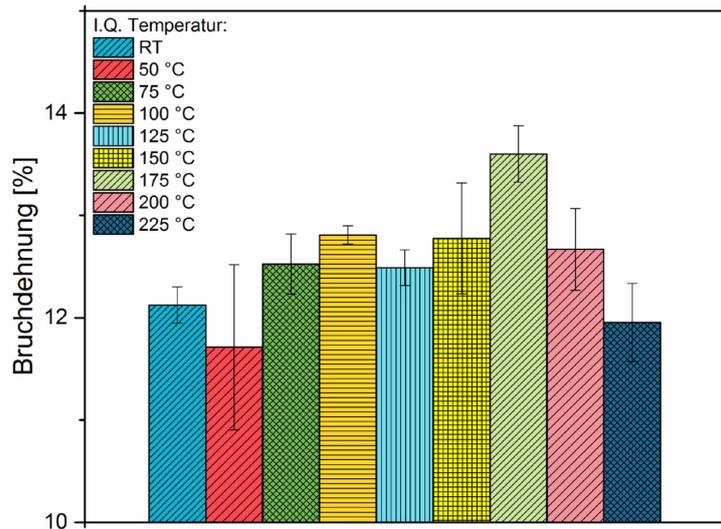


Abbildung 70: Bruchdehnungen aus dem Zugversuch für verschiedene Abschrecktemperaturen von Legierung 7050

Alle erhaltenen Kennwerte der Zugprüfung sind in Tabelle 5 zusammengefasst.

Tabelle 5: Zusammenfassung der mechanischen Kennwerte der untersuchten Abschrecktemperaturen für den Werkstoff 7050

Probenkennung	R_{p0.2}	R_m	A_g	A
Temperaturserien	MPa	MPa	%	%
RT	575	609	7,8	12,1
50 °C	579	612	7,8	11,7
75 °C	582	616	8,2	12,5
100 °C	590	624	8,3	12,8
125 °C	593	624	8,2	12,5
150 °C	577	605	7,8	12,8
175 °C	547	581	7,9	13,6
200 °C	521	571	7,2	12,7
225 °C	493	551	6,7	12,0

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass gegenüber der Standard-Wasserabschreckung durch das „Interrupted Quenching“ ein Festigkeitsanstieg im Zugversuch um 18 MPa bei leichter Erhöhung der Dehnung verzeichnet werden kann. Die maximale Differenz liegt bei 125 °C und zeigt bei R_{p0.2} einen Wert von 593 MPa und bei R_m 624MPa.

5.1.8.3 Kerbschlagbiegeprüfung

Da auf Basis der Zugversuche und Härtemessungen keine Aussagen über die Zähigkeit des Werkstoffes getroffen werden können, wurden aus der eingangs erwähnten Geometrie von 12x12x125 mm entsprechend dem Wärmebehandlungskonzept aus Abbildung 60 Proben für einen instrumentierten Kerbschlagbiegeversuch erzeugt. Die Ergebnisse des Versuches sind in Abbildung 71 dargestellt.

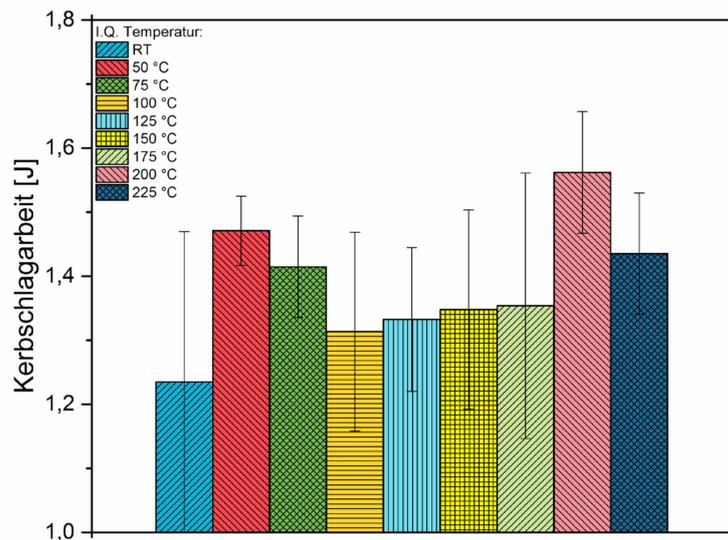


Abbildung 71: Ergebnisse aus dem instrumentierten Kerbschlagbiegetest als Funktion unterschiedlicher I.Q.-Temperaturen für Legierung 7050

Die gemessene Kerbschlagarbeit der Referenzprobe betrug im vorliegenden Fall 1,23 J. Entsprechend dem ersichtlichen Trend konnte bei höheren Abschrecktemperaturen (200 °C) eine Kerbschlagarbeit von 1,56 J gemessen werden. Auch die Probe bei Werten von 50 °C zeigte eine deutlich erhöhte Kerbschlagarbeit. Das entspricht einer Zunahme gegenüber der Referenzprobe von 27 %. Obwohl eine positive Tendenz einer Festigkeitssteigerung nicht nur bei der Härte- und Zugprüfung, sondern auch bei der Kerbschlagbiegeprüfung ersichtlich ist, kann diese Untersuchung nicht als relevant angesehen werden. Grund dafür ist, dass unter Miteinbeziehung der Standardabweichung der nur in Wasser abgeschreckten Probe die Streuung der Ergebnisse zu groß ist und so die Trends der anderen Abschrecktemperaturen überdecken. Es kann daher diesbezüglich keine konkrete Aussage getroffen werden. Um richtige, weiterführende Zähigkeitstest durchzuführen, wurde ein Proben- und Plattenkonzept entsprechend dem Kapitel 5.1.1 erarbeitet. Da bereits geprüfte Proben mit unterschiedlichen Wärmebehandlungszuständen nur mehr bedingt eine Weiterverwendung für zusätzliche oder weiterführende Untersuchungen finden, erfolgte die Einschränkung auf jene Temperaturen, die bei den bisherigen Experimenten das vielversprechendste Ergebnis gezeigt haben. Zu diesen gehören die Referenzprobe sowie die Proben mit einer Abschrecktemperatur von 100 °C, 125 °C und 225 °C. Für

weiterführende Analysen mittels TEM sowie den Zähigkeits- und Korrosionstests wurden nur mehr die oben genannten, ausgewählten Zustände (Referenz, 100 °C, 125 °C und 200 °C) untersucht.

5.1.8.4 Transmissionselektronenmikroskop-Untersuchungen

Um sich ein Bild des Gefüges nach dem Wärmebehandlungsschema machen zu können, erfolgten zahlreiche TEM-Untersuchungen (STEM-HAADF-Modus: Scanning Transmission Electron Microscope-High Angle Annular Dark Field). Hierbei wurde vorrangig der Zustand bei dem I.Q. nach der Plattenentnahme und der fertig warmausgelagerten Probe betrachtet. Bei der Übersichtsaufnahme in Abbildung 72 im kaltausgelagerten Zustand sind durch den vorhandenen Restkontrast neben vereinzelt Al_3Zr -Dispersoiden (helle Punkte) auch einzelne Versetzungsstrukturen zu sehen.

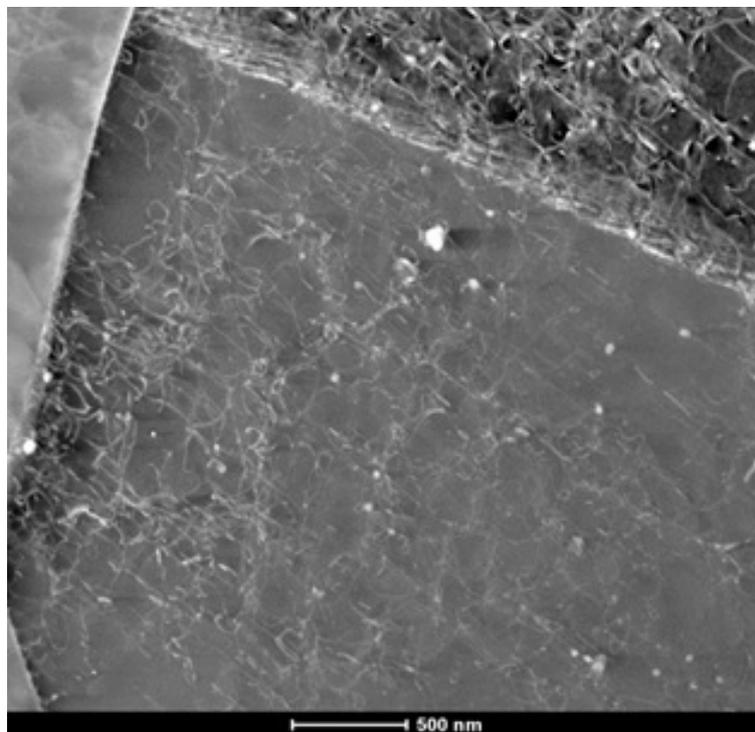


Abbildung 72: TEM-Aufnahme der Referenzprobe von Werkstoff 7050, 40.000x

In Abbildung 73 ist ein mehr als deutlicher Unterschied in der Ausscheidungsichte zwischen Kalt- und Warmauslagerung der Referenzprobe erkennbar. Wie zu erwarten, ist eine hohe Ausscheidungsichte bei der T6-Referenzprobe zu sehen, da während der natürlichen Kaltauslagerung nur die Al_3Zr -Dispersoide auftreten sowie im Laufe der Auslagerung erst vorwiegend GP-Zonen gebildet werden, die nur sehr schwer unter dem Mikroskop erkennbar sind.

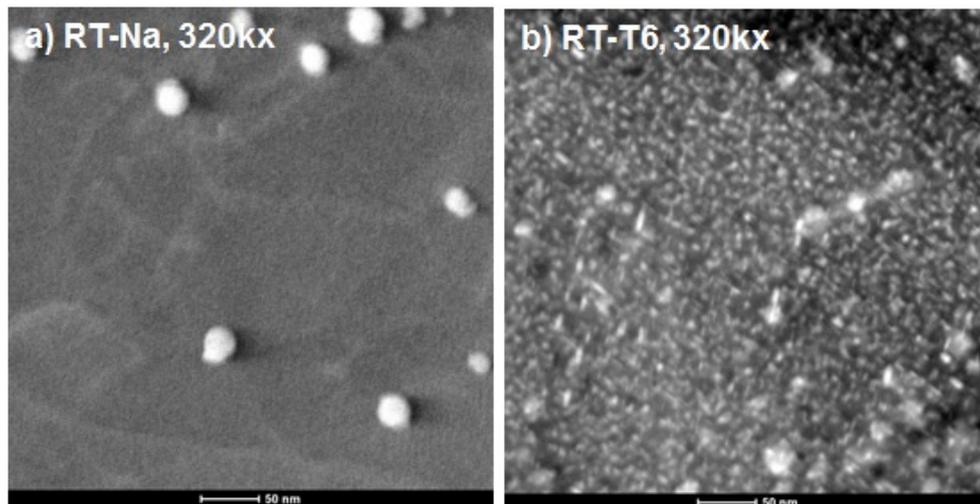


Abbildung 73: a) Ausscheidungen nach Abschreckung in Wasser und Kältauslagerung, b) Abschreckung in Wasser, Kalt- und Warmauslagerung; Legierung 7050, 320.000-fache Vergrößerung

Bei den in Abbildung 73a hell erscheinenden Partikel handelt es sich um Al_3Zr -Dispersoide. Diese befinden sich bereits seit der Homogenisierungsbehandlung (Förderung der Dispersoide) im Gefüge und üben eine positive Wirkung (rekristallisationshemmend) auf den Werkstoff aus. Die sehr feinen, strichförmigen Ausscheidungen in Abbildung 73b bestehen teilweise aus der metastabilen Phase η' oder auch aus der Gleichgewichtsphase η (MgZn_2), die sich während der Warmauslagerung gebildet hat. Die größeren Partikel in Abbildung 73b konnten als vergrößerte η - aber auch eisenhaltige Ausscheidungen verifiziert werden, welche den Phasen der 7xxx-Legierungen entsprechen. Diese können auch durch optimierte Homogenisierungswärmebehandlungen nicht zur Gänze aufgelöst werden, führen im Werkstoff aber zu keiner Schädigung. Bei der Abschrecktemperatur von $200\text{ }^\circ\text{C}$ (Abbildung 74) ist kein großer Unterschied zwischen dem Zustand I.Q. und T6 in der Ausscheidungsichte erkennbar. Bei sehr genauer Beobachtung kann unter Umständen über eine minimal höhere Ausscheidungsichte im Zustand T6 diskutiert werden. Es ist ebenfalls erkennbar, dass die gebildeten Partikel etwas an Größe gewonnen haben. Entlang der Korngrenze sind kleine Bereiche im Gefüge zu sehen, die nicht mit Ausscheidungen belegt sind. Hierbei handelt es sich um sogenannte ausscheidungs freie Zonen, PFZ, welche einen negativen Effekt auf die erreichbaren mechanischen Kennwerte ausüben. In der I.Q.-Variante sind diese wenig ausgeprägt. Daher kann angenommen werden, dass sich diese ausscheidungs freien Bereiche während der 24-stündigen Wärmebehandlung bilden. Die vorliegenden Phasen sind aufgrund der Abschrecktemperatur und deren Erscheinungsbild als η' bzw. η zu identifizieren.

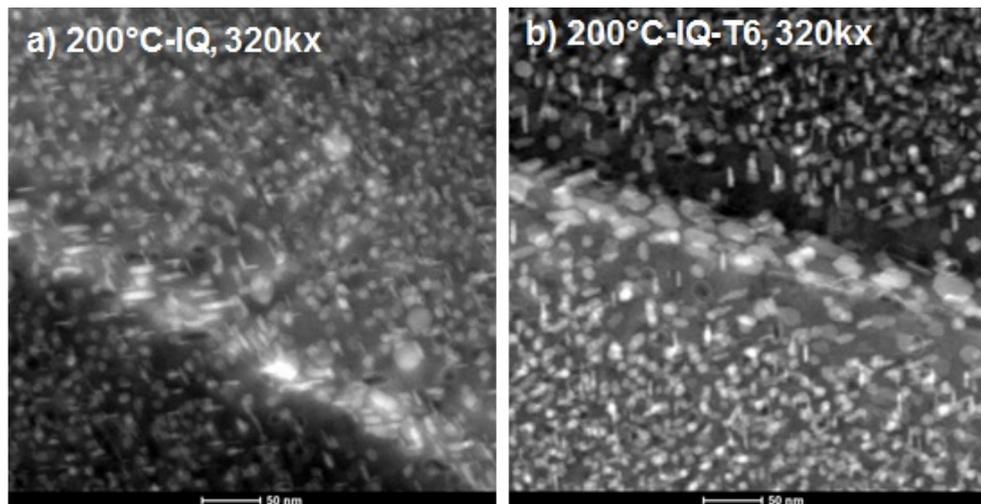


Abbildung 74: a) I.Q. bei 200 °C inkl. siebentägiger Kaltauslagerung, b) „I.Q.“ bei 200 °C inkl. siebentägiger Kalt- und abschließender Warmauslagerung; 320.000-fache Vergrößerung für Werkstoff 7050

Bei einer noch detaillierteren Aufnahme des „I.Q.“-Zustandes bei 200 °C (Abbildung 75) können drei verschiedene Orientierungen der Ausscheidungen festgestellt werden. Die dabei durchschnittlich ermittelte Größe im Korn beträgt 10–12 nm, die Dicke etwa 2–2,5 nm, wobei sich die Werte jedoch an der Korngrenze ändern. Hier wurde eine Größe von 20–24 nm sowie eine Dicke von 3–3,5 nm festgestellt.

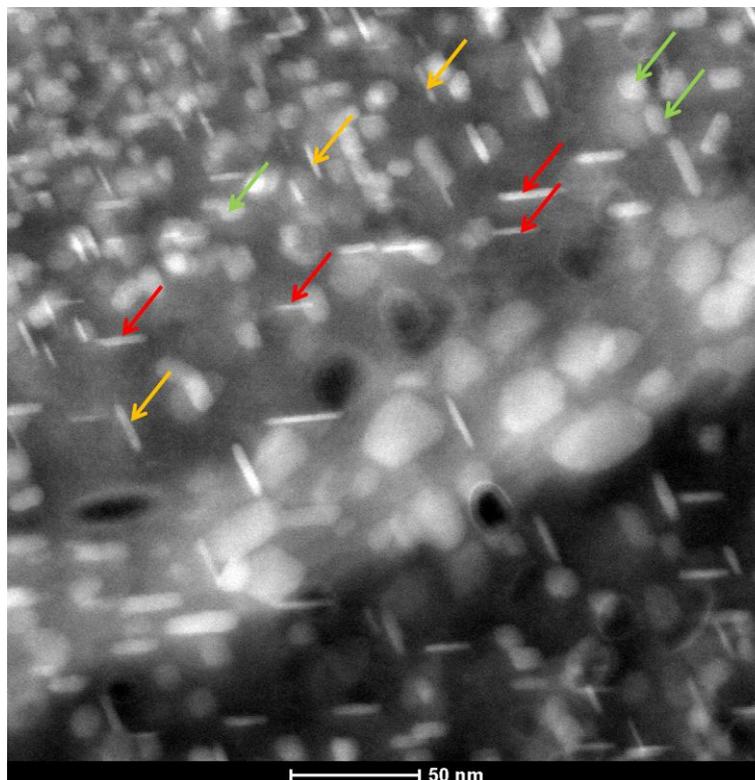


Abbildung 75: Plättchenartige Ausscheidung in drei unterschiedlichen Orientierungen bei der auf 200 °C abgeschreckten Probe – Legierung 7050

Das heißt, eine offensichtliche Überalterung mit einer damit verbundenen Vergrößerung hat noch nicht stattgefunden. Die strichförmigen Ausscheidungen in Abbildung 74a bestehen größtenteils aus der metastabilen Phase η' mit sehr geringen Anteilen an η (MgZn_2), während in Abbildung 74b vorwiegend η -Partikel (MgZn_2) überwiegen. Aufgrund dieser TEM-Aufnahmen kann festgestellt werden, dass für Handelsqualitäten der 7xxx-Serie eine Abschreckung auf 200 °C bereits wie eine abschließende Warmauslagerung wirkt und daher keine ergänzende Wärmebehandlung mehr erforderlich ist, wenn dieser Freiraum nicht durch Normen begrenzt ist. Aufgrund der verpflichtenden Vorgabe einer abschließenden Wärmebehandlung ist ein Einsatz des Materials mit dem Zustand „I.Q.“ nicht möglich.

5.1.8.5 Korrosionstest

Da sich bereits fortlaufend ein positiver Trend des „I.Q.“ für den Werkstoff 7050 gezeigt hat, galt nun ein vermehrtes Augenmerk dem Korrosionswechseltauchtest nach ASTM G44 für 30 Tage (zehn Minuten in eine NaCl-Lösung mit 3,5 % tauchen, 50 Minuten an Luft trocknen, mechanische Belastung von 75 % der $R_{p0,2}$). Da zu Beginn der Versuche die zu prüfende Richtung in Walzrichtung (L-Richtung) festgelegt wurde, ist ein nachträglicher Wechsel in ST-Richtung (Dickenrichtung) speziell für die Korrosionsprüfung nicht zielführend, da die erhaltenen Ergebnisse nicht miteinander verglichen werden können. Der durchgeführte Wechseltauchtest nach ASTM zeigte, dass alle untersuchten Proben im Zustand „I.Q.“ plus T6-Wärmebehandlung eine deutliche Beständigkeit gegenüber Spannungsrissskorrosion aufwiesen, sodass alle Materialien diesbezügliche positive Eigenschaften zeigten und damit den Test nach ASTM G44 bestanden. Somit kann festgehalten werden, dass zumindest keine Verschlechterung der Spannungsrissskorrosionsbeständigkeit gegenüber dem konventionellen Wärmebehandlungsverfahren vorliegt.

5.1.9 Langzeitkaltauslagerung von 7050

Der Effekt der Kaltauslagerung und die Dauer bis diese abgeschlossen ist kann aufgrund der großen Zeitspanne im Rahmen dieser Arbeit nicht geklärt werden, da nach [3] und [4] die Möglichkeit besteht, dass sich dieser Prozess von wenigen Tagen bis hin zu mehreren Monaten, wenn nicht sogar bis zu einigen Jahren erstreckt. Da für die Industrie eine mehrmonatige Lagerung aus finanzieller Sicht nicht wirtschaftlich ist, wurde für die Versuchsdurchführung nur eine theoretische produktionsbedingte Kaltauslagerungszeit von einer Woche mitberücksichtigt. Dennoch erfolgte aus Interesse eine Kaltauslagerung über einen längeren Zeitraum.

5.1.9.1 Härteprüfung

Zur Ermittlung des Einflusses einer Langzeitkaltauslagerung erfolgte eine neuerliche Versuchsdurchführung nach dem bereits bekannten Schema des Lösungsglühens bei 480 °C, gefolgt von Abschrecken in Wasser und unverzüglichem Einlegen in die auf die gewünschte Abschrecktemperatur vorgewärmten Platten mit den gefrästen Nuten vollzogen. Nach dem langsamen Abkühlen fand ein plastisches Recken auf 1,5 % mit nachfolgender sechsmonatiger Kaltauslagerung statt. Zu Beginn des Kaltauslagerungsprozesses wurde der Härteverlauf regelmäßig zu bestimmten Zeiten (Tage) gemessen. Zu längeren Abständen hin pendelte sich ein monatlicher Rhythmus ein. Abbildung 76 zeigt die Entwicklung des Härteverlaufes für die ersten sechs Monate.

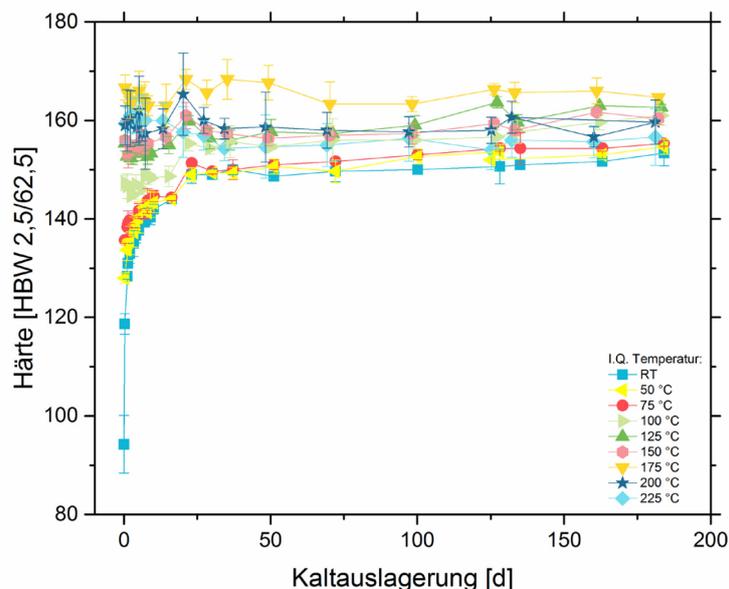


Abbildung 76: Entwicklung der Härte während einer sechsmonatigen Kaltauslagerung in Abhängigkeit von der unterschiedlichen Abschrecktemperatur für die Legierung 7050

Wie zu erwarten, ist die stärkste Aushärtung bei der Referenzprobe zu beobachten. Auch bei Abschrecktemperaturen bis ≤ 100 °C kann eine kontinuierliche Härtezunahme beobachtet

werden. Bei den höheren Abschrecktemperaturen ($\geq 125 \text{ }^\circ\text{C}$) ist ein nahezu gleichbleibender Verlauf, ausgehend von der Abkühlung in der Platte, beobachtbar. Nach etwa 25 Tagen Kaltauslagerung sind in den Verläufen kleinere Ausschläge erkennbar. Diese sind nach [17] und [76] auf sekundäre Ausscheidungen zurückzuführen. Aufgrund der Erkenntnis, dass die Proben bis $100 \text{ }^\circ\text{C}$ Abschrecktemperatur entsprechend dem Kurvenverlauf in Abbildung 76 eine geringe, aber stetige Härtezunahme aufweisen, wird die Messung der Kaltaushärtung auf weitere sechs Monate, also in Summe auf ein Jahr, ausgedehnt. Zwischenzeitlich wurde regelmäßig pro Monat eine Messung durchgeführt und nach neun Monaten erneut in Abbildung 77 bildlich dargestellt.

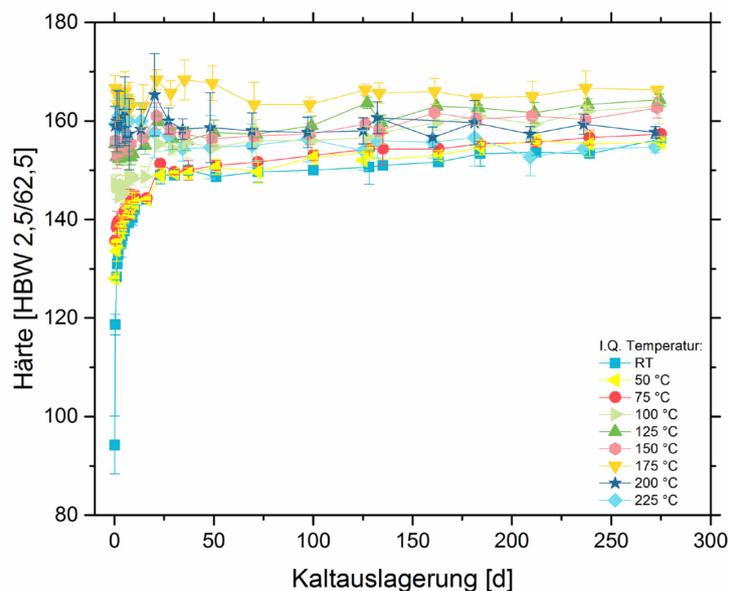


Abbildung 77: Härteverlauf nach neun Monaten Kaltauslagerung in Abhängigkeit von der unterschiedlichen Abschrecktemperatur für die Legierung 7050

Während der weiteren Kaltauslagerung für drei Monate (insgesamt 9 Monate) konnte ein zusätzlicher Anstieg der Härte für die Abschrecktemperaturen bis $100 \text{ }^\circ\text{C}$ beobachtet werden. Daher liegt bis zum Zeitpunkt nach insgesamt neun Monaten eine Härtezunahme der Referenzprobe von 94 HBW auf 156 HBW, das auf $50 \text{ }^\circ\text{C}$ abgeschreckte Material von 128 HBW auf 155 HBW (+27 HBW) sowie jene Probe mit $75 \text{ }^\circ\text{C}$ von 135 HBW auf 157 HBW vor.

5.1.10 Ergebnisse und Diskussion des überarbeiteten Konzeptes von 7020

In den vorherigen Kapiteln erfolgte eine ausführliche Beschreibung der Experimente und Resultate von Legierung 7050. Nachfolgend wird über die Adaption und deren Effekt des „I.Q.“-Verfahrens auf Legierung 7020 näher erläutert.

Auch für den niedriglegierte Variante (7020) haben adaptierte Laborversuche mit einer Abschreckung im Wasserbad anstelle des Metallbades stattgefunden. Da bei diesem 7xxx-Legierungstyp eine abschließende zweistufige Wärmebehandlung zur optimalen Bildung und Verteilung der Ausscheidungen erfolgte, wurde auf Grund einer vereinfachten Feasibility-Studie eine Einschränkung an weiteren Untersuchungstemperaturen vorgenommen. Diese sind in den ersten Versuchen von Legierung 7020 anstelle der ursprünglich acht auf die Temperaturen 100 °C und 140 °C in der abschließenden Warmauslagerung reduziert worden. Die Wahl der Abschreckparameter fiel genau deshalb auf die beiden genannten Werte, damit sowohl ein Härteunterschied, als auch zumindest ein Zeiteinsparungspotenzial gegenüber der jetzt angewandten Auslagerungsmethode während der gesamten Wärmebehandlungszeit untersucht werden kann. Die Durchführung mit dem überarbeitetem Konzept zeigte, dass sich nach knapp drei Tagen der Kaltauslagerung nahezu ähnliche Härtewerte wie mit dem Standardprozess als auch mit dem ersten Versuchsschema einstellten, wobei tendenziell die höhere Abschrecktemperatur einen geringfügig niedrigere Härte widerspiegelt. Die drei ermittelten Daten sind in Abbildung 78 abgebildet.

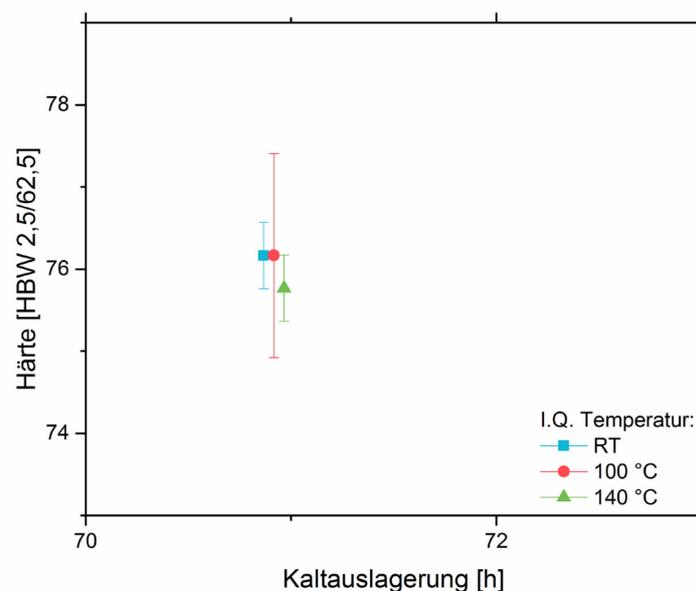


Abbildung 78: Härtewert von Legierung 7020 nach dreitägiger Kaltauslagerung in Abhängigkeit von unterschiedlichen Abschrecktemperaturen

Da mit diesen einzelnen Messungen sowie den großen Streuungen nach bestimmten Zeiten keine definierte Aussage über den Verlauf getätigt werden kann, galten diese in erster Linie nur für eine schnelle Überprüfung, ob das alternative Wärmebehandlungskonzept des I.Q. mit positiver Tendenz bei der Legierung 7050 auch eine ähnliche Auswirkungen auf die niedrig legierte Variante (7020) ausübt. Die der dreitägigen Kaltaushärtung folgende zweistufige Warmauslagerung zeigte, dass bei Beginn der ersten Stufe die Härte entsprechend den Erwartungen einen Abfall um etwa 10 HBW aufweist, ehe der Auflösungs- und Rückbildungsprozess abgeschlossen und es zu einer neuerlichen Bildung von feinen Ausscheidungen kommt. Während der Auslagerung bei 100 °C kann angenommen werden, dass vorwiegend GP-Zonen im Werkstoff entstehen. Die Härte nimmt während der achtstündigen Warmauslagerung bei 100 °C, bis es zum Wechsel auf die nächste Warmauslagerungsstufe mit 140 °C kommt, stetig zu. Aufgrund der Temperaturerhöhung erfolgt ein neuerlicher Rückbildungsprozess, welcher mit Härteeinbußen einhergeht. Nach Abschluss der Wiederauflösung der bereits gebildeten Ausscheidungen findet ein kontinuierlicher Anstieg bis zum Härtemaximum statt. Die Peakhärte von 7020 konnte in dem vorliegenden Fall für die Referenz- als auch für die auf 100 °C gequenchte Probe nach etwa 27 Stunden beobachtet werden. Jene mit einer Abschrecktemperatur von 140 °C lässt entsprechend dem Härteverlauf in Abbildung 79 vermuten, dass die Peakhärte möglicherweise noch nicht ganz erreicht ist. Jedoch wird aufgrund des offensichtlichen Fehlens eines signifikanten Härteunterschiedes, die Warmauslagerung nicht weiter verfolgt. Ein angestrebtes Ziel von „Interrupted Quenching“ für 100 °C und 140 °C bei der Legierung 7020 wäre neben einer Reduktion der Warmauslagerungszeit ebenso eine Festigkeitssteigerung im Vergleich zu dem konventionell zweistufigen Wärmebehandlungsverfahren gewesen, der nicht im gewünschten Ausmaß erreicht werden konnte.

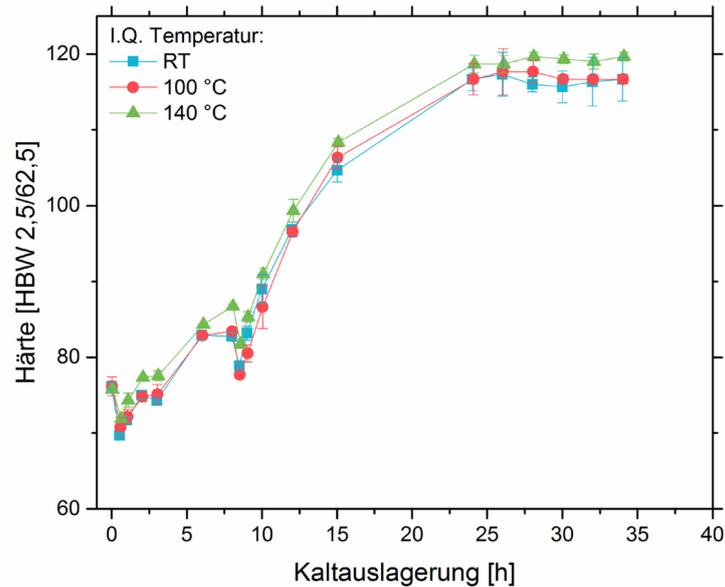


Abbildung 79: Verlauf der Härte von AA7020 während der zweistufigen Warmauslagerung in Abhängigkeit von den untersuchten Abschrecktemperaturen

Obwohl die niedriglegierte Variante AA7020 abschreckunempfindlich ist, erfolgte dennoch die Miteinbeziehung des adaptierten Versuchskonzeptes auf die nachfolgenden Experimente, um einen möglichen Effekt einer zu geringen Abkühlgeschwindigkeit ausschließen zu können. Während der Versuchsdurchführung hat sich aber bereits abgezeichnet, dass dieser Werkstoff (7020) von der verringerten Abschreckgeschwindigkeit aus den ersten Versuchen nicht betroffen war. Dieser Legierungstyp könnte auch nach der Lösungsglühung einfach an Luft abgekühlt werden, ohne dass Festigkeitsbußen zu befürchten sind. Auch die durchgeführte Literaturstudie [48] bestätigte diese Annahme. Die nach dem neuen Schema durchgeführten Experimente zeigten gegenüber der ersten Versuche weder nach der dreitägigen Kaltaushärtung, noch in der nachfolgenden Warmauslagerung einen signifikanten Festigkeitsanstieg. Aufgrund der Erkenntnis, dass kein Festigkeits- und Einsparungspotenzial vor und während der Wärmebehandlungszeit erkennbar war, wurden weiterführende Versuche aufgrund von wirtschaftlichen Gründen eingestellt.

5.2 Legierungsdesign von 7xxx-Aluminiumlegierungen

Ein weiterer Teilbereich der vorliegenden Dissertation war die (Weiter)Entwicklung der Aluminiumknetlegierung auf Basis AA7050. Dabei sollte aufgrund einer umfangreichen Literatur- und Patentrecherche die chemische Zusammensetzung innerhalb und außerhalb des Normfensters DIN EN 573-3 variiert werden. Unterstützend fand hierbei die CALPHAD-Software (FactSage®, MatCalc und Pandat™) für thermodynamischen Vorhersagen hinsichtlich der Wärmebehandlungsparameter, Phasenansmelzungen sowie Phasenauflösungen- und Ausscheidungen Anwendung. Die Legierungen wurden im Kleinlabormaßstab hergestellt und mit Hilfe der dynamischen Differenzkalorimetrie (DSC) gemessen sowie unterschiedlichen Homogenisierungsparametern unterzogen. Darüber hinaus erfolgten die Untersuchungen auch im Labormaßstab mit 7,5 kg. Ein vorrangiges Ziel dieses Themenbereiches war die Erstellung eines optimalen und einheitlichen Konzeptes der Legierungsentwicklung in Bezug auf die Elementreihenfolge, die Schmelzeentgasung sowie den Abgießbedingungen im Labor.

5.2.1 Entwicklung von Versuchslegierungen

In diesem Kapitel erfolgt die Entwicklung einer neuartigen Legierung, ausgehend von AA7050, mit erhöhtem Zn sowie angepasstem Mg- und Cu-Gehalt. Dazu ist eine umfangreiche Studie zu bereits patentierten Werkstoffen sowie der Literatur durchgeführt worden. Die Beschreibung der Wirkungsweise von Legierungselementen in 7xxx-Legierungen erfolgte in Kapitel 3.4. Unter Miteinbeziehung der maximalen Löslichkeit und des Aushärtspotenzials von Zink in Aluminium, des angepassten Kupfergehaltes hinsichtlich Spannungsrisskorrosionsbeständigkeit sowie des adaptierten Magnesiumgehaltes für ein Optimum an Dehnung wurden folgende Experimentallegierungen entwickelt und untersucht.

Es kamen folgende Bezeichnungen unter Berücksichtigung der Zusammensetzung zur Anwendung:

- Legierung A: „*Modifiziert*“
 - Berücksichtigung eines optimalen Zn/Mg-Verhältnisses
 - Zink an der Löslichkeitsgrenze

- Legierung B: „*Legierung Extrem I*“
 - Berücksichtigung eines hohen Zn/Mg-Verhältnisses
 - Reduktion des Cu-Gehaltes für die Lösungsglühung (Anschmelzungen) und Spannungsrisskorrosionsbeständigkeit

- Legierung C: „*Legierung Extrem II*“
 - Keine Berücksichtigung des Zn/Mg-Verhältnisses
 - Hoher Mg-Gehalt
 - Erhöhter Kupfergehalt für die Spannungsrissskorrosionsbeständigkeit

- Legierung D: „*Mittlere 7050-Vergleichsvariante*“
 - Vergleichsprobe für die Laborherstellung (Basis: AA7050)

- Legierung E: „*Hoch Zn-haltige Variante*“
 - Höchstes Zn/Mg-Verhältnis

Die Normzusammensetzung der Basislegierung AA7050 (Angabe in Massenprozent) ist in Tabelle 6 zusammengefasst.

Tabelle 6: Chemische Zusammensetzung (gew.-%) der Basislegierung AA7050 nach DIN EN 573.3

Legierung	Zn	Mg	Cu	Si	Fe	Mn	Cr	Zr	Ti
EN-AW 7050	5,7–6,7	1,9–2,6	2,0–2,6	0,12	0,15	0,10	0,04	0,08–0,15	0,06

5.2.2 Thermodynamische Berechnung der Legierungen

Aufgrund der großen Diversität in der chemischen Zusammensetzung wurden zur Unterstützung und Abschätzung von Anmelztemperaturen der jeweiligen Legierungen bei der Homogenisierungswärmebehandlung im Gleichgewicht thermodynamische Berechnungen herangezogen. Als thermodynamische Programme kamen FactSage®, MatCalc und Pandat™ zum Einsatz. Folgende Datenbanken fanden dabei Anwendung:

- FactSage®: FACT_FTlite
- MatCalc: MC_AL_V2.029
- Pandat™: PanAl2013

Für die 7xxx-Legierungen kann die CALPHAD-Methode einen Beitrag zur Feinabstimmung, zum Beispiel der Lösungsglühtemperaturen von den erzeugten Legierungen liefern und zur Optimierung von Wärmebehandlungen beitragen. Daher wurden in erster Linie die Ergebnisse der thermodynamischen Berechnungen hinsichtlich der Phasenentwicklung und der Solidustemperatur bei den unterschiedlichen Programmen selbst verglichen. In diesem Zusammenhang zeigten sich große Unterschiede in der Vorhersage. Während MatCalc stets die höchsten Solidustemperaturen lieferte, wiesen FactSage® und Pandat™ ähnliche Trendwerte auf. Die Begründung für die Temperaturdifferenz liegt darin, dass FactSage®

und Pandat™ sehr ähnliche Datenbanken benutzen, während MatCalc für eine andere Klasse von Aluminiumwerkstoffen oder generell anderen Materialien spezialisiert ist. Zusätzlich spielt die permanenten Aktualisierung der Daten eine wichtige Rolle. In Tabelle 7 sind die Ergebnisse der thermodynamischen Berechnungen zusammengefasst.

Tabelle 7: Thermodynamisch prognostizierte Anschmelztemperaturen in Abhängigkeit vom Software-Programm

	T_{solidus} FactSage®	T_{solidus} MatCalc	T_{solidus} Pandat™
	[°C]	[°C]	[°C]
Legierung A	493	528	485
Legierung B	474	508	475
Legierung C	495	521	479
Legierung D	500	533	479
Legierung E	520	556	524

Während der experimentellen Versuchsdurchführung haben zeitgleich auch Untersuchungen von thermodynamischen Berechnungen verglichen mit DSC-Messungen im Rahmen einer Masterarbeit [128] stattgefunden. Dabei wurden vorrangig die Programme FactSage®, MatCalc und Pandat™ miteinbezogen. Im Rahmen eines Datenbankvergleiches [57] hat sich bereits gezeigt, dass Temperaturabweichungen zwischen Prognose und Messung im Bereich von bis zu 30 °C durchaus möglich sind. Die CALPHAD-Programme sind dabei wichtige Hilfsmittel, welche anschauliche Trends (Prognosen), ansonsten aber eher ungenaue Daten liefern. Die prognostizierten Temperaturen sind daher nur als Richtwerte anzusehen.

Ergänzend zur tabellarischen Ergebnisdarstellung in Abhängigkeit von den verschiedenen Programmen, ist beispielsweise von Abbildung 80 bis Abbildung 82 jeweils die Versuchslegierung D mit einem der drei Berechnungsprogramme bildlich dargestellt. Aufgrund der mangelnden Detailschärfe der einzelnen Phasen in dieser Darstellungsoption, ist die Gesamtheit der durchgeführten thermodynamischen Berechnungen für alle Legierungen dem Anhang zu entnehmen.

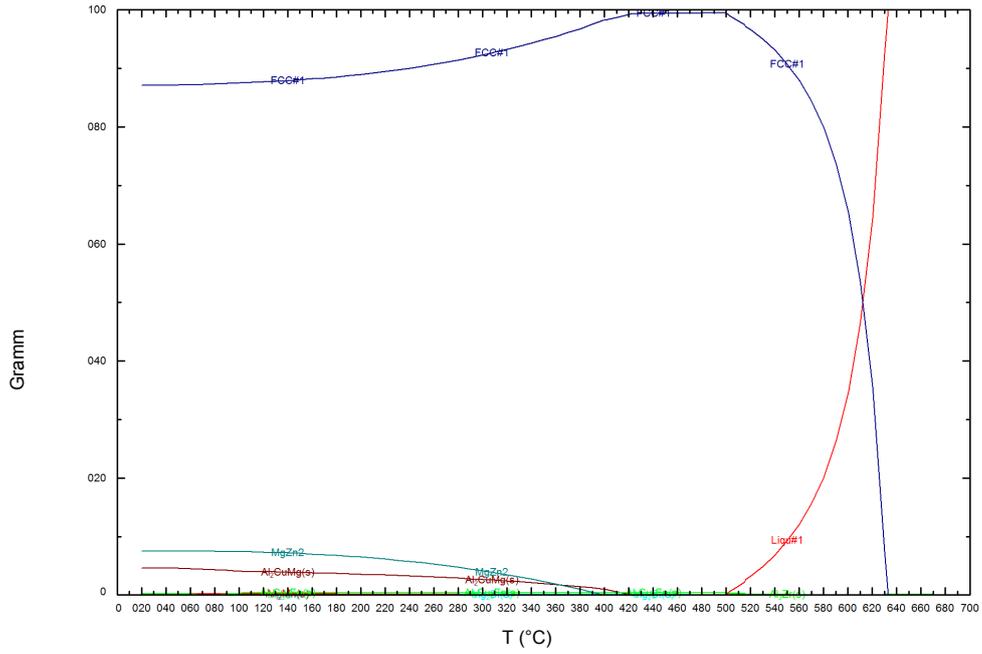


Abbildung 80: Thermodynamische Berechnung hinsichtlich der Phasen in Abhängigkeit von der Temperatur für Versuchslegierung D mit FactSage®

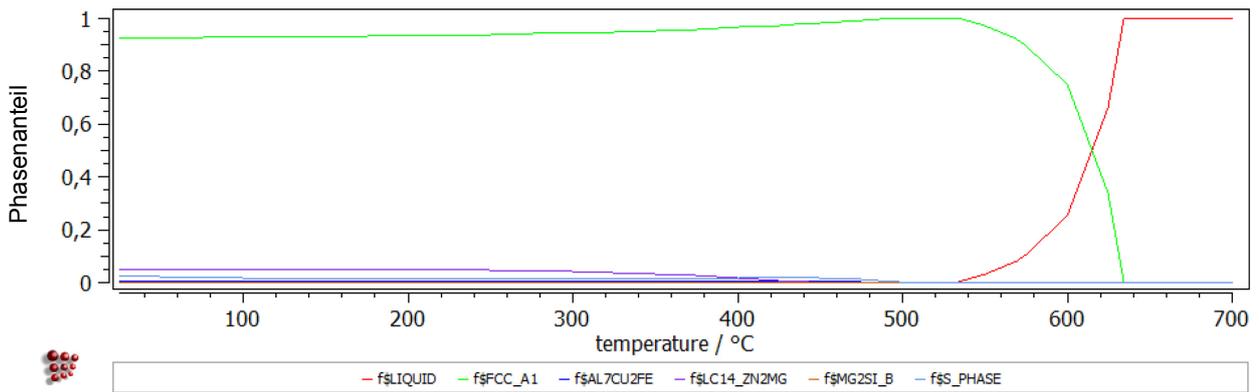


Abbildung 81: Thermodynamische Berechnung hinsichtlich der Phasen in Abhängigkeit von der Temperatur für Versuchslegierung D mit MatCalc

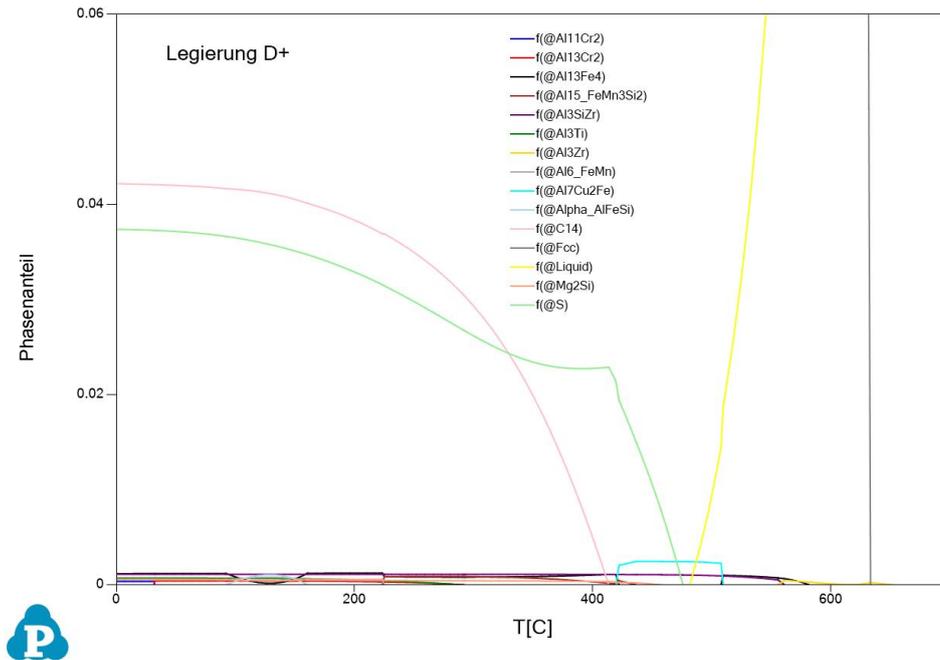


Abbildung 82: Thermodynamische Berechnung hinsichtlich der Phasen in Abhängigkeit von der Temperatur für Versuchslegierung D mit Pandat™

5.2.3 Laborversuche

Um das Konzept des Legierungsdesigns im Kleinstmaßstab zu testen, wurde vor der Durchführung von größeren Versuchsreihen eine Testserie im Maßstab von etwa 200 g erzeugt. Bevor die Legierungen hergestellt werden konnten, musste in Bezug auf die chemische Zusammensetzung die benötigte Menge an Legierungselementen berechnet, zugeschnitten und eingewogen werden. Die Erschmelzung der Hauptlegierungskomponenten fand in einem kleinen Induktionstiegelofen MU 700 der Firma Indutherm statt. Die Zugabe weiterer Legierungselemente wie Si, Mn, Cr etc. ist aufgrund der geringen Konzentrationen für erste Tests außer Acht gelassen worden. Die Leistung des Ofens wurde so gewählt, dass die Temperatur der Schmelze im Temperaturbereich von 740 °C bis 750 °C lag. Nach jeder Zugabe der jeweiligen Legierungselemente kam es zu einer Haltezeit, um sicherstellen zu können, dass die Materialien genügend Zeit zum Auflösen besitzen. Kurz vor dem Abgießen wurde die Schmelze noch korngefeint. Für den Abguss selbst standen zu Beginn drei unterschiedliche Formen zur Verfügung, nämlich eine Stahlform, eine gestaltete „Opticast“-Form sowie ein Kupferblock (siehe Abbildung 84). Ein untergeordnetes Ziel der angeführten Gießformen ist nebenbei die Untersuchung des Einflusses der Erstarrungsgeschwindigkeit auf die Ausbildung von Seigerungen in den Legierungen, welche später in der DSC gemessen wurden. Zur Gewährleistung von gleichmäßigen Ausgangsbedingungen erfolgte bis auf den Kupferblock die Vorwärmung der beiden anderen Formen im Umluftofen auf 200 °C. Um im Labor die industriellen Bedingungen so gut wie

möglich gewährleisten zu können, wurden für die weiterführenden Untersuchungen nur mehr die Proben aus den „Opticast“-Formen verwendet.



Abbildung 83: Darstellung des Induktionstiegelofens der Fa. Indutherm, MU 700 [149]



Abbildung 84: Darstellung der Abguss-Formen a) Stahlgießform, b) „Opticast“-Form und c) Kupferblock [150]

5.2.4 DSC-Messungen im Gusszustand und „Onset“-Bestimmung

Um die erhaltenen Seigerungen aus den produzierten Legierungen messen bzw. auflösen zu können, wurden die mit Opticast-Formen vergossenen Materialien als auch die restlichen Legierungen halbiert und jeweils kleine DSC-Proben mit einer Masse von etwa 20 mg herausgearbeitet. Die Messungen selbst wurden mittels Netzsch DSC 204 F1 Phoenix in Al_2O_3 -Tiegeln durchgeführt. Obwohl mit Hilfe von Reinaluminium ein besserer Wärmeübergang zwischen Probe und Tiegel gewährleistet ist, fiel die Wahl auf jene mit Al_2O_3 , weil aufgrund der Temperaturwahl des Messprogramms ein Aufschmelzen möglich wäre, welches aus sicherheitstechnischen Gründen vermieden werden muss. Zu Beginn der Messung wurden alle Proben mit Hilfe von flüssigem Stickstoff auf -40 °C gekühlt, bevor der eigentliche Messvorgang gestartet wurde. Die Abkühlung diente rein zum Erhalt eines besseren Basisliniensignals. Anschließend wurde auf 650 °C mit einer Aufheizrate von 10 K/min aufgeheizt. Nach dem Erreichen der Temperatur erfolgte wieder eine Abkühlung

auf Raumtemperatur mit 40 K/min. Stellvertretend für alle Legierungen ist in Abbildung 85 ein Vergleich von Legierung D mit unterschiedlichen Erstarrungsgeschwindigkeiten dargestellt.

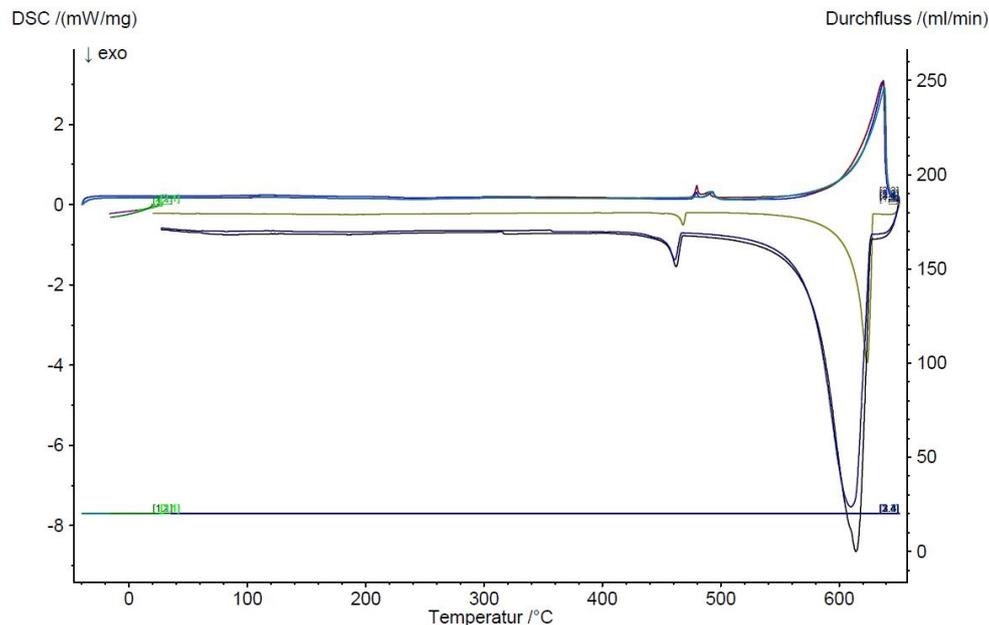


Abbildung 85: Vergleich der DSC-Messungen in Abhängigkeit von unterschiedlichen Erstarrungsgeschwindigkeiten bei der Legierung D; hellblau...langsam erstarrt, weinrot...„Opticast“, grün...schnell erstarrt (Kupferblock)

Aus den übereinander gelegten Kurven in Abbildung 85 ist ersichtlich, dass die Legierung mit der langsamsten Erstarrung (hellblaue Linie) einen ähnlichen Peak wie jene in der „Opticast“-Form (weinrote Linie) aufweist. Der Flächeninhalt (Enthalpie) unter der beiden Kurven ist beinahe ident. Die Probe mit der höchsten Abkühlgeschwindigkeit (grüne Linie) zeigt eine Tendenz der Verschiebung des Seigerungspeaks (endothemer Peak in der DSC-Kurve aufgrund von Seigerungen während der Erstarrung) zu höheren Temperaturen. Dies ist wenig überraschend, da bereits im Vorfeld angenommen wurde, dass sich aufgrund der hohen Erstarrungsgeschwindigkeit nur wenige Seigerungen ausbilden können. Im Regelfall erfolgt die Bestimmung der „Onsettemperatur“ (Schmelztemperatur) durch die Tangentenmethode [126, 127]. Dabei wird der Schnittpunkt der Basislinie mit der Tangente des Peaks als dieser Temperaturwert definiert (Abbildung 86). Es ist zu beachten, dass bei genauerer Betrachtung des Ausschlages bereits ein verfrühter Anstieg der Temperatur (wenige Grade davor) festgestellt werden kann. In Wahrheit entspricht der extrapolierte Schnittpunkt [127] nicht wirklich dem „Onset“-Wert. Das heißt, dass diese Auswertemethode für Reinsubstanzen sehr gut geeignet ist, da ein Abweichen von der Basislinie klar erkennbar wird. Allerdings liegt im Bereich der 7xxx-Werkstoffe kein scharf definierter Übergang vor, was eine Bestimmung der Schmelztemperatur aufgrund des großen Erstarrungsintervalls noch zusätzlich erschwert. Korrekt betrachtet müsste der Schnittpunkt des verfrühten

Anstieges des Peaks mit der Basislinie als Bezugspunkt verwendet werden. Die Auswertung der DSC-Messungen lässt somit einen breiten Interpretationsspielraum zu.

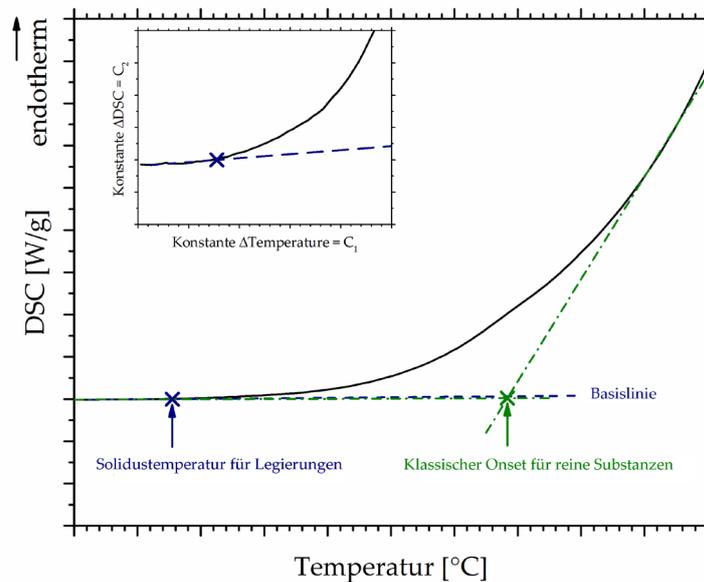


Abbildung 86: Diskussion der „Onset“-Auswertung bei DSC-Messungen zur Bestimmung von (An)Schmelztemperaturen [57]

Im Rahmen dieser Dissertation erfolgte eine Veröffentlichung [57], wo eine korrekte Bestimmung der Anschmelztemperatur (Onset) für weitere Wärmebehandlungen, wie die Homogenisierung oder Lösungsglühung, erklärt und diskutiert wurde. Eine Anschmelzung bei einer der erwähnten Methoden würde den Werkstoff unbrauchbar machen. Ergänzend dazu fand ein Vergleich der gemessenen und ausgewerteten Temperaturen mit thermodynamischen Berechnungen statt. Im Fall des Laborkleinmaßstabes spielt aber die Erstarrungsgeschwindigkeit eine eher untergeordnete Rolle, weshalb der Fokus in weiterer Folge nur auf die „Opticast“-Materialien gelegt wird. Alle weiterführenden DSC Untersuchungen der Opticastproben wurden mit den bereits zuvor beschriebenen Einstellungen durchgeführt. In Abbildung 87 ist die Messung von Legierung D im Gusszustand dargestellt.

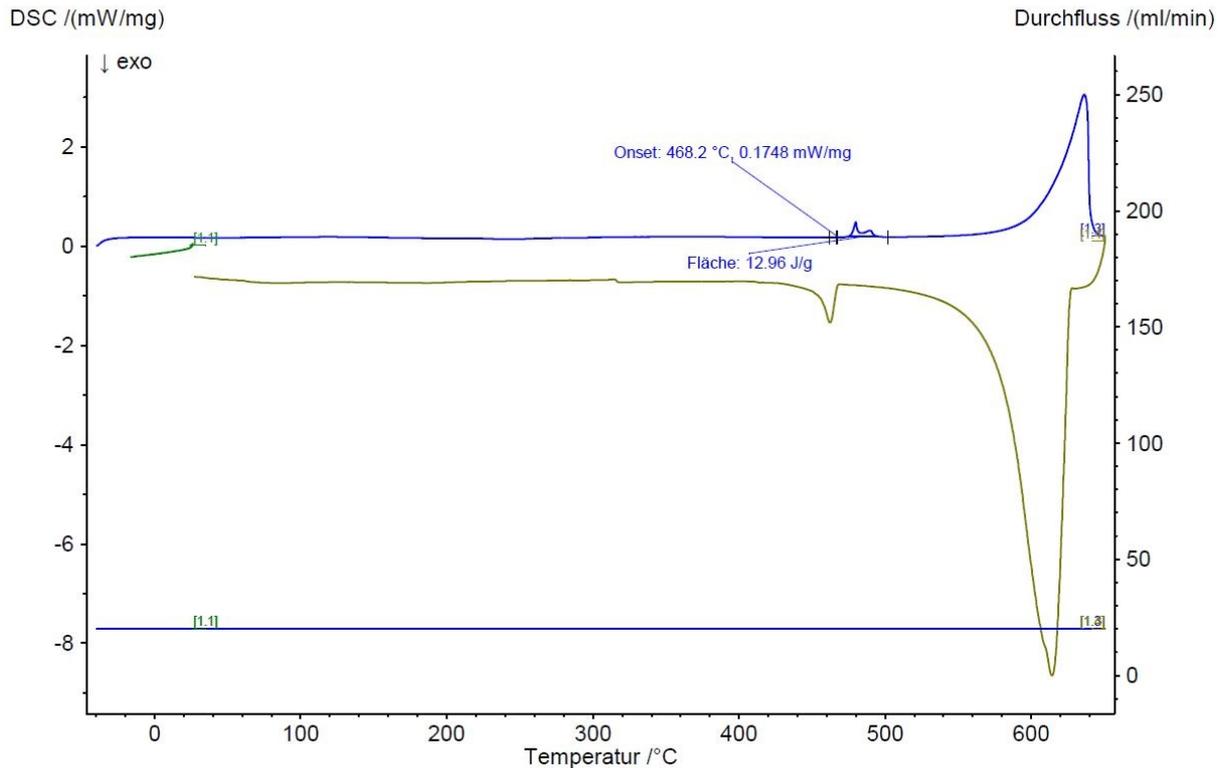


Abbildung 87: Bestimmung der Anmelztemperatur von Legierung D im Gusszustand; Opticast

Nach Abschluss der Messungen und den zugehörigen Auswertungen kann dargestellt werden, dass sich aufgrund der eigens gewählte „Onset“-Methode ermittelten Anmelztemperaturen für die Seigerungen aller fünf gemessenen Legierungen um etwa 14 °C unterscheiden.

Tabelle 8: Ergebnisse der DSC-Messungen von Legierung A bis E im Zustand „as cast“

Opticast	Bestimmte „Onset“- Temperatur	Flächeninhalt Peak I	Flächeninhalt Peak II
Zustand: „as cast“	[°C]	[J/g]	[J/g]
Legierung A	470,8	14,50	/
Legierung B	473,3	20,80	/
Legierung C	479,5	22,21	/
Legierung D	468,2	12,96	/
Legierung E	465,9	4,57	/

Weiters ist erkennbar, dass der zugehörige Flächeninhalt unter den einzelnen Kurven stark schwankt. So weisen die Legierungen B und C (Extrem I, Extrem II) den höchsten Enthalpiewert (Wärmestrom) auf, während dessen dieser von Legierung E („hoch Zn-haltige Variante“) nur sehr gering ausfällt. Die Begründung hierfür ist, dass sich aufgrund der

chemischen Zusammensetzung unterschiedlich starken Seigerungen während der Abkühlung ausbilden. Die Abkühlungsrate selbst hat einen großen Einfluss, jedoch wird diese aufgrund der gleichen Prozessführung für die weiteren Untersuchungen der fünf Werkstoffe vernachlässigt. Der bei Legierung C und D auftretende Doppelpeak ist entsprechend der Literatur der S-Phase zuzuordnen. Nach [151] liegt die Auflösungstemperatur dieser im Bereich von etwa 486 °C, was auch bei durchgeführten Messungen bestätigt werden konnte. In diesem Zusammenhang ist ebenfalls der Vergleich der thermodynamischen Prognose mit den zuvor angestellten Berechnungen von großem Interesse. Da sich die gemessenen Legierungen nach dem Guss noch immer in einem Ungleichgewichtszustand befinden, können die ersten Messergebnisse als Anhaltswert oder Tendenz für die Homogenisierungstemperatur gesehen werden. Eine genauere Prognose ist erst nach dem Erreichen des Gleichgewichtes (Homogenisierung) und der darauffolgenden DSC-Messung möglich. Erfahrungsgemäß verschiebt sich die „Onset“-Temperatur infolge der Wärmebehandlung in Richtung höhere Werte. Weiterführend erfolgte eine Erprobung unterschiedlicher Homogenisierungsbehandlungen an den fünf Versuchslegierungen, welche in den nachfolgenden Kapiteln näher erläutert werden.

5.2.5 Homogenisierungsvariation

Bereits die Homogenisierung legt den wesentlichen Grundstein für die weiteren Eigenschaften der Legierung. Die dafür typischen Temperaturen liegen im Bereich von 400 °C bis 500 °C [4, 83, 152, 153]. In einer abgeschlossenen Bachelor- [150] und Masterarbeit [128] wurden im Rahmen der Doktorarbeit bereits Homogenisierungsvarianten getestet, weshalb eine Adaption bzw. teilweise Übertragung dieser auf die vorliegenden Versuche durchgeführt wurde. Insgesamt erfolgte die Untersuchung von drei unterschiedlichen Homogenisierungsvariationen:

- 465 °C für 8 Stunden
- 470 °C für 24 Stunden
- 470 °C für 48 Stunden

Für diesen Schritt der Wärmebehandlung wurden von den erzeugten „Opticast“-Proben dünne Scheiben mit einer Stärke von ca. 5 mm heruntergeschnitten und in Alufolie gewickelt, um eine starke Oxidation während der Homogenisierung zumindest zu vermindern. Ergänzend erfolgte auch die Spülung des Umluftkammerofens während der Wärmebehandlung mit Inertgas (Argon). Bevor die Homogenisierung gestartet wurde, fand die Messung der Temperaturverteilung im Ofen statt, wobei generell davon ausgegangen wird, dass in einem Umluftofen eine diesbezügliche Gleichmäßigkeit vorliegt. Zur

Überprüfung erfolgte die Anbringung von sechs Thermoelemente auf dem mittleren Probenrost in unterschiedlichen Abständen (Abbildung 88). Die Bezeichnungen „VL“ (Vorne Links), „MR“ (Mitte Rechts) etc. beziehen sich auf die Positionen der Thermoelemente im Ofen. Die Messung ergab, dass im Ofenraum eine Temperaturdifferenz zwischen linker und rechter Seite von knapp 4 °C gegenüber der eingestellten Temperatur herrschte. Deshalb erfolgte die Platzierung der Proben für die weiterführenden Homogenisierungsuntersuchungen auf dem Rost eher auf der rechten Seite (Abbildung 89). Ergänzend fand auch bei der Homogenisierung während der gesamten Behandlungsdauer die Aufzeichnung der Temperatur statt. Nachfolgend wurden die Proben, beginnend bei der niedrigsten Homogenisierungstemperatur, im Umluftofen der Wärmebehandlung unterzogen und danach in der DSC gemessen. Abbildung 89 zeigt die Probenanordnung des Homogenisierungsversuches.

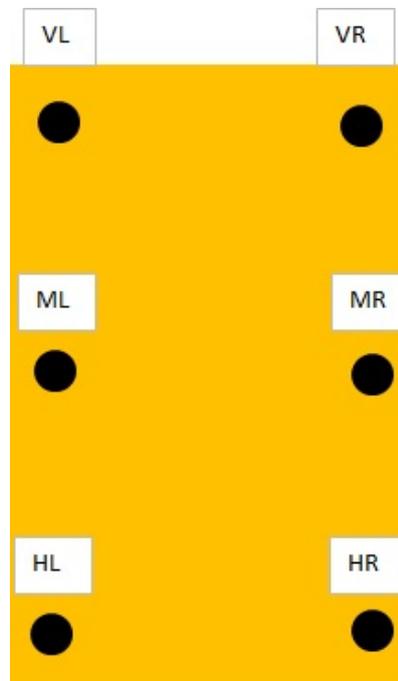


Abbildung 88: Schemenhafte Darstellung der unterschiedlichen Temperaturmesspunkte auf dem mittleren Rost im Umluftkammerofen

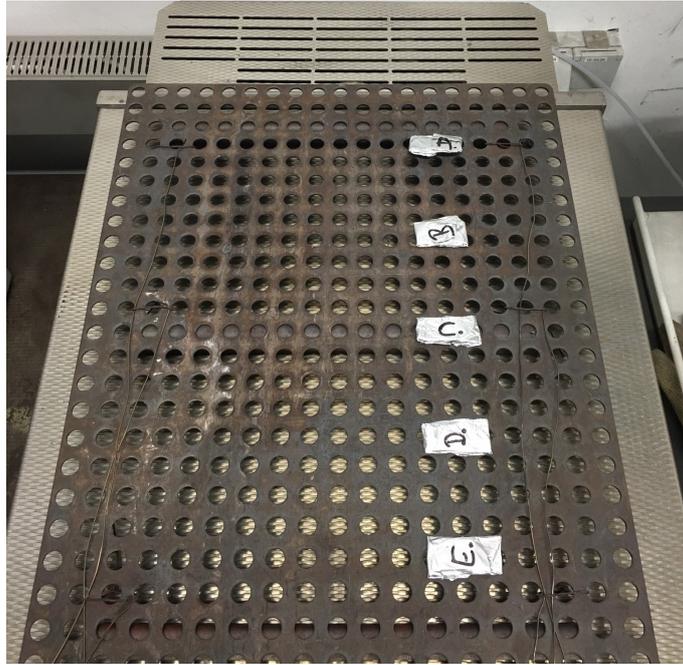


Abbildung 89: Anordnung der Proben bei der ersten Homogenisierungsvariante im Umluftkammerofen

Nach Ablauf der gewählten Homogenisierungszeit wurde der Umluftkammerofen auf „Standby“ geschaltet und die Ofentüre ca. 50 mm geöffnet, sodass ehestmöglich der industriellen Variante entsprechend einer langsamen Ofenabkühlung nachgestellt wird. Eine der drei Homogenisierungskurven samt langsamer Ofenabkühlung ist in Abbildung 90 dargestellt. Dazu sei erwähnt, dass aufgrund der Ofenrostmanipulation und dem Starten der Messaufzeichnung die Temperatur kurz verzögert ist, sodass bereits bei Beginn eine erhöhte Ofenraumtemperatur gemessen wurde. Je nach Homogenisierungszeit dauerte die Abkühlung von der Homogenisierungs- auf Raumtemperatur zwischen neun und 12 Stunden.

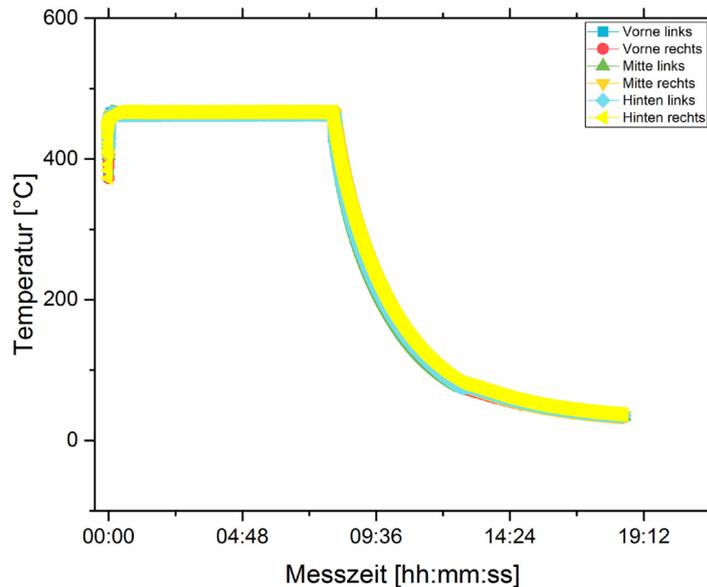


Abbildung 90: Homogenisierungskurve bei 465 °C für 8 Stunden mit nachfolgender Ofenabkühlung

5.2.6 DSC-Ergebnisse und Gefügeanalyse der Homogenisierungsvariation

Nach jeweils einzelnen, unterschiedlichen Homogenisierungsbehandlungen der Legierungsvarianten erfolgte eine neuerliche Messung in der DSC sowie eine ergänzende REM-Analyse. Die Auswertung und Interpretation der Ergebnisse ist in den nachfolgenden Unterkapiteln näher erläutert.

5.2.6.1 Homogenisierung bei 465 °C für 8 Stunden

Wie bereits in Kapitel 5.2.4 beschrieben, erfolgten neuerliche DSC-Messungen aller fünf Versuchslegierungen mit der Homogenisierungsvariante 465 °C für 8 Stunden. Basierend auf dem gleichen Prinzip wurden Proben mit einer Masse von etwa 20 mg angefertigt, in den Al_2O_3 -Tiegel eingelegt und der Versuch gestartet. Die Ergebnisse der Untersuchung zeigten, dass, wie zu erwarten, die gemessenen „Onset“-Temperaturen infolge dem Erreichen eines gleichgewichtsnahen Zustandes zu höheren Temperaturen verschoben wurden. In diesem Zusammenhang ist festzustellen, dass bei allen Legierungen eine Verringerung des Seigerungspeaks gegenüber dem Gusszustand vorliegt. Die ermittelten Temperaturen beziehen sich immer auf niedrigschmelzende Legierungsbestandteile in dem Werkstoff, wie beispielsweise die T- ($\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$) oder S-Phase (Al_2MgCu) [42]. Alle detektierten Peaks zeigten beim Aufheizen eine endotherme Reaktion, was Auflösungs- oder Schmelzreaktionen entspricht. Bei Legierung A (Abbildung 91) konnte die Enthalpie des gemessenen Ausschläge um 10 J/g verringert werden.

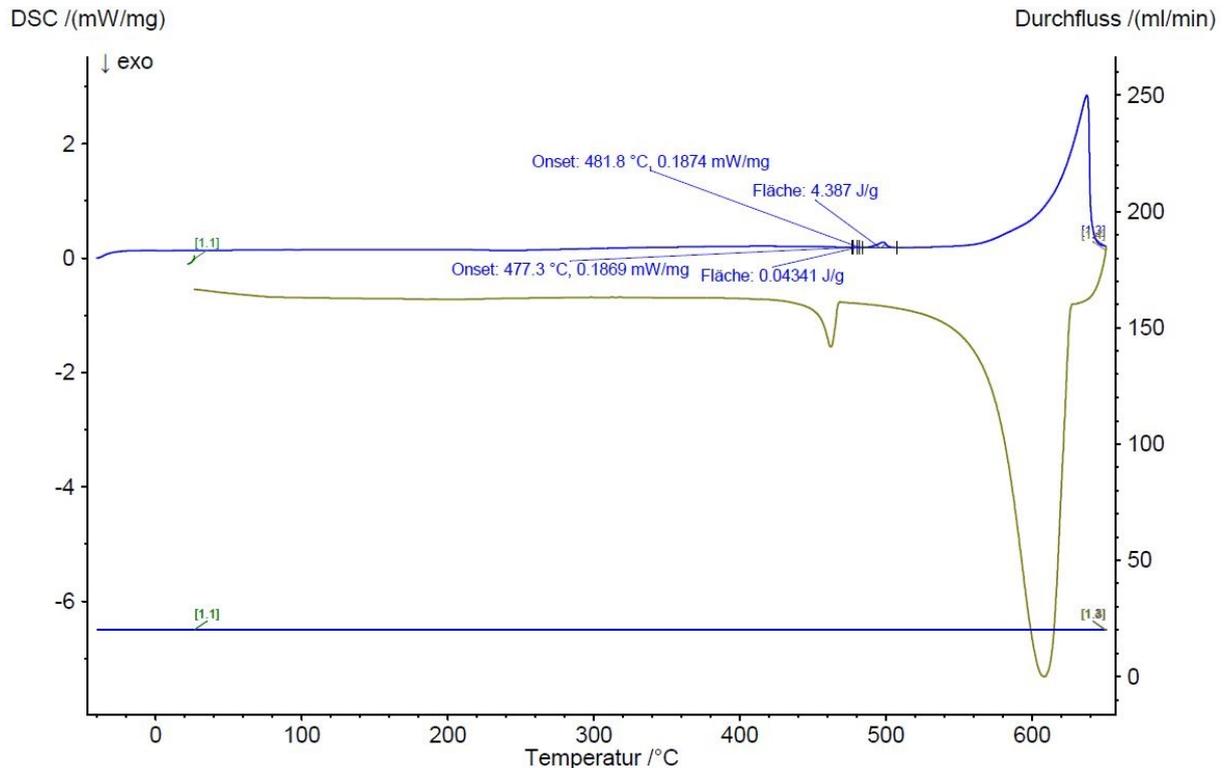


Abbildung 91: DSC-Messung der ersten Homogenisierung von Legierung A in Abhängigkeit von der chemischen Zusammensetzung

Bei genauer Betrachtung der Messkurve wurde unmittelbar vor dem eigentlichen Hauptseigerungspeak bei Legierung A ein kleiner Ausschlag detektiert. Dieser entscheidet sich gegenüber dem Hauptpeak um 4 °C, weist aber ebenso einen, wenn auch geringen, Enthalpiewert auf und wird daher als „korrekter“ „Onset“ gemäß Auswertemethode in Kapitel 5.2.4 gewertet. Im Gegensatz dazu zeigten Legierung B als auch die mittlere Vergleichsvariante, Legierung D, eine deutliche Reduktion des Ausschlags um mehr als den Faktor 2. In Legierung C (Extrem II) spaltete sich der ursprünglich detektierte Peak vom Gusszustand in einen Doppelpack auf. Der erste „Onset“ konnte dabei mit 482,2 °C verifiziert werden. Legierung E zeigt gegenüber den anderen untersuchten Werkstoffen einen gegenläufigen Trend. Bei der genauen Auswertung konnte kein Ausschlag von der Basislinie festgestellt werden. Dies bedeutet, dass im Rahmen der ersten Homogenisierungsbehandlung alle niedrigschmelzenden Bestandteile sowie die entstandenen Seigerungen vollständig aufgelöst wurden. Eine zusammenfassende Darstellung der DSC-Auswertungen ist in Tabelle 9 gegeben.

Tabelle 9: Ergebnisse der Homogenisierungsbehandlung bei 465 °C, 8 Stunden für die Versuchslegierungen

Homogenisiert	“Onset”- Temperatur Peak I	Flächeninhalt Peak I	“Onset”- Temperatur Peak II	Flächeninhalt Peak II
465 °C, 8 h	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]
Legierung A	477,3	0,043	481,8	4,387
Legierung B	480,2	8,986	/	/
Legierung C	482,2	2,098	491,9	10,63
Legierung D	483,0	5,262	/	/
Legierung E	/	/	/	/

Ergänzende REM-Untersuchungen konnten die beschriebene Beobachtung bezüglich der Flächeninhalte der Ausschläge im Wesentlichen bestätigen. In Abbildung 92 ist deutlich der Unterschied vor und nach der Homogenisierung erkennbar. Die hellen Gefügebestandteile in Abbildung 92a sind überwiegend Eutektikum, welches vom Abguss her resultiert und einer bestimmten Phase nicht näher zugeordnet werden kann. In Folge der Homogenisierung konnte eine gleichmäßigere Verteilung der Gefügestruktur (Abbildung 92b) erreicht werden. Die EDX-Analyse der einzelnen Phasenbestandteile zeigte eine chemische Zusammensetzung, die hauptsächlich der S-Phase (Al_2CuMg) entspricht. Die klassische eutektische Struktur konnte mit Hilfe der Homogenisierungsbehandlung fast vollständig entfernt werden, sodass eine feinere und gleichmäßigere Verteilung der Phasenbestandteile vorliegt.

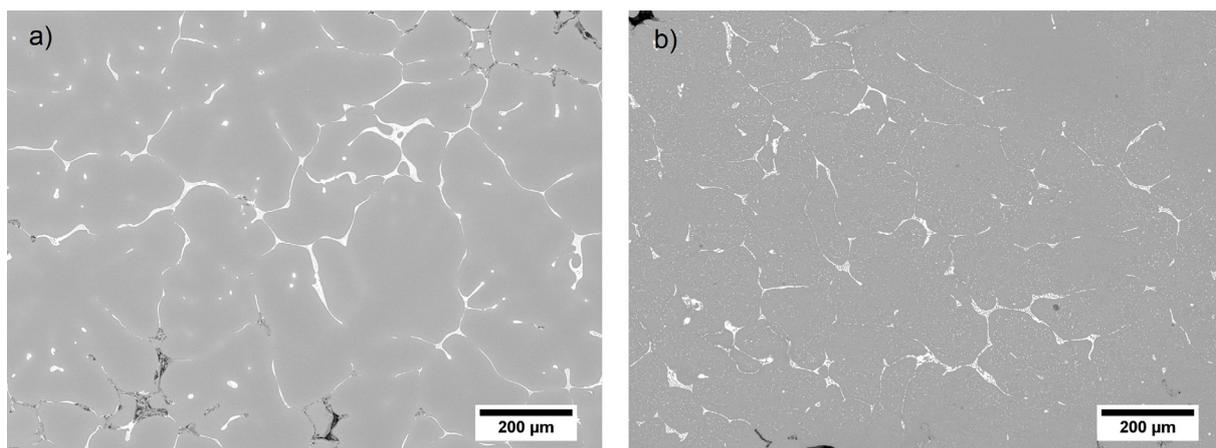


Abbildung 92: REM-Analyse der Legierung A. a) Gusszustand und b) homogenisiert 465 °C, 8 h

Deutlicher ist der Unterschied hinsichtlich der Gefügestruktur bei Legierung E erkennbar. In Abbildung 93a ist gegenüber Legierung A eine bereits wesentlich feinere Struktur und Verteilung des Eutektikums zu sehen. Die Bereiche erstrecken sich nicht über längere Wege, sondern liegen eher als kleine, punktuelle Ansammlungen im Gefüge vor. Die erste

Homogenisierungsbehandlung bei relativ niedriger Temperatur hatte bereits ausgereicht, um die Seigerungen der Legierung aufzulösen und homogen zu verteilen. Vereinzelt sind in Abbildung 93b noch kleine hell erscheinende Phasenreste erkennbar. Aufgrund der durchgeführten EDX-Analyse und der Bestätigung nach Lim et. al. [42] konnten diese Bestandteile als unlösliche $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ -Partikel identifiziert werden. Diese sind der Literatur bekannt, führen im Werkstoff oder in Bezug auf die Werkstoffeigenschaften jedoch zu keinen nachteiligen Eigenschaften.

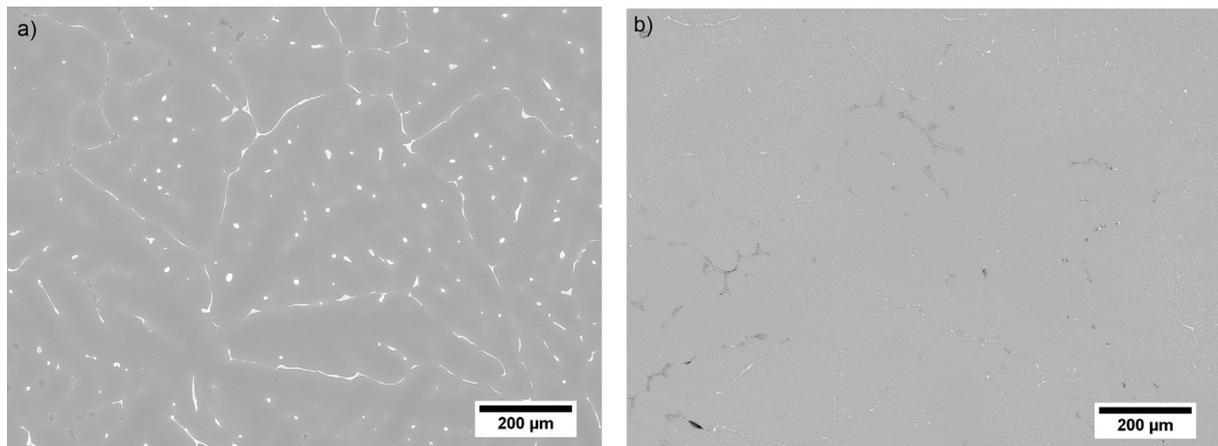


Abbildung 93: REM-Analyse der Legierung E a) Gusszustand und b) homogenisiert 465 °C, 8 h

Die weiteren REM-Aufnahmen und Gefügeanalysen der restlichen Legierungen dieser Homogenisierungswärmebehandlungen sind dem Anhang zu entnehmen.

5.2.6.2 Homogenisierung bei 470 °C für 24 Stunden

Die weitere Homogenisierungsvariante der „Opticast“-Proben bei 470 °C für 24 Stunden zeigte eine deutliche Auflösung von Seigerungen im Gefüge. Klar erkennbar ist auch, dass sich bei den homogenisierten Proben die Enthalpiewerte des ersten Peaks deutlich verringert haben. Die „Onset“-Temperaturen des Peak I wurden gegenüber der ersten Variante unwesentlich zu höheren oder niedrigeren Temperaturen verschoben, die des Peaks II tendenziell leicht nach unten. Da die Enthalpien der Peaks auch weiterhin vermindert wurden, kann von einem positiven Effekt, also einer weiteren Auflösung und gleichmäßigeren Verteilung der Legierungsbestandteile, der Homogenisierung gesprochen werden. Die detaillierten Auswertungsergebnisse der DSC-Messungen sind in Tabelle 10 dargestellt.

Tabelle 10: Ergebnisse der Homogenisierungsbehandlung bei 470 °C, 24 Stunden für die untersuchten Legierungsvarianten

Homogenisiert	“Onset”- Temperatur Peak I	Flächeninhalt Peak I	“Onset”- Temperatur Peak II	Flächeninhalt Peak II
	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]
Legierung A	477,9	0,063	483,8	1,616
Legierung B	477,2	5,725	/	/
Legierung C	479,3	0,089	488,0	9,081
Legierung D	486,5	1,127	/	/
Legierung E	/	/	/	/

Eine weiterführende Untersuchung der Legierungen im Rasterelektronenmikroskop konnte den Trend der DSC-Messungen bestätigen. Die anhaltende Tendenz einer homogeneren Phasenverteilung in den Legierungen kann durch höhere Homogenisierungstemperaturen- und -zeiten bestätigt werden. Abbildung 94 zeigt den Unterschied zwischen erster und zweiter Homogenisierung von Legierung D.

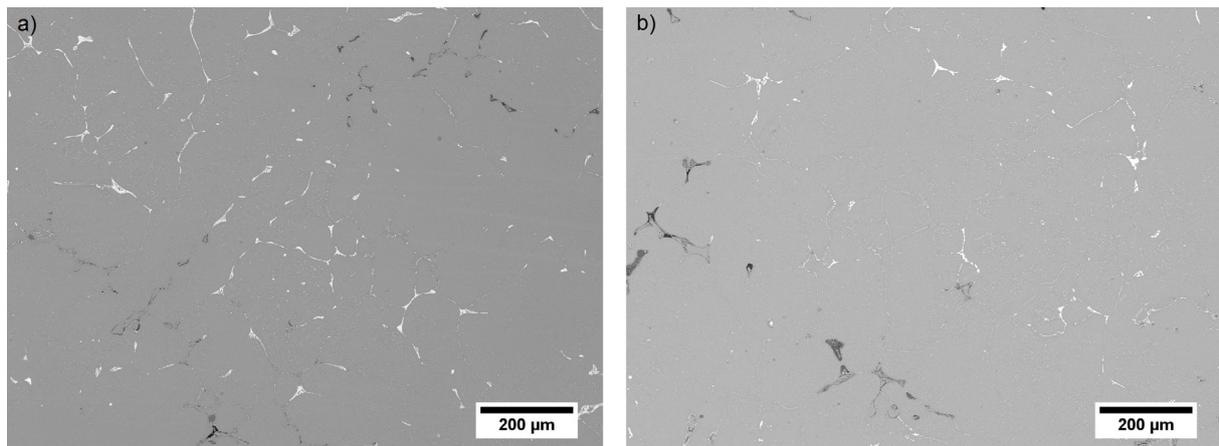


Abbildung 94: Gefügevergleich von Legierung D nach der ersten (a) und zweiten (b) Homogenisierungsvariante; a) Homogenisierung 465 °C, 8 h b) 470 °C und 24 h

Ein Großteil des noch teilweise vorliegenden Eutektikums in Abbildung 94a konnte in Lösung gebracht werden. Ebenso hat bereits eine Umwandlung in die niedrigschmelzende Phase Al_2CuMg stattgefunden. Legierung E zeigte gegenüber der ersten Homogenisierungsvariante keine Veränderung. Auch hier waren bis auf Al_2CuMg sowie den unlöslichen Bestandteile Al_7Cu_2Fe keine Rückstände aus dem Guss mehr erkennbar.

5.2.6.3 Homogenisierung bei 470 °C für 48 Stunden

Die dritte und letzte Homogenisierungsvariante wurde bei 470 °C für 48 Stunden durchgeführt. Gemäß den Beobachtungen der vorhergehenden Bedingungen erfolgte in der um 24 Stunden erweiterten Wärmebehandlung eine erneute Reduktion der Seigerungspeaks. Die Temperaturen änderten sich unwesentlich gegenüber den bereits getätigten Beobachtungen. Tabelle 11 fasst die Ergebnisse der letzten Homogenisierungswärmebehandlung zusammen.

Tabelle 11: Auswertung der Homogenisierung bei 470 °C, 48 Stunden für die untersuchten Legierungsvarianten

Homogenisiert	„Onset“- Temperatur Peak I	Flächeninhalt Peak I	„Onset“- Temperatur Peak II	Flächeninhalt Peak II
	[°C]	[J/g]	[°C]	[J/g]
Legierung A	475,5	0,060	484,1	0,989
Legierung B	473,8	2,568	/	/
Legierung C	479,1	0,113	487,2	10,71
Legierung D	486,1	0,684	/	/
Legierung E	/	/	/	/

Bei dieser Wärmebehandlungsvariante ist der Parameter der Temperatur unverändert geblieben. In Folge der längeren Homogenisierungszeit fand auch hier ein weiteres Auflösen der Phasenbestandteile entsprechend der Abbildung 95 sowie den ausgewerteten Ergebnissen in Tabelle 11 statt.

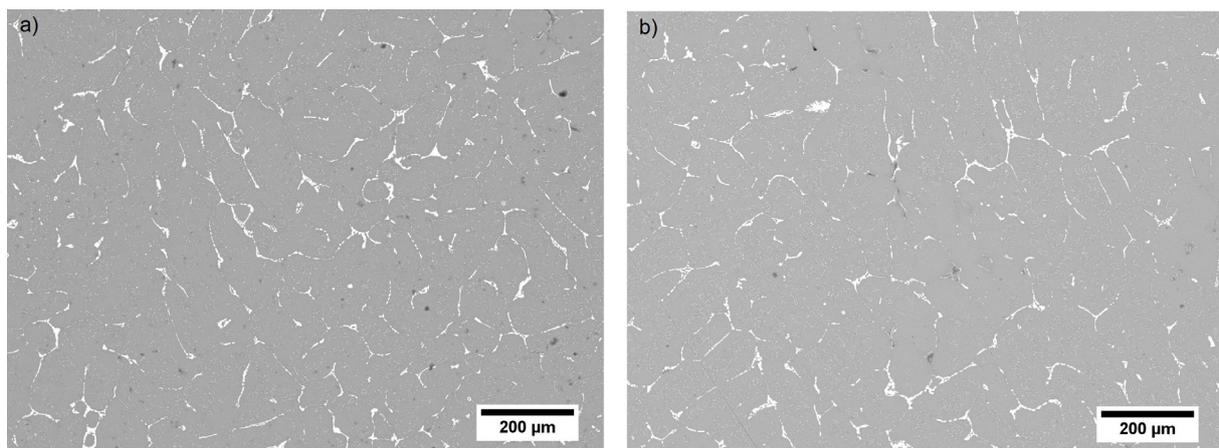


Abbildung 95: Gefügebild von Legierung C nach der ersten (a) und zweiten (b) Homogenisierungsvariante a) 470 °C, 24 h und b) 470 °C, 48 h

Eine weitere Variation der Homogenisierungsbedingungen wird nicht angestrebt, da sich bereits gezeigt hat, dass mit niedrigen Temperaturen (465 °C) und Haltezeiten (8 h) bei der entworfenen Legierung E („hoch Zn-haltige Variante“) bereits alle Phasenbestandteile gleichmäßig in Lösung gebracht werden konnten. Diesbezüglich wäre eine längere Homogenisierung bei höheren Temperaturen in Anbetracht der erhöhten Energiekosten und der verlängerten Ausbringzeit der Produkte nicht wirklich ein wirtschaftlicher als auch technologischer Vorteil gegenüber dem Wettbewerb.

Folgende optimale Homogenisierungskombinationen konnten erfolgreich verifiziert werden:

- Legierung A: 470 °C, 24 Stunden
- Legierung B: 470 °C, 48 Stunden
- Legierung C: 470 °C, 24 Stunden
- Legierung D: 470 °C, 24 Stunden
- Legierung E: 465 °C, 8 Stunden

Aufgrund der vielversprechenden Erkenntnisse der DSC-Messungen und des Trends zu einer verkürzten Wärmebehandlungszeit bei der Homogenisierung kommen die Experimente in einem vergrößerten Labormaßstab zur Anwendung.

5.2.7 Untersuchung zum vergrößerten Maßstab im Labor

Da bis dato noch kein einheitliches, nachhaltiges Konzept zur Legierungsentwicklung im Labor existiert, soll im Rahmen dieses Untersuchungspaketes eine ausführliche Dokumentation der Versuchsabläufe erfolgen. Die Experimente des vergrößerten Labormaßstabes beziehen sich auf in etwa 7,5 kg Schmelze, welche in eine speziell entwickelte Abgussform gegossen werden. Entsprechend der chemischen Zusammensetzung in Tabelle 6 erfolgte die erforderliche Gattierungsrechnung, um die Gesamtmenge an notwendigen Legierungselemente zu organisieren. Im Gegensatz zu den Kleinstversuchen wurden bei dieser Werkstoffherstellung auch Nebenlegierungselemente wie Cr, Mn, Fe, Si etc. der Schmelze beigefügt. Die berechneten Mengen für alle Experimente inkl. Überschuss sind in Tabelle 12 angegeben. Der Zuschnitt und die Stücklung der Zusatzstoffe erfolgte pro Legierung. Bevor mit den schmelzmetallurgischen Untersuchungen begonnen werden konnte, musste eine Reihe an weiteren Vorbereitungen vor der eigentlichen Versuchsdurchführung getroffen werden. Dazu zählen beispielsweise der Um- und Einbau des richtigen Schmelztiegels (inkl. Schichten), die Einstellung der notwendigen Spülgasmenge und Eintauchtiefe des Impellers, die Vorwärmung der Gießkokillen auf die entsprechende Temperatur etc. Der Widerstandsofen sowie der Impeller

für die Versuche ist in Abbildung 96a und Abbildung 96b dargestellt. Die chemische Zusammensetzung vor dem Abguss wurde mittels Funkenspektrometer gemessen.

Tabelle 12: Menge an Legierungselementen für den erweiterten Labormaßstab

	Al	Cu	Mg	Zn	Ti	Zr
Benötigte Menge gerundet [kg]	170,0	5,0	7,0	15,0	1,0	1,0

Nach Abschluss aller Vorbereitungen startete die Werkstoffherstellung im vergrößerten Labormaßstab. Die Legierungsreihenfolge wurde so festgesetzt, dass jene chemischen Elemente mit einer langen Lösezeit im Aluminium zuerst der Legierung beigemischt wurden.

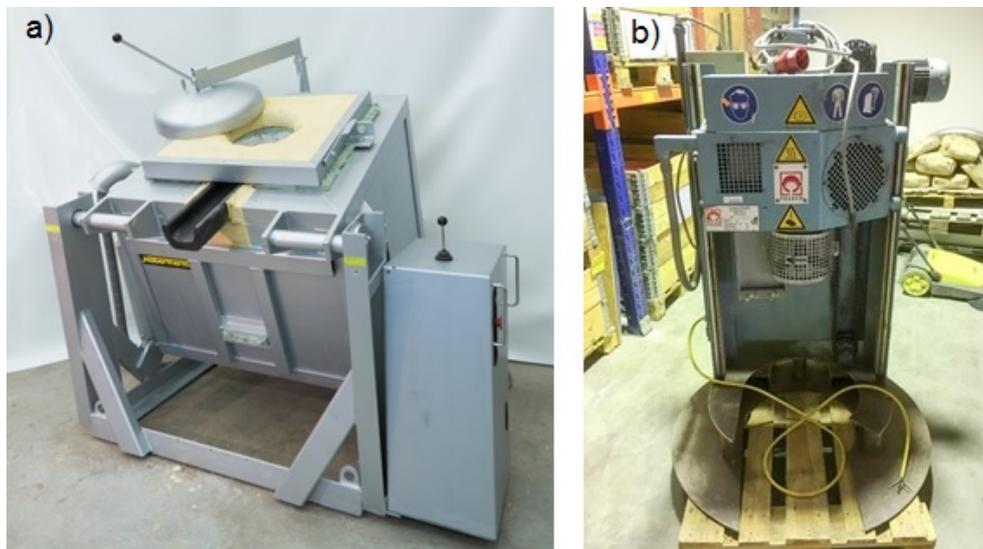


Abbildung 96: Darstellung des Versuchsequipments a) Widerstandskipptiegelofen zur Erschmelzung der Legierungselemente [154] und b) Impeller zur Schmelzeentgasung

Die Reihenfolge der Legierungselemente bei der Zugabe:

1. Aluminium (Al)
2. Kupfer (Cu)
3. Chrom und Mangan (Cr+Mn)
4. Zirkon (Zr)
5. Silizium und Eisen (Si+Fe)
6. Magnesium (Mg)
7. Zink (Zn)
8. Titanborid (Ti_5B_4)

Die Prozessführung wurde wie folgt festgelegt und durchgeführt:

- Es erfolgte ein Vorheizen des Widerstandsofens auf 760 °C. Damit wird einerseits eine Trocknung des Tiegels und der Schlichte ermöglicht und andererseits wird für die Versuche ein bestimmter Wärmeinhalt garantiert.
- Danach erfolgt die Zugabe der vorbereiteten Aluminiummasseln in den Tiegel, wobei die Ofentemperatur auf 800 °C eingestellt wird. Die ungefähre Einschmelzdauer bei dieser Temperatur beträgt in etwa drei Stunden. Sobald das enthaltene Aluminium vollständig aufgeschmolzen ist, muss die Ofentemperatur auf 780 °C zurückreguliert werden. Ab einer Schmelzetemperatur von 730 °C erfolgt in regelmäßigen Abständen die Temperaturmessung mittels Thermoelement und ab diesem Wert kann mit dem Legierungsvorgang begonnen werden.
- Kupfer wurde in Form von Granalien zugegeben. Zur besseren Vermengung in der Schmelze empfiehlt es sich allerdings, diese in Alufolie zu wickeln und mit Hilfe einer Chargierglocke unter das Schmelzbad zu tauchen.
- Ab dem jetzigen Zeitpunkt kann beinahe alle zehn bis 15 Minuten ein weiteres Legierungselement hinzugegeben werden.
- Die Chrom- und Manganzusätze wurden ebenfalls in Alufolie gepackt und mittels Chargierglocke eingeschmolzen.
- Die Chargierung von Zirkon erfolgte per Hand.
- Die Zugabe von Silizium und Eisen fand nach dem gleichen Schema wie bei Chrom und Mangan statt. Hierbei ist zu beachten, dass die Chargierungen auf die Legierung abgestimmt wurden.
- Das Legieren von Magnesium bedarf besonderer Maßnahmen. In Abhängigkeit von der vorliegenden Form (Pulver, Vorlegierung oder ähnliches) muss zwischen verschiedenen Chargiermethoden gewählt werden. Bei Pulver ist ein Verpacken in Alufolie sowie das Eintauchen in die Schmelze notwendig, da andernfalls aufgrund der geringen Dichte von Mg dieses an die Oberfläche gelangt und dort oxidiert oder sogar unter starker Flammenbildung verbrennt. Die Variante als Vorlegierung (z. B. $\text{Al}_{92}\text{Mg}_8$) stellt die beste Methode dar, um den Magnesiumverlust beim Legierungsvorgang zu minimieren. Auch hierbei ist das Einbringen in das Schmelzbad nach Möglichkeit mit einer Chargierglocke oder ähnlichem Gießereiequipment vorzunehmen.
- Als vorletztes Legierungselement wird Zink zugegeben. Hierbei ist zu beachten, dass die Zeit zwischen dem Legieren und dem Abguss so gewählt wird, dass einerseits genug Zeit zum Lösen in der Schmelze bleibt, andererseits darf diese jedoch auch nicht zu lange festgesetzt werden, da andernfalls Zink aus der Schmelze entweicht.

Trotz der hohen Dichte von $7,19 \text{ g/cm}^3$ empfiehlt es sich, dieses Metall ebenfalls unter die Schmelze zu tauchen.

- Ti als letztes Element dient in Form von AlTi_5B_1 zur Kornfeinung. Die Vorlegierung wird ohne Hilfsmittel chargiert.
- Die Haltezeit nach der Kornfeinung muss mindestens 30 Minuten betragen, damit die vollständige Auflösung und Wirkung gewährleistet werden kann.
- Vor der ersten Probenentnahme ist für eine ausreichende Durchmischung zu sorgen sowie die Schmelztemperatur zu messen. Liegt diese unter $730 \text{ }^\circ\text{C}$, wird ein Aufheizen durchgeführt.
- Nach Ablauf der Wartezeit erfolgt ein Abkrätzen der Schmelze und die erste Probenentnahme zur Kontrolle der chemischen Analyse. Dabei wird eine kleine Menge (ca. 50–100 g) der Schmelze entnommen und in eine separate Form für Funkenspektrometeranalyseproben gegossen und abgekühlt. Während der Analyse erfolgt die Schmelzeentgasung mittels Impeller und Grafitrohr.
- Der Impeller wird mittels Hallenkran auf den Widerstandsofen gesetzt und anschließend erfolgt der Anschluss an der Strom- und Spülgasversorgung. Als Spülgas wurde Argon (99,999) verwendet. Folgende Rahmenbedingungen wurden eingestellt:
 - Gasfluss: 14–15 Liter pro Minute
 - Druck: 2,5 bar
 - Impellerdrehzahl: ca. 100 min^{-1}
 - Entgasungszeit: 15 Minuten (bis zum Vorliegen der Analyse)
- Vor dem Eintauchen des Grafitrohres in das Schmelzebad muss sichergestellt werden, dass der Gasfluss aktiviert und die Drehbewegung für eine laminare Strömung eingestellt wurde, da andernfalls flüssiges Metall in die Gasflussbohrungen des Impellers gelangt, dort erstarrt oder verklumpt, sodass das Spülgas nicht mehr ungehindert durchfließen kann. Bei Missachtung der Reihenfolge muss der Impeller mit hoher Wahrscheinlichkeit erneuert werden.
- Auf Basis der chemischen Analyse wird die zusätzliche Haltezeit bestimmt, um bei zu geringen Elementgehalten ein weiteres Auflösen oder ein weiteres Nachlegieren zu ermöglichen. Bei zu hohen Gehalten wurde die Schmelze mit Reinaluminium verdünnt.
- Bei positiver Beurteilung der chemischen Analyse wird der Impeller aus der Metallschmelze entfernt, danach die Drehbewegung und nach ungefähr einer Minute auch die Spülgaszufuhr abgeschaltet. Damit kann eine Verschließung der Gasbohrungen mit Metall unterbunden werden.

- Nach der Entfernung des Impellers vom Schmelzaggregat wurde der Wasserstoffgehalt mittels dem Gerät „Alspek H mini“ (Abbildung 97) in der Schmelze gemessen und die Temperatur kontrolliert. Folgende H₂-Anteile konnten nach der Entgasungsbehandlung gemessen werden:
 - Legierung A: 0,12 ml/100 g, Temperatur: 732 °C
 - Legierung B: 0,14 ml/100 g, Temperatur: 736 °C
 - Legierung C: 0,15 ml/100 g, Temperatur: 735 °C
 - Legierung D: 0,13 ml/100 g, Temperatur: 738 °C
 - Legierung E: 0,10 ml/100 g, Temperatur: 730 °C



Abbildung 97: Wasserstoffgehaltsmessgerät „Alspek H mini“

- Währenddessen wurden die auf 200 °C vorgewärmten Gießkokillen (drei Stück) aus dem Umluftofen entnommen und vor dem Kipptiegelofen positioniert.
- Im Anschluss erfolgte ein Abkrätzen der Schmelze. Unmittelbar vor dem Abguss muss zusätzlich noch ein Vorwärmen der Keramikfilter für die Gießkokillen mittels Bunsenbrenner auf ca. 800 °C (dunkelrote Färbung) erfolgen, damit ein Einfrieren der Schmelze während des Gießvorganges vermieden werden kann. Im Anschluss erfolgt der Gießvorgang.
- Aufgrund einer Ofengrößenbeschränkung war es nicht möglich, die erforderliche Menge an Schmelze für eine Kokillenfüllung zu entnehmen. Deshalb musste der Widerstandsofen gekippt und die Schmelze in den dafür vorgesehenen Schöpflöffel geleert werden. Während des gesamten Umfüllvorganges war es notwendig, auf laminare Strömung zu achten, da andernfalls grobe Oxidpartikel den Filter der Kokille verschließen könnten oder erneut Wasserstoff in die Schmelze gelangt.

- Nach dem Abguss erfolgte die Abkühlung der erzeugten Legierungen bis zum nächsten Morgen in den Kokillen. Abschließend fand die Entformung statt.

In Abbildung 98 sind stellvertretend die erzeugten Gussbarren von Legierung A abgebildet. Die hier abzulesenden Bezeichnungen „Leg A I, Leg A II und Leg A III“ bedeuten nur, dass es sich hierbei um Legierung A und den jeweils ersten, zweiten oder dritten erzeugten Barren handelt (interne Bezeichnung). Analoges gilt für alle weiteren Legierungen.



Abbildung 98: Erzeugte Gussbarren von Legierung A aus dem vergrößerten Labormaßstab

Um die Gussqualität (Poren und Korngröße) beurteilen zu können, wurden die Barren, ausgehend von den Ausformschrägen, so knapp wie möglich auf eine rechteckige Form zugeschnitten. Anschließend erfolgte ein zusätzlicher Abschnitt einer ca. 10 mm dicken Scheibe (Beizscheibe) für eine letzte Überprüfung der chemischen Zusammensetzung mittels Funkenspektrometer sowie für metallographische Analysen. Die chemische Zusammensetzung, gemessen mit insgesamt sechs Messpunkten über den Querschnitt verteilt, sowie die Bilder der abgefunkteten Scheiben der erzeugten Barren sind dem Anhang zu entnehmen. Die Beurteilung der Porengröße im Gefüge infolge des Abgusses und der Erstarrung erfolgte durch einfache fotografische Dokumentation (siehe Abbildung 99).

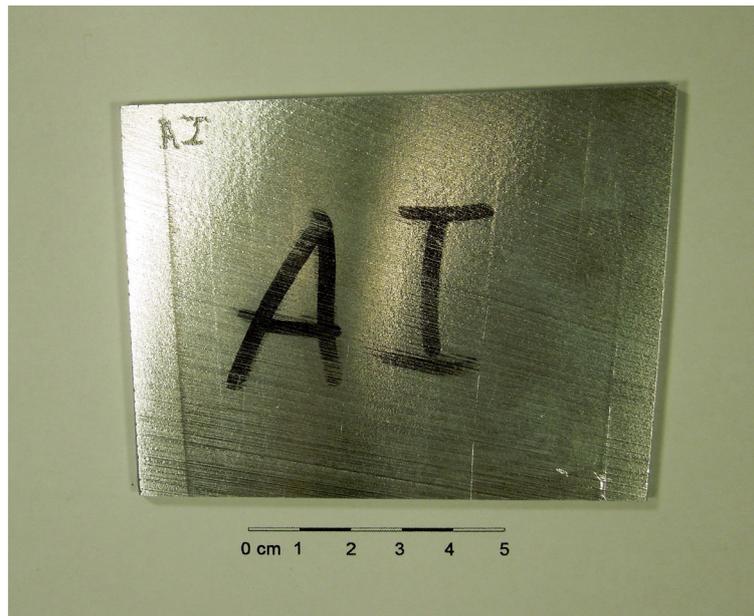


Abbildung 99: Beurteilung der Gussqualität anhand der abgetrennten Beizscheibe von Legierung A

Die ausführlich durchgeführte Dokumentation zeigte, dass vorwiegend bei Legierung B und C vereinzelt Poren auf den Beizscheiben sichtbar waren. Ob ein Zusammenhang mit dem um 0,01 bzw. 0,02 ml/100 g erhöhten Wasserstoffgehalt besteht, konnte im Rahmen der vorliegenden Untersuchungen nicht geklärt werden. Es liegt die Vermutung nahe, dass beim Abgießvorgang in Folge einer auftretenden turbulenten Strömung die Poren in den Werkstoff gelangt sind. In weiterer Folge wurde die fotografisch dokumentierte Seite der (Beiz)Scheiben metallographisch mit Diamantsuspension (1 μm) aufpoliert, für zwei Minuten in 32 %-NaOH-Lauge geätzt und abschließend die gebildete Deckschicht mit OP-S zwischen fünf und zehn Minuten durch Polieren entfernt. Da erfahrungsgemäß die Korngröße aufgrund der beginnenden Erstarrung von außen über den Querschnitt nicht konstant ist, wurden jeweils eine lichtmikroskopische Aufnahme vom Rand und der Mitte des Barrens angefertigt. In Abbildung 100 und Abbildung 101 ist eine geätzte und fertig präparierte Beizscheibe abgebildet. Bei der durchgeführten Gefügeauswertung aller Mikroskopaufnahmen konnte beobachtet werden, dass die Korngröße im Randbereich bei ca. 90 μm liegt. Der Mittenbereich weist ein leicht vergrößertes Gefüge von etwa 100 μm auf. Diesbezüglich ist auch zu erwähnen, dass vereinzelt gröbere Körner mit einer Größe von 200 μm sowie Präparationsartefakte vorliegen. Eine vollständige Übersicht der Gefügaufnahmen ist im Anhang ersichtlich. Die Evaluierung des Gefüges der erzeugten Legierungen kommt mit der ermittelten Korngröße jener der industriellen Variante sehr nahe.

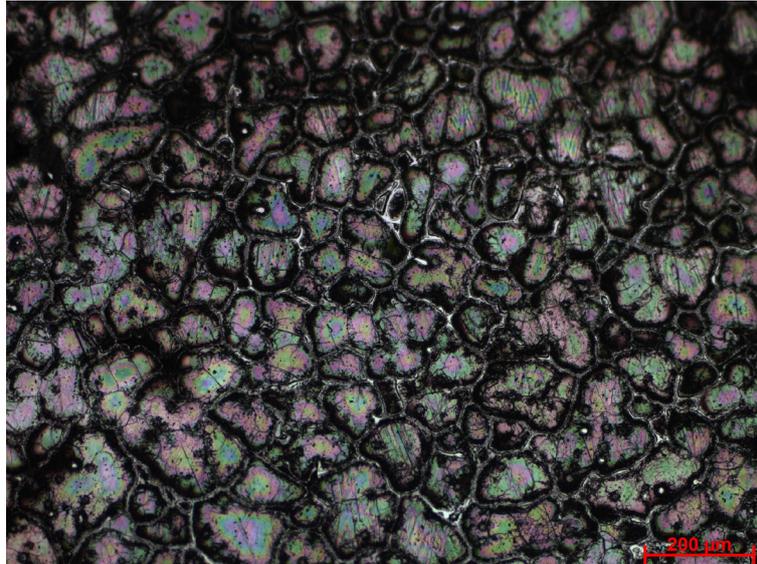


Abbildung 100: Randaufnahme der Beizscheibe von Legierung A

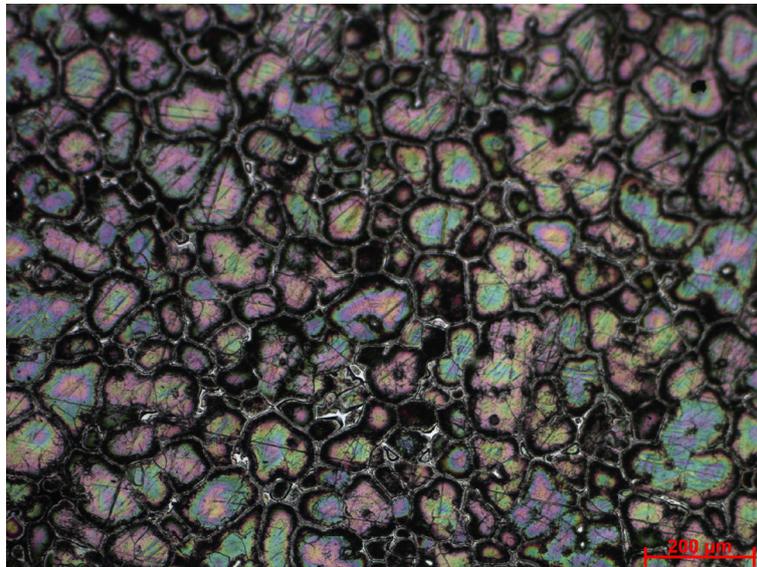


Abbildung 101: Aufnahme aus der Mitte der geätzten Beizscheibe von Legierung A

Das Ziel eines einheitlichen Konzeptes für die Werkstoffherstellung im vergrößerten Labormaßstab wurde erfolgreich getestet. Bei der Beurteilung der Verfahrensschritte sowie der Gefügequalität kann zusammengefasst werden, dass das Konzept der Legierungsherstellung mit Schmelzeentgasung im Labor reibungslos funktioniert und in adaptierter Form auf weitere Legierungen übertragbar ist.

6 Zusammenfassung und Ausblick

Das Bestreben, Werkstoffe mit verbesserten mechanischen Kennwerten einhergehend mit zumindest gleichbleibenden Korrosions- und Zähigkeitseigenschaften in der Luftfahrtbranche einzusetzen, ist nach wie vor ungebrochen. Damit würden sich einerseits die ohnehin schon hohen Sicherheiten im Flugbetrieb weiter erhöhen, andererseits könnte durch die gesteigerte Festigkeit eine Reduktion der Materialstärke vorgenommen werden, wodurch wiederum das Potenzial in Hinblick auf die Gewichtseinsparung erhöht wird. In diesem Zusammenhang kommt sehr häufig die Legierung AA7050 zum Einsatz. Im Rahmen dieser Arbeit war das Ziel, die mechanisch-dynamischen Minimalkennwerte im Luftfahrtsystem von 7xxx-Platten durch thermomechanische sowie metallurgische Verfahren anzuheben bzw. zu optimieren.

Für die Herstellung von Aluminiumknetlegierungen vom Rohstoff bis zum fertigen Produkt ist eine Vielzahl an Prozessschritten erforderlich und daher liegt das Hauptaugenmerk dieser Arbeit bei den Wärmebehandlungen sowie der chemische Zusammensetzung. Die Grundlage zur Optimierung bildete dabei die abschließende Warmauslagerung auf den Zustand T6. Es wurden entsprechend der Literatur und den veröffentlichten Patenten die unterschiedlichsten Konzepte zur Festigkeitssteigerung getestet. Da das „Interrupted Quenching“ (I.Q.) bisher nur für 6xxx-Legierungen Anwendung findet und diesbezüglich für 7xxx-Werkstoffe nur sehr selten zu finden ist, wurde diese Vorgehensweise als Optimierungsvariante herangezogen. Nach den ersten Vorversuchen hat sich gezeigt, dass das ursprünglich konzipierte Untersuchungsschema aufgrund eines Festigkeitsverlustes mit steigender Abschrecktemperatur neu gestaltet werden musste. Der aufgetretene Effekt des Aushärtepotenzialverlustes wurde durch eine mangelnde Abschreckgeschwindigkeit begründet. Infolge dessen trug die ursprüngliche Versuchsanordnung nicht zur Festigkeitssteigerung bei. Durch eine Adaptierung des Konzeptes von der Labor- auf eine industrienähere Variante, konnte dieses Problem jedoch behoben werden. Die Versuchslegierung wurde nach dem veränderten Schema anschließend an die Lösungsglühung immer mit der gleichen Abschreckrate in Wasser gequencht und sofort in eigens angefertigte, auf unterschiedliche Temperatur vorgewärmte Platten mit Längsnuten eingelegt und langsam abgekühlt. Der untersuchte Plattentemperaturbereich erstreckte sich dabei von 25 °C bis 225 °C. In Hinblick auf die mechanischen Kennwerte haben sich die Temperaturen von 100 °C und 125 °C als vielversprechend herausgestellt. Im Zugversuch konnte mit Hilfe des Verfahrens ein Festigkeitsgewinn von rund 20 MPa bei leicht gesteigerter Dehnung erzielt werden. Eine weitere Untersuchungstemperatur von 200 °C brachte die Erkenntnis, dass durch die langsame Abkühlung eine Härte erreicht wurde, die nur 8 % von der Peakhärte entfernt war, ohne dass eine zusätzliche Wärmebehandlung stattgefunden hat. Ergänzende TEM-Untersuchungen konnten die vorliegenden

Härteergebnisse durch den Vergleich der Ausscheidungsdichte bei 200 °C im Zustand I.Q. und I.Q. plus T6 bestätigen. Hierbei liegt bereits eine so hohe Anzahl an Ausscheidungen im Werkstoff vor, dass beispielsweise für Qualitäten ohne Wärmebehandlungsnorm theoretisch keine abschließende Warmauslagerung mehr stattfinden muss. Die Spannungsrisskorrosionsbeständigkeit der Proben im Endzustand T6 mit der eingeschlossenen I.Q.-Wärmebehandlung hat sich gegenüber dem konventionellen Wärmebehandlungsverfahren nicht verschlechtert.

Im zweiten Themengebiet der Dissertation wurden, ausgehend von AA7050, Legierungsvarianten durch Variation der chemischen Zusammensetzung mit unterschiedlichen Gehalten an Zn, Mg und Cu entwickelt. Auf Basis dieser Daten erfolgt durch Verwendung der thermodynamischen CALPHAD-Tools FactSage®, MatCalc und Pandat™ die Erstellung einer Vorhersage über die Homogenisierungs-, Lösungsglüh- sowie Phasenauflösungstemperaturen. Für die entwickelten Legierungen wurden verschiedenen Homogenisierungstemperaturen- und -zeiten untersucht. Mit Hilfe von metallographischer Schliffpräparationen sowie Rasterelektronenmikroskopuntersuchungen konnte der Effekt der unterschiedlichen Homogenisierungsbedingungen in Abhängigkeit von der chemischen Zusammensetzung sichtbar gemacht werden. Anschließend erfolgte durch dynamische Differenzkalorimetrie-messungen (DSC) deren (An)Schmelzpunktbestimmung („Onset“-Temperaturen). Darüber hinaus fand ein Vergleich von den Thermodynamik-Programmen untereinander statt. Dabei wurde festgestellt, dass eine Temperaturdifferenz zwischen Prognose und realer Messung im Gleichgewichtszustand von 30 °C realistisch ist, der Trend jedoch stimmt. Auf Basis der zuvor erwähnten Kleinstversuche erfolgte zusätzlich die Erarbeitung eines einheitlichen Konzeptes zur Legierungsherstellung in größerem Labormaßstab. Dazu wurden neben der Festlegung des Materialbedarfes, der Legierungsreihenfolge, der Ofentemperaturführung sowie der Entgasung der Schmelze mittels Impeller auch die Gießbedingungen ermittelt. Nach dem Abguss erfolgte die Beurteilung der erzeugten Gussbarren auf deren Homogenität und Porenbildung. Die gewonnenen Erkenntnisse aus den experimentellen Versuchen der Legierungsherstellung haben gezeigt, dass dieses Konzept eine sinnvolle semi-industrielle Legierungsherstellungsrouten mit industriell vergleichbarer Mikrostruktur ist.

Ein umfassendes Verständnis des 7xxx-Legierungssystems in Hinblick auf die Wechselwirkung der einzelnen Legierungselemente unter Miteinbeziehung einer thermomechanischen Umformung und deren Auswirkung auf die zu erwartenden Festigkeiten ist von essentieller Bedeutung. Auf Basis der bereits bisher gewonnenen Ergebnisse und Erkenntnisse aus dem Teilbereich „Interrupted Quenching“ (I.Q.) sowie aus der thermodynamischen Vorhersage mittels der CALPHAD-Software und der Legierungsherstellung bietet sich zukünftig die Möglichkeit, die neu erzeugten Werkstoffe denselben bereits durchgeführten Charakterisierungsmethoden wie für Legierung 7020 und

7050 zu unterziehen. Hierbei sollte wiederum im Besonderen auf die Messung der Härte (HBW), der Zugfestigkeit und Zähigkeit (Kerbschlagbiegeversuch, Bruchzähigkeitstests), zur Bestimmung der mechanischen Kennwerte, sowie durch Korrosionstests auf die Ermittlung der Spannungsrisskorrosionsbeständigkeit eingegangen werden. Auch eine Übertragung auf eine größere Plattendicke und die Auswirkung auf die Mikrostruktur stellt eine interessante Aufgabenstellung dar. Dabei ist die industrielle Erwartungshaltung zum neu entwickelten Werkstoff, speziell bei Legierung E, in Bezug auf erhöhte Festigkeit und Zähigkeit, entsprechend hoch. Es wäre daher wünschenswert, sichtbare Trends und Optimierungspotenziale sowohl im Bereich der Festigkeit und Zähigkeit in Hinblick auf die Produktqualität als auch bezüglich der Energie- und Fertigungskosten erfolgreich verifizieren zu können.

7 Literaturverzeichnis

- [1] Grote, K.-H. und J. Feldhusen: *Dubbel - Taschenbuch für den Maschinenbau*: Springer Verlag, Berlin Heidelberg New York, (2007).
- [2] Antrekowitsch, H.: *Vorlesungsskript zu Nichteisenmetall-Legierungen*, Montanuniversität Leoben, (2014).
- [3] Kammer, C. (Hg.): *Aluminium Taschenbuch*: Aluminium Verlag, Düsseldorf, (2002).
- [4] Ostermann, F.: *Anwendungstechnologie Aluminium*: Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, (2014).
- [5] Kolb, G. K.-H.: *Einfluss von Mikrolegierungselementen auf Aluminium-Knetlegierungen der Reihe 6xxx und 7xxx*, Bericht, Leoben, (2014).
- [6] Kolb, G. K.-H.: *Legierungselemente und Wärmebehandlungen von Aluminiumknetlegierungen der 7xxx-Serie*, Poster, Leoben, (2015).
- [7] Engmann, K.: *Technologie des Flugzeuges*: Vogel Verlag, (2008).
- [8] Mensen, H.: *Handbuch der Luftfahrt*: Springer Vieweg Verlag, Berlin Heidelberg, (2003), (2013).
- [9] Campbell, F. C.: *Manufacturing technology for aerospace structural materials*: Elsevier Science Verlag, (2011).
- [10] Altenpohl, D.: *Aluminium von Innen*: Aluminium Verlag, Düsseldorf, (1994).
- [11] Altenpohl, D. (Hg.): *Aluminium und Aluminiumlegierungen*: Springer Verlag, Berlin Heidelberg, (1965).
- [12] Krone, K. und Vereinigung Deutscher Schmelzhütten: *Aluminiumrecycling: vom Vorstoff bis zur fertigen Legierung*: Aluminium Verlag, (2000).
- [13] Alf, D.: *Einfluss von Wärmebehandlungen auf das Eigenschaftsprofil von Aluminium-Knetlegierungen der 7xxx-Serie*. Montanuniversität Leoben, Leoben, (2015), Masterarbeit.
- [14] Gottstein, G.: *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*: Springer Verlag, Berlin Heidelberg New York, (2007).
- [15] Kolb, G. K.-H. und Alf Dominique: *Literaturzusammenfassung: Zusammenstellung von unterschiedlichen Wärmebehandlungsmethoden von 7xxx-Legierungen*, Bericht, (2015).
- [16] Ratzl, R. L.: *Optimierung der mechanischen Eigenschaften von hoch- und höchstfesten AlZnMgCu-Legierungen - Textband*. Montanuniversität Leoben, Leoben, (1988), Dissertation.
- [17] Macchi, C. E. et al.: *Secondary precipitation in Al-Zn-Mg-(Ag) alloys*. *Acta Materialia*, 51 (2003), 5151–5158.
- [18] Williams, J. C. und Starke Jr., Edgar A.: *Progress in structural materials for aerospace systems*. *Acta Materialia*, 51 (2003), 5775–5799.

- [19] Mondolfo, L. F.: Aluminum Alloys: Structure and Properties: Butter Worths, Sydney-Wellington-Durban-Toronto, (1976).
- [20] Ku, M.-H. et al.: Microstructural Effects of Zn/Mg Ratio and Post Heat Treatment on Tensile Properties of Friction Stirred Process (FSP) Al-xZn-yMg Alloys. *Materials Transactions*, 53 (2012), 995–1001.
- [21] Clinch, M. R. et al.: Influence of zinc to magnesium ratio and total solute content on the strength and toughness of 7xxx series alloys. *Materials Science Forum*, 519-521 (2006), 339–344.
- [22] Goldgruber, S.: Einfluss der Mikrostruktur auf die Bruchzähigkeit der Aluminiumknetlegierung 7x75. Montanuniversität Leoben, Leoben, (2007), Diplomarbeit.
- [23] Brunner, M.: Charakterisierung von Zn-Al-Mg-Legierungen für das kontinuierliche Feuerverzinken. Montanuniversität Leoben, Leoben, (2010), Diplomarbeit.
- [24] Prillhofer, R.: Einfluss der Homogenisierung und des Lösungsglühens auf die Bruchzähigkeit von Luftfahrtplatten. Montanuniversität Leoben, Leoben, (2010), Diplomarbeit.
- [25] Heinz, A. et al.: Recent development in aluminium alloys for aerospace applications. *Materials Science and Engineering: A*, 280 (2000), 102–107.
- [26] Dursun, T. und C. Soutis: Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys. *Materials & Design*, 56 (2014), 862–871.
- [27] Skan Aluminium (Hg.): Solidification Characteristics of Aluminium Alloys, (1986).
- [28] Radlmayer, K. M.: Gefügeuntersuchungen an höchstfesten AlZnMgCu-Legierungen. Montanuniversität Leoben, Leoben, (1987), Diplomarbeit.
- [29] Sarkar, B.; M. Marek und E. A. Starke: The effect of copper content and heat treatment on the stress corrosion characteristics of Al-6Zn-2Mg-X Cu alloys. *Metallurgical Transactions A*, 12 (1981), 1939–1943.
- [30] Knight, S.: Stress Corrosion Cracking of Al-Zn-Mg-Cu Alloys. Monash Univeristy, Australien, (2008), Dissertation.
- [31] Watanabe, K. et al.: Effect of Ag and Cu Contents on the Age Hardening Behavior of Al-Zn-Mg Alloys, (2012).
- [32] Paulitsch, H.: Thermodynamische Phasen von 6xxx-Al-Legierungen. Montanuniversität Leoben, Leoben, (2008), Bakkalaureatsarbeit.
- [33] Stadler, F.: Thermodynamische Phasen von 7000-Al-Legierungen. Montanuniversität Leoben, Leoben, (2007), Bakkalaureatsarbeit.
- [34] Hyun, C.-Y. und H.-K. Kim: Fatigue properties of a modified 7075 aluminum alloy containing scandium. *Journal of Materials Science*, 45 (2010), 3067–3072.
- [35] Röyset, J.: Scandium in aluminium alloys overview: Physical metallurgy, Properties and applications. *Metallurgical Science and Technology* (2007), 11–21.

-
- [36] Desmukh, M. N.; R. K. Pandey und A. K. Mukhopadhyay: Fatigue behavior of 7010 aluminum alloy containing scandium. *Scripta Materialia*, 52 (2005), 645–650.
- [37] Watanabe, C. et al.: Low-cycle fatigue behavior and dislocation structure of an Al–Mg–Sc alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 387–389 (2004), 552–555.
- [38] Davydov, V. G. et al.: Scientific principles of making an alloying addition of scandium to aluminium alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 280 (2000), 30–36.
- [39] Galun, R. et al.: Microstructure and age-hardening effects of aluminium alloys with additions of scandium and zirconium. *Zeitschrift für Metallkunde*, 95 (2004), 1142–1146.
- [40] Austria Metall AG: Erhöhter Kundennutzen durch optimierte Wärmebehandlung von 6xxx-Blechen, AluReport 3/2009, Ranshofen, (2009).
- [41] Polmear, I. J.: Aluminium Alloys - A Century of Age Hardening. *Materials Forum*, 28 (2004).
- [42] Lim, S. T.; I. S. Eun und S. W. Nam: Control of Equilibrium Phases (M,T,S) in the modified aluminum alloy 7175 for thick forging applications. *Materials Transactions*, 44 (2003), 181–187.
- [43] Milkereit, B. et al.: Isothermal Time-Temperature-Precipitation Diagram for an Aluminum Alloy 6005A by In Situ DSC Experiments. *Materials*, 7 (2014), 2631–2649.
- [44] Milkereit, B. et al.: Continuous cooling precipitation diagrams of Al–Mg–Si alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 550 (2012), 87–96.
- [45] Rometsch, P. A.; Y. Zhang und S. Knight: Heat treatment of 7xxx series aluminium alloys—Some recent developments. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 24 (2014), 2003–2017.
- [46] Starink, M. J. et al.: Predicting the quench sensitivity of Al-Zn-Mg-Cu alloys: A model for linear cooling and strengthening. *Materials & Design*, 88 (2015), 958–971.
- [47] Yang, B. et al.: Continuous cooling precipitation diagram of aluminium alloy AA7150 based on a new fast scanning calorimetry and interrupted quenching method. *Materials Characterization*, 120 (2016), 30–37.
- [48] Zhang, Y. et al.: Development of continuous cooling precipitation diagrams for aluminium alloys AA7150 and AA7020. *Journal of Alloys and Compounds*, 584 (2014), 581–589.
- [49] Zhang, Y. et al.: Precipitation of a new platelet phase during the quenching of an Al-Zn-Mg-Cu alloy. *Scientific Reports*, 6 (2016), 23109.
- [50] Zohrabyanz, D. et al.: Continuous cooling precipitation diagram of high alloyed Al-Zn-Mg-Cu 7049A alloy. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 24 (2014), 2018–2024.
- [51] Milkereit, B.: Kontinuierliche Zeit-Temperatur-Ausscheidungs-Diagramme von Al-Mg-Si-Legierungen. Universität Rostock, Rostock, (2011), Dissertation.
-

-
- [52] Acer, E. et al.: Effect of heat treatment on the microstructures and mechanical properties of Al-5.5Zn-2.5Mg alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 662 (2016), 144–156.
- [53] LI, J.-f. et al.: Mechanical properties, corrosion behaviors and microstructures of 7075 aluminium alloy with various aging treatments. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 18 (2008), 755–762.
- [54] Kolb, G. K.-H.: 7xxx-Platten mit hoher Festigkeit, *AluReport 1/2017*, Ranshofen, (2017).
- [55] Lang, P. et al.: Thermo-kinetic prediction of metastable and stable phase precipitation in Al-Zn-Mg series aluminium alloys during non-isothermal DSC analysis. *Journal of Alloys and Compounds*, 609 (2014), 129–136.
- [56] Deschamps, A.; F. Livet und Y. Bréchet: Influence of predeformation on ageing in an Al-Zn-Mg alloy-I. Microstructure evolution and mechanical properties. *Acta Materialia*, 47 (1998), 281–292.
- [57] Kolb, G. K.-H. et al.: Differential Scanning Calorimetry and Thermodynamic Predictions-A Comparative Study of Al-Zn-Mg-Cu Alloys. *Metals*, 6 (2016), 180.
- [58] Berg, L. et al.: GP-zones in Al-Zn-Mg alloys and their role in artificial aging. *Acta Materialia*, 49 (2001), 3443–3451.
- [59] Hansen, V. et al.: Precipitates, zones and transitions during aging of Al-Zn-Mg-Zr 7000 series alloy. *Materials Science and Technology*, 20 (2004), 185–193.
- [60] Sha, G. und A. Cerezo: Characterization of precipitates in an aged 7xxx series Al alloy. *Surface and Interface Analysis*, 36 (2004), 564–568.
- [61] Schmuck, C. et al.: Quantitative analysis of GP zones formed at room temperature in a 7150 Al-based alloy. *Applied Surface Science*, 87-88 (1995), 228–233.
- [62] Chen, J. et al.: Investigation of precipitation behavior and related hardening in AA 7055 aluminum alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 500 (2009), 34–42.
- [63] Li, X. M. und Starink M. J.: Identification and analysis of intermetallic phases in overaged Zr-containing and Cr-containing Al-Zn-Mg-Cu alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 509 (2011), 471–476.
- [64] Vasudevan, A. K., Doherty R. D. (Hg.): *Aluminum Alloys-Contemporary Research and Applications*: Elsevier Verlag, (1989).
- [65] Starke, E. A.: *Heat-Treatable Aluminum Alloys*, (1989).
- [66] Yang, W. et al.: Investigation of mechanical and corrosion properties of an Al-Zn-Mg-Cu alloy under various ageing conditions and interface analysis of η' precipitate. *Materials & Design* (2015).
- [67] Nicolas, M. und A. Deschamps: Characterisation and modelling of precipitate evolution in an Al-Zn-Mg alloy during non-isothermal heat treatments. *Acta Materialia*, 51 (2003), 6077–6094.
-

-
- [68] Ferragut, R.; A. Somoza und A. Dupasquier: On the two-step ageing of a commercial Al - Zn - Mg alloy; a study by positron lifetime spectroscopy. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 8 (1996), 8945.
- [69] Totten, G. E. und D. S. MacKenzie: *Handbook of Aluminum*: Macel Dekker, Inc., New York Basel, (2003).
- [70] Aye, Shwe Wut Hmon; K. T. Lwin und Oo, Waing Waing Kay Khine: The Effect of Ageing Treatment of Aluminum Alloys for Fuselage Structure-Light Aircraft. *World Academy of Science, Engineering and Technology*, 2 (2008), 615–618.
- [71] Chemingui, M. et al.: Characterization of the mechanical properties changes in an Al–Zn–Mg alloy after a two-step ageing treatment at 70° and 135 °C. *Materials & Design*, 31 (2010), 3134–3139.
- [72] Deschamps, A. und Y. Bréchet: Influence of quench and heating rates on the ageing response of an Al–Zn–Mg–(Zr) alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 251 (1998), 200–207.
- [73] Jiang, J. T. et al.: Non-isothermal ageing of an Al-8Zn-2Mg-2Cu alloy for enhanced properties. *Journal of Materials Processing Technology* (2015), -.
- [74] Stiller, K. et al.: Investigation of precipitation in an Al–Zn–Mg alloy after two-step ageing treatment at 100° and 150°C. *Materials Science and Engineering: A*, 270 (1999), 55–63.
- [75] Xu, D. K.; N. Birbilis und P. A. Rometsch: The effect of pre-ageing temperature and retrogression heating rate on the strength and corrosion behaviour of AA7150. *Corrosion Science*, 54 (2012), 17–25.
- [76] Buha, J.; R. N. Lumley und A. G. Crosky: Secondary ageing in an aluminium alloy 7050. *Materials Science and Engineering: A*, 492 (2008), 1–10.
- [77] Jiang, F. et al.: Characterizing precipitate evolution of an Al–Zn–Mg–Cu-based commercial alloy during artificial aging and non-isothermal heat treatments by in situ electrical resistivity monitoring. *Materials Characterization*, 117 (2016), 47–56.
- [78] Wu, L.-M. et al.: Characterization of precipitate evolution in an artificially aged Al–Zn–Mg–Sc–Zr alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 527 (2010), 1068–1073.
- [79] Li, X. und M. J. Starink: *Analysis of Precipitation and Dissolution in Overaged 7xxx Aluminium Alloys Using DSC*: Trans Tech Publications, (2000).
- [80] Li, X.-M. und M. J. Starink: The Effect of Compositional Variations on the Characteristics of Coarse Intermetallic Particles in Overaged 7xxx Al Alloys. *Materials Science and Technology*, 17 (2001), 1324–1328.
- [81] Li, X. M. und M. J. Starink: DSC Study on Phase Transitions and Their Correlation with Properties of Overaged Al-Zn-Mg-Cu Alloys. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 21 (2012), 977–984.
-

-
- [82] Starink, M. J. und S. C. Wang: A model for the yield strength of overaged Al–Zn–Mg–Cu alloys. *Acta Materialia*, 51 (2003), 5131–5150.
- [83] Guo, Z.; G. Zhao und X.-G. Chen: Effects of two-step homogenization on precipitation behavior of Al₃Zr dispersoids and recrystallization resistance in 7150 aluminum alloy. *Materials Characterization*, 102 (2015), 122–130.
- [84] Papazian, J. M.: Effect of two-stage aging on microstructure of 7075 aluminum alloys, Report, US, (1981).
- [85] Baldantoni, A.: On the microstructural changes during the retrogression and re-aging of 7075 type aluminium alloys. *Materials Science and Engineering*, 72 (1985), L5 - L8.
- [86] Feng, C. et al.: Retrogression and re-aging treatment of Al-9.99%Zn-1.72%Cu-2.5%Mg-0.13%Zr aluminum alloy. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 16 (2006), 1163–1170.
- [87] Li, W.-B. et al.: Microstructure and mechanical properties of Al-Zn-Cu-Mg-Sc-Zr alloy after retrogression and re-aging treatments. *Journal of Central South University of Technology*, 18 (2011), 279–284.
- [88] Liu, D. et al.: In situ studies of microstructure evolution and properties of an Al–7.5Zn–1.7Mg–1.4Cu–0.12Zr alloy during retrogression and reaging. *Materials & Design*, 56 (2014), 1020–1024.
- [89] Marlaud, T. et al.: Evolution of precipitate microstructures during the retrogression and re-ageing heat treatment of an Al–Zn–Mg–Cu alloy. *Acta Materialia*, 58 (2010), 4814–4826.
- [90] Naeem, H. T. und K. S. Mohammed: Retrogression and Re-Aging of Aluminum Alloys (AA 7075) containing Nickel. *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, 8 (2013), 1621–1632.
- [91] Park, J. K.: Influence of retrogression and reaging treatments on the strength and stress corrosion resistance of aluminium alloy 7075-T6. *Materials Science and Engineering: A*, 103 (1988), 223–231.
- [92] Peng, G.-S. et al.: Influence of dual retrogression and re-aging temper on microstructure, strength and exfoliation corrosion behavior of Al–Zn–Mg–Cu alloy. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 22 (2012), 803–809.
- [93] Reda, Y.; R. Abdel-Karim und I. Elmahallawi: Improvements in mechanical and stress corrosion cracking properties in Al-alloy 7075 via retrogression and reaging. *Materials Science and Engineering: A*, 485 (2008), 468–475.
- [94] University of Dayton Research Institute: Retrogression and Re-Aging of Aluminum, Report,
- [95] Viana, F. et al.: Retrogression and re-ageing of 7075 aluminium alloy: microstructural characterization. *Journal of Materials Processing Technology*, 92–93 (1999), 54–59.
-

-
- [96] Wang, Y. L. et al.: Effect of retrogression and reaging treatment on the microstructure and fatigue crack growth behavior of 7050 aluminum alloy thick plate. *Materials & Design*, 55 (2014), 857–863.
- [97] Xiao, Y.-p. et al.: Influence of retrogression and re-aging treatment on corrosion behaviour of an Al–Zn–Mg–Cu alloy. *Materials & Design*, 32 (2011), 2149–2156.
- [98] Rout, P. K.; M. M. Ghosh und K. S. Ghosh: Effect of Interrupted Ageing on Stress Corrosion Cracking (SCC) Behaviour of an Al-Zn-Mg-Cu Alloy. *Procedia Materials Science*, 5 (2014), 1214–1223.
- [99] Sun, Y. et al.: Residual stress relief in Al–Zn–Mg–Cu alloy by a new multistage interrupted artificial aging treatment. *Materials & Design* (2015), -.
- [100] Chen, Y.; M. Weyland und C. R. Hutchinson: The effect of interrupted aging on the yield strength and uniform elongation of precipitation-hardened Al alloys. *Acta Materialia*, 61 (2013), 5877–5894.
- [101] Lumley, R. N.; I. J. Polmear und A. J. Morton: Interrupted aging and secondary precipitation in aluminium alloys. *Materials Science and Technology*, 19 (2003), 1483–1490.
- [102] Emani, S. V. et al.: Double aging and thermomechanical heat treatment of AA7075 aluminum alloy extrusions. *Journal of Materials Science*, 44 (2009), 6384–6391.
- [103] Shuey, R. T. et al.: Toughness after Interrupted Quench. *Materials Science Forum*, 519-521 (2006), 1017–1022.
- [104] Chobaut, N. et al.: Quench induced residual stress prediction in heat treatable 7xxx aluminium alloy thick plates using Gleeble interrupted quench tests. *Journal of Materials Processing Technology*, 222 (2015), 373–380.
- [105] Pogatscher, S. et al.: Influence of interrupted quenching on artificial aging of Al–Mg–Si alloys. *Acta Materialia*, 60 (2012), 4496–4505.
- [106] Lumley, R.; I. Polmear und A. Morton: Heat treatment of age hardenable aluminium alloys utilising secondary precipitation. US20050076977 A1 (2001).
- [107] Staley, J. T. und M. Tiryakioglu: The use of TTP curves and quench factor analysis for property prediction in aluminum alloys. *Advances in the Metallurgy of Aluminum Alloys* (2001), 6–15.
- [108] Deutsches Institut für Normung e. V.: Metallische Werkstoffe - Härteprüfung nach Brinell - Teil 1: Prüfverfahren. DIN EN ISO 6506-1:1999.
- [109] Lehrstuhl für Nichteisenmetallurgie: Universalhärteprüfgerät EMCO-M4C-025-G3. Internet: <https://www.nichteisenmetallurgie.at/ausstattung-2/>, (Zugriff: 16.02.2017).
- [110] Deutsches Institut für Normung e. V.: Metallische Werkstoffe - Zugversuch - Teil 1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur. DIN EN ISO 6892-1:2009-11.
- [111] Deutsches Institut für Normung e. V.: Prüfung metallischer Werkstoffe - Zugproben. DIN 50125:2009-07.
-

-
- [112] Lehrstuhl für Nichteisenmetallurgie: Zwick/Roell Z100. Internet: <https://www.nichteisenmetallurgie.at/ausstattung-2/>, (Zugriff: 16.02.2017).
- [113] Deutsches Institut für Normung e. V.: Kunststoffe - Bestimmung der Charpy-Schlageigenschaften - Teil 2: Instrumentierte Schlagzähigkeitsprüfung. DIN EN ISO 179-2:2012-06.
- [114] Deutsches Institut für Normung e. V.: Metallische Werkstoffe - Bestimmung der Bruchzähigkeit (ebener Dehnungszustand). 12737:2011-04.
- [115] ASTM International: Standard Practice for Exposure of Metals and Alloys by Alternate Immersion in Neutral 3.5 % Sodium Chloride Solution. G44.
- [116] Struers GmbH: Tegramin 30. Internet: <http://bit.ly/2mafG4g>, (Zugriff: 10.02.2017).
- [117] Struers GmbH: LectoPol-5. Internet: <http://bit.ly/2mVVOCh>, (Zugriff: 10.02.2017).
- [118] Lehrstuhl für Nichteisenmetallurgie: Zeiss Stereomikroskop Discovery V12. Internet: <https://www.nichteisenmetallurgie.at/ausstattung-2/>, (Zugriff: 16.02.2017).
- [119] Lehrstuhl für Nichteisenmetallurgie: Zeiss Auflichtmikroskop Axio Imager M1m. Internet: <https://www.nichteisenmetallurgie.at/ausstattung-2/>, (Zugriff: 16.02.2017).
- [120] Nelis, T.; R. Payling und R. S. o. Chemistry: Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy: A Practical Guide: Royal Society of Chemistry, (2003).
- [121] Lehrstuhl für Nichteisenmetallurgie: SPEKTROMAXx Funkenspektrometer. Internet: <https://www.nichteisenmetallurgie.at/ausstattung-2/>, (Zugriff: 16.02.2017).
- [122] Reimer, L. und G. Pfefferkorn: Raster-Elektronenmikroskopie: Springer Verlag, (2013).
- [123] Lehrstuhl für Nichteisenmetallurgie: Rasterelektronenmikroskop Jeol JSM-IT300LV. Internet: <https://www.nichteisenmetallurgie.at/ausstattung-2/>, (Zugriff: 16.02.2017).
- [124] Williams, D. B. und C. B. Carter: Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science: Springer Verlag, (2009).
- [125] Tecnai: F20. Internet: <http://bit.ly/2mKTz82>, (Zugriff: 10.02.2017).
- [126] Frick, A. und C. Stern: DSC-Prüfung in der Anwendung: Carl Hanser, München Wien, (2006).
- [127] Höhne, G. W. H.; W. F. Hemminger und H.-J. Flammersheim: Differential Scanning Calorimetry: Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, (2003).
- [128] Scheiber, S.: Einfluss von Legierungselementen auf das Eigenschaftsprofil von Aluminium-Knetwerkstoffen der 7xxx-Serie. Montanuniversität Leoben, Leoben, (2015), Masterarbeit.
- [129] Kaufman, L. und H. Bernstein: Computer Calculation of Phase Diagrams: With Special Reference to Refractory Metals: Academic Press, (1970).
- [130] Mallik, A. K.: Computer calculations of phase diagrams. Bulletin of Materials Science, 8 (1986), 107–121.
- [131] Saunders, N. und A. P. Miodownik: CALPHAD (Calculation of Phase Diagrams): A Comprehensive Guide: Elsevier Science, (1998).
-

-
- [132] Turchi, P. et al.: CALPHAD and Alloy Thermodynamics: TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), (2002).
- [133] Lukas, H. L.; S. G. Fries und B. Sundman: Computational thermodynamics: the CALPHAD method: Cambridge University Press, (2007).
- [134] Kattner, U. R.: The thermodynamic modeling of multicomponent phase equilibria. JOM, 49 (1997), 14–19.
- [135] dos Santos, I. A. et al.: Thermodynamic modeling of the LiF–YF₃ phase diagram. Journal of Crystal Growth, 360 (2012), 172–175.
- [136] Luo, A. A.: Material design and development: From classical thermodynamics to CALPHAD and ICME approaches. Calphad, 50 (2015), 6–22.
- [137] Bale, C. W. et al.: FactSage thermochemical software and databases. Calphad, 26 (2002), 189–228.
- [138] CompuTherm LLC: Software package for calculating phase diagrams and thermodynamic properties of multi-component alloys. Internet: <http://www.computherm.com>, (Zugriff: 21.05.2016).
- [139] Saunders, N. und A. P. Miodownik: CALPHAD (calculation of phase diagrams): Pergamon, Oxford, New York, (1998).
- [140] Kozeschnik, E.; K. Janssens und C. Bataille: Modeling Solid-State Precipitation: Momentum Press, New York, (2013).
- [141] Janssens, K. et al.: Computational Materials Engineering: Elsevier Verlag, (2007).
- [142] Hillert, M.: Partial Gibbs energies from Redlich-Kister polynomials. Thermochemica Acta, 129 (1988), 71–75.
- [143] Das, K. N. et al.: Regression alternative to the redlich–kister equation in the determination of the excess partial molar volumes of the constituents in a binary mixture. Physics and Chemistry of Liquids, 42 (2004), 89–94.
- [144] Kolb, G. K.-H. et al.: Effect of Interrupted Quenching on Al-Zn-Mg-Cu Alloys. In: Ratvik, A. P. (Hg.): Light Metals 2017. Cham: Springer Verlag, 385–389.
- [145] YANG, R.-x. et al.: Multistage-aging process effect on formation of GP zones and mechanical properties in Al–Zn–Mg–Cu alloy. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 26 (2016), 1183–1190.
- [146] Deschamps, A. et al.: Influence of cooling rate on the precipitation microstructure in a medium strength Al–Zn–Mg alloy. Materials Science and Engineering: A, 501 (2009), 133–139.
- [147] Lumley, R. N.; I. J. Polmear und A. J. Morton: Temper Developments Using Secondary Ageing. Materials Forum, 28 (2004), 85–95.
- [148] Lumley, R. N.; I. J. Polmear und A. J. Morton: Development of mechanical properties during secondary aging in aluminium alloys. Materials Science and Technology, 21 (2005), 1025–1032.
-

- [149] Indutherm Erwärmungsanlagen GmbH: Indutherm MU 700. Internet:
<http://bit.ly/2mVXVWo>, (Zugriff: 16.02.2017).
- [150] Winkler, S.: Einfluss von Legierungselementen auf das Eigenschaftsprofil von 7050-Aluminium-Knetlegierungen. Montanuniversität Leoben, Leoben, (2016),
Bachelorarbeit.
- [151] Shu, W. X. et al.: Solidification Paths and Phase Components at High Temperatures of High-Zn Al-Zn-Mg-Cu Alloys with Different Mg and Cu Contents. Metallurgical and Materials Transactions A, 46 (2015), 5375–5392.
- [152] Eivani, A. R.; J. Zhou und J. Duszcyk: Microstructural Evolution During the Homogenization of Al-Zn-Mg Aluminum Alloys, (2011).
- [153] Robson, J. D.: Optimizing the homogenization of zirconium containing commercial aluminium alloys using a novel process model. Materials Science and Engineering: A, 338 (2002), 219–229.
- [154] Lehrstuhl für Nichteisenmetallurgie: Kipptiegelofen Nabertherm K20/13. Internet:
<https://www.nichteisenmetallurgie.at/ausstattung-2/>, (Zugriff: 16.02.2017).

8 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1:	Überblick zu den Verfestigungsmechanismen in Legierungen [13].....	4
Abbildung 2:	Schematische Darstellung einer Versetzungsansammlung an einer Korngrenze [14].....	5
Abbildung 3:	Versetzungsansammlung an einer Korngrenze in rostfreiem Stahl [14].....	6
Abbildung 4:	Schematische a) und reale Aufnahme b) eines Schneidvorganges von Teilchen durch Versetzungen [14].....	7
Abbildung 5:	Schematische a) und reale Aufnahme b) des Orowan-Mechanismus mit Versetzungsring [14].....	7
Abbildung 6:	Erforderlicher Spannungsbetrag $\Delta\tau$ in Abhängigkeit vom Teilchendurchmesser d ; $\Delta\tau_S$... Spannungsbetrag für den Schneidmechanismus, $\Delta\tau_O$... Spannungsbetrag für den Orowan-Mechanismus, d_{krit} ... kritischer Teilchendurchmesser [3].....	7
Abbildung 7:	Zugfestigkeitsbereiche technisch wichtiger Aluminium-Knetlegierungen [2, 3, 5].....	9
Abbildung 8:	Zustandsbezeichnungen für aushärtbare Al-Legierungen [3, 5].....	10
Abbildung 9:	Binäres System Al-Zn [3, 19].....	11
Abbildung 10:	Festigkeits- und Aushärtungseffekt in Abhängigkeit vom Zn- und Mg-Gehalt bei Al-Zn-Mg-Legierungen. Sofort nach dem Lösungsglühen bei 450 °C und Abschrecken (a); zusätzlich drei Monate kaltausgelagert (b); Aushärtungseffekt (Festigkeitsanstieg=Differenz zwischen a und b); — 1,2 % Mg; --- 2,5 % Mg (c) [3, 19].....	12
Abbildung 11:	Wirkung des Kupfergehaltes (0-2,1 Gew.-%) auf das Spannungsrissskorrosions-Verhalten einer „peak-aged (T6)“ teilrekristallisierten Platte mit 6 % Zn und 2 % Mg nach [29, 30].....	14
Abbildung 12:	Auswirkungen des Zn/Mg-Verhältnisses bis zum Versagen der Zugproben (schraffiert). Ternäre Al-Zn-Mg-Legierung im gleichen Alterungszustand und (grau) Al-Zn-Mg-Cu-Legierung im T6-Zustand nach [30].....	14
Abbildung 13:	Festigkeitseinfluss in Abhängigkeit vom Zink- und Magnesiumanteil bei 7xxx-Legierungen [3, 11].....	15
Abbildung 14:	Festigkeitseinfluss von Zn auf die erreichbaren mechanischen Eigenschaften bei Cu-haltigen Al-Legierungen der 7xxx-Serie [3].....	15
Abbildung 15:	Klassischer Wärmebehandlungszyklus für allgemein ausscheidungshärtbare Aluminiumknetlegierungen [4].....	17

Abbildung 16:	Einfluss der Verformung auf das Aushärtepotenzial von AA7075 bei Raumtemperatur und 150 °C [4].....	18
Abbildung 17:	Aushärteschema eines Zweistoffsystems; L... Lösungsglüh-temperatur, A...Abschrecktemperatur, W...Warmauslagerungstemperatur [3].....	20
Abbildung 18:	ZTU-Schaubild für Bleche aus 7075-T6 und 7050-T76 [4].....	21
Abbildung 19:	Entwicklung des Härteverlaufes einer Cu-freien 7xxx-Legierung (AA7020); 1 Wasserabschreckung, 2 Luftabkühlung, 3 abgeschreckt [3]	23
Abbildung 20:	Bestimmung der kritischen Abkühlgeschwindigkeit einer hoch- und niedrig-legierten Aluminiumknetlegierung der 7xxx-Serie nach [48].....	23
Abbildung 21:	Kontinuierliche Abkühl-Ausscheidungsdiagramme (CCP) für AA7150 (a) und AA7020 (b) nach [48].....	24
Abbildung 22:	Arten von Ausscheidungen in aushärtbaren Aluminiumlegierungen [4]	24
Abbildung 23:	Aushärteverlauf von AA7075 zwischen RT und 100 °C	26
Abbildung 24:	Warmauhärteverlauf von AA7075 zwischen 120 °C und 220 °C [4].....	27
Abbildung 25:	Schematische Darstellung der „Retgression- and Reageing-Wärmebehandlung“ nach [89]	28
Abbildung 26:	Schematische Darstellung der unterbrochenen Warmauslagerung nach [101].....	29
Abbildung 27:	T6I6-Wärmebehandlung von AA7050 und deren Auswirkung auf die maximale Härte (T6I6...strichlierte Linien, T6...volle Linie) nach [101]	29
Abbildung 28:	Schematisches Prozessschema der zweifachen Warmauslagerung nach [102].....	30
Abbildung 29:	Zeiteinsparung bei der zweistufigen Auslagerung gegenüber der Standardvariante ohne Verlust an Härte nach [102]	31
Abbildung 30:	Mögliches Prozessschema des „Interrupted Quenchings (I.Q.)“	31
Abbildung 31:	Zeit-Temperatur-Eigenschafts-Diagramm für AA7075 im Zustand T6 nach [107].....	32
Abbildung 32:	Technologische Eigenschaften durch I.Q. von AA7085: a) Streckgrenze und b) Zähigkeit nach [103].....	32
Abbildung 33:	Universalhärteprüfgerät EMCO-M4C-025-G3 [109]	34
Abbildung 34:	Schemenhafte Darstellung der Härteeindrücke über die gesamte Probe.....	35
Abbildung 35:	Zugprüfmaschine Zwick/Roell Z100 [112].....	35
Abbildung 36:	a) Halbautomatische Schleif- und Poliermaschine Struers Tegramin 30 und b) elektrolytische Ätz- und Poliereinheit LectroPol-5 [116, 117]	37
Abbildung 37:	a) Stereomikroskop Zeiss Discovery V12 und b) vollmotorisiertes Auflichtmikroskop Zeiss Axio Imager M1m [118, 119].....	37
Abbildung 38:	Funkenspektrometer der Firma SPECTROMAXx [121]	38
Abbildung 39:	Rasterelektronenmikroskop Jeol JSM-IT300-LV mit EDX-Analyse [123]	39

Abbildung 40:	Transmissionselektronenmikroskop Tecnai F20 [125]	40
Abbildung 41:	Schematische Darstellung einer DSC-Messzelle [126].....	41
Abbildung 42:	Mögliche auftretende Effekte während einer DSC-Messung [126].....	41
Abbildung 43:	Exotherme Ausschläge während der DSC-Messungen von AA7175 nach [42].....	42
Abbildung 44:	Entnahmeposition der Proben aus dem 40 mm dicken Plattenversuchsmaterial	44
Abbildung 45:	Ausgangsgeometrie zur Herstellung von ½-CT-Proben (Angaben in mm)...	45
Abbildung 46:	Fertig entworfene Plattengeometrie samt Probe für die Zähigkeitsmessungen	46
Abbildung 47:	Versuchsschema für das „Interrupted Quenching“ bei der Legierung AA7050	46
Abbildung 48:	a) Draufsicht bei der Platte mit Nuten, in welche die Proben eingelegt werden, b) eingefräste Nuten in der Versuchsplatte zur Einlage der Proben [144].....	47
Abbildung 49:	Temperaturaufzeichnung einer Lösungsglühung und Abschreckung auf erhöhte Temperatur von AA7050 bei Messung an verschiedenen Positionen der Probe.....	48
Abbildung 50:	Abkühlung der Proben von erhöhter Abschrecktemperatur für AA7050 (Messung der Temperatur in der Platte).....	49
Abbildung 51:	Konzept des Abschreckens auf erhöhte Temperatur für Legierung AA7020	49
Abbildung 52:	Temperaturerfassung bei der Lösungsglühbehandlung von AA7020.....	50
Abbildung 53:	Temperaturverlauf der Probe an unterschiedlichen Stellen bei einer langsamen Abkühlung von erhöhter Abschrecktemperatur – Legierung AA7020	51
Abbildung 54:	Warmaushärteverlauf von AA7050 nach der Abschreckung auf erhöhte Temperatur als Funktion der Aushärtezeit, Trend abnehmender Härtewerte mit steigender Abschrecktemperatur	52
Abbildung 55:	Ergebnisse der Zugprüfung der ersten Versuche als Funktion der abnehmenden Festigkeit mit steigender Abschrecktemperatur von AA7050, Trend abnehmender Festigkeiten mit steigender Abschrecktemperatur	53
Abbildung 56:	Härtewerte nach drei Tagen Kaltaushärtung von AA7020 in Abhängigkeit von der Abschrecktemperatur.....	54
Abbildung 57:	Härtewerte nach der zweistufigen Warmauslagerung auf zuvor unterschiedlich abgeschreckte Temperaturen–Legierung AA7020	55

Abbildung 58:	Verminderte Abschreckgeschwindigkeit von der Lösungsglüh- auf erhöhte Temperatur bei Legierung 7050, erkennbar an dem flachen Kurvenverlauf und der Zeit bis zum Erreichen der gewünschten Quenchtemperatur	56
Abbildung 59:	Gemessene Abschreckgeschwindigkeiten und Temperaturverlauf im Ölbad verglichen mit der Wasserabschreckung für Legierung 7050	56
Abbildung 60:	Adaptierter Untersuchungsablauf für weitere Wärmebehandlungsversuche von Legierung 7050 [144]	58
Abbildung 61:	Überarbeitetes Versuchsschema für die niedriglegierte Vergleichsvariante 7020	58
Abbildung 62:	Temperaturverlauf bei der Lösungsglühbehandlung und Abschreckung im Wasserbad nach der Konzeptüberarbeitung von 7050	59
Abbildung 63:	Temperaturverlauf bei der Wiedererwärmung und Abkühlung in den Platten von der Abschrecktemperatur 200 °C und 225 °C für Legierung 7050	59
Abbildung 64:	Härtewerte nach Abschreckung auf unterschiedliche Temperatur und langsamer Abkühlung in der Platte für 7050 ohne Kaltauslagerung.....	60
Abbildung 65:	Entwicklung der Härtezunahme während der einwöchigen Kaltauslagerung als Funktion von unterschiedlichen Abschrecktemperaturen für Werkstoff 7050.....	61
Abbildung 66:	Härteverlauf während der Warmauslagerung bei 125 °C mit 24 Stundenpeak von Werkstoff 7050 in Abhängigkeit von unterschiedlichen I.Q.-Temperaturen.....	62
Abbildung 67:	Detailauszug aus Abbildung 66 des Härteverlaufes der wichtigsten I.Q.-Temperaturen während der Warmauslagerung bei 125 °C mit 24 Stundenpeak für den Werkstoff 7050	63
Abbildung 68:	Extrapolierter Härteverlauf von Werkstoff 7050 bei 125 °C ohne eines Wertes bei 24 Stunden in Abhängigkeit von unterschiedlichen Abschrecktemperaturen	64
Abbildung 69:	Ermittelte Dehngrenze aus dem Zugversuch für verschiedene Abschrecktemperaturen von Legierung 7050	65
Abbildung 70:	Bruchdehnungen aus dem Zugversuch für verschiedene Abschrecktemperaturen von Legierung 7050	66
Abbildung 71:	Ergebnisse aus dem instrumentierten Kerbschlagbiegetest als Funktion unterschiedlicher I.Q.-Temperaturen für Legierung 7050.....	67
Abbildung 72:	TEM-Aufnahme der Referenzprobe von Werkstoff 7050, 40.000x.....	68

Abbildung 73:	a) Ausscheidungen nach Abschreckung in Wasser und Kaltauslagerung, b) Abschreckung in Wasser, Kalt- und Warmauslagerung; Legierung 7050, 320.000-fache Vergrößerung.....	69
Abbildung 74:	a) I.Q. bei 200 °C inkl. siebentägiger Kaltauslagerung, b) „I.Q.“ bei 200 °C inkl. siebentägiger Kalt- und abschließender Warmauslagerung; 320.000-fache Vergrößerung für Werkstoff 7050.....	70
Abbildung 75:	Plättchenartige Ausscheidung in drei unterschiedlichen Orientierungen bei der auf 200 °C abgeschreckten Probe – Legierung 7050.....	70
Abbildung 76:	Entwicklung der Härte während einer sechsmonatigen Kaltauslagerung in Abhängigkeit von der unterschiedlichen Abschrecktemperatur für die Legierung 7050	72
Abbildung 77:	Härteverlauf nach neun Monaten Kaltauslagerung in Abhängigkeit von der unterschiedlichen Abschrecktemperatur für die Legierung 7050.....	73
Abbildung 78:	Härtewert von Legierung 7020 nach dreitägiger Kaltauslagerung in Abhängigkeit von unterschiedlichen Abschrecktemperaturen.....	74
Abbildung 79:	Verlauf der Härte von AA7020 während der zweistufigen Warmauslagerung in Abhängigkeit von den untersuchten Abschrecktemperaturen	76
Abbildung 80:	Thermodynamische Berechnung hinsichtlich der Phasen in Abhängigkeit von der Temperatur für Versuchslegierung D mit FactSage®.....	80
Abbildung 81:	Thermodynamische Berechnung hinsichtlich der Phasen in Abhängigkeit von der Temperatur für Versuchslegierung D mit MatCalc	80
Abbildung 82:	Thermodynamische Berechnung hinsichtlich der Phasen in Abhängigkeit von der Temperatur für Versuchslegierung D mit Pandat™	81
Abbildung 83:	Darstellung des Induktionstiegelofens der Fa. Indutherm, MU 700 [149]	82
Abbildung 84:	Darstellung der Abguss-Formen a) Stahlgießform, b) „Opticast“-Form und c) Kupferblock [150].....	82
Abbildung 85:	Vergleich der DSC-Messungen in Abhängigkeit von unterschiedlichen Erstarrungsgeschwindigkeiten bei der Legierung D; hellblau...langsam erstarrt, weinrot...„Opticast“, grün...schnell erstarrt (Kupferblock).....	83
Abbildung 86:	Diskussion der „Onset“-Auswertung bei DSC-Messungen zur Bestimmung von (An)Schmelztemperaturen [57].....	84
Abbildung 87:	Bestimmung der Anschmelztemperatur von Legierung D im Gusszustand; Opticast	85
Abbildung 88:	Schemenhafte Darstellung der unterschiedlichen Temperaturmesspunkte auf dem mittleren Rost im Umluftkammerofen.....	87
Abbildung 89:	Anordnung der Proben bei der ersten Homogenisierungsvariante im Umluftkammerofen	88

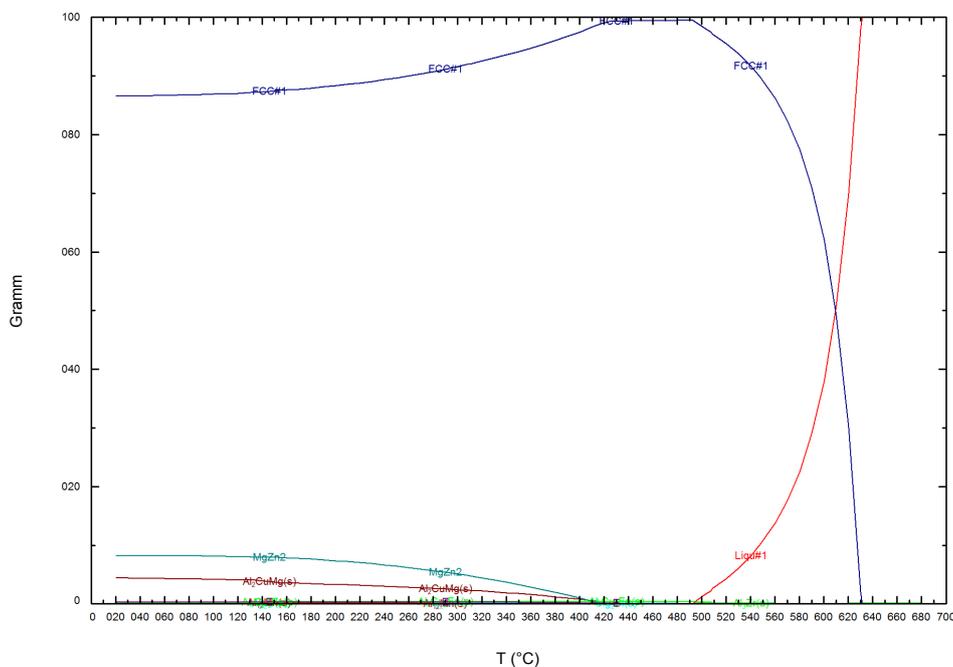
Abbildung 90:	Homogenisierungskurve bei 465 °C für 8 Stunden mit nachfolgender Ofenabkühlung.....	89
Abbildung 91:	DSC-Messung der ersten Homogenisierung von Legierung A in Abhängigkeit von der chemischen Zusammensetzung.....	90
Abbildung 92:	REM-Analyse der Legierung A. a) Gusszustand und b) homogenisiert 465 °C, 8 h.....	91
Abbildung 93:	REM-Analyse der Legierung E a) Gusszustand und b) homogenisiert 465 °C, 8 h.....	92
Abbildung 94:	Gefügevergleich von Legierung D nach der ersten (a) und zweiten (b) Homogenisierungsvariante; a) Homogenisierung 465 °C, 8 h b) 470 °C und 24 h.....	93
Abbildung 95:	Gefügebild von Legierung C nach der ersten (a) und zweiten (b) Homogenisierungsvariante a) 470 °C, 24 h und b) 470 °C, 48 h.....	94
Abbildung 96:	Darstellung des Versuchsequipments a) Widerstandskipptiegelofen zur Erschmelzung der Legierungselemente [154] und b) Impeller zur Schmelzeentgasung.....	96
Abbildung 97:	Wasserstoffgehaltsmessgerät „Alspek H mini“	99
Abbildung 98:	Erzeugte Gussbarren von Legierung A aus dem vergrößerten Labormaßstab.....	100
Abbildung 99:	Beurteilung der Gussqualität anhand der abgetrennten Beizscheibe von Legierung A.....	101
Abbildung 100:	Randaufnahme der Beizscheibe von Legierung A.....	102
Abbildung 101:	Aufnahme aus der Mitte der geätzten Beizscheibe von Legierung A.....	102

9 Tabellenverzeichnis

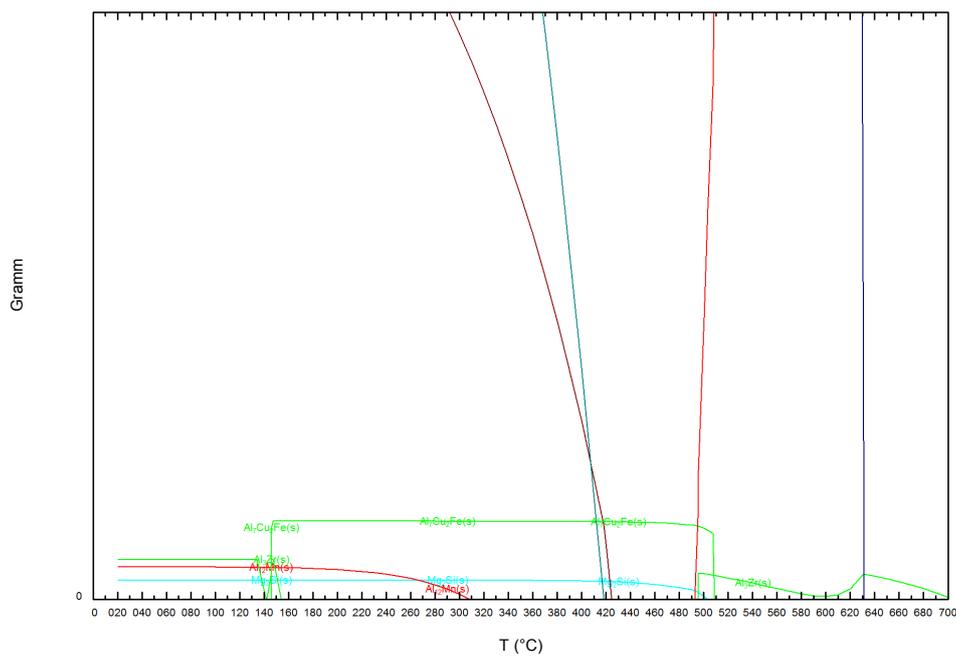
Tabelle 1:	Darstellung der Wärmebehandlungskonzepte für Aluminiumknetlegierungen nach [15].....	9
Tabelle 2:	Warmauslagerungsbedingungen für 7xxx-Legierungen nach [3, 4]	20
Tabelle 3:	Abkühlgeschwindigkeiten im Temperaturbereich zwischen 400 °C und 290 °C [4, 43, 44]	21
Tabelle 4:	Kennwerte aus dem Zugversuch der ersten Serie	53
Tabelle 5:	Zusammenfassung der mechanischen Kennwerte der untersuchten Abschrecktemperaturen für den Werkstoff 7050.....	66
Tabelle 6:	Chemische Zusammensetzung (gew.-%) der Basislegierung AA7050 nach DIN EN 573.3	78
Tabelle 7:	Thermodynamisch prognostizierte Anmelztemperaturen in Abhängigkeit vom Software-Programm	79
Tabelle 8:	Ergebnisse der DSC-Messungen von Legierung A bis E im Zustand „as cast“	85
Tabelle 9:	Ergebnisse der Homogenisierungsbehandlung bei 465 °C, 8 Stunden für die Versuchslegierungen	91
Tabelle 10:	Ergebnisse der Homogenisierungsbehandlung bei 470 °C, 24 Stunden für die untersuchten Legierungsvarianten.....	93
Tabelle 11:	Auswertung der Homogenisierung bei 470 °C, 48 Stunden für die untersuchten Legierungsvarianten.....	94
Tabelle 12:	Menge an Legierungselementen für den erweiterten Labormaßstab	96

10 Anhang

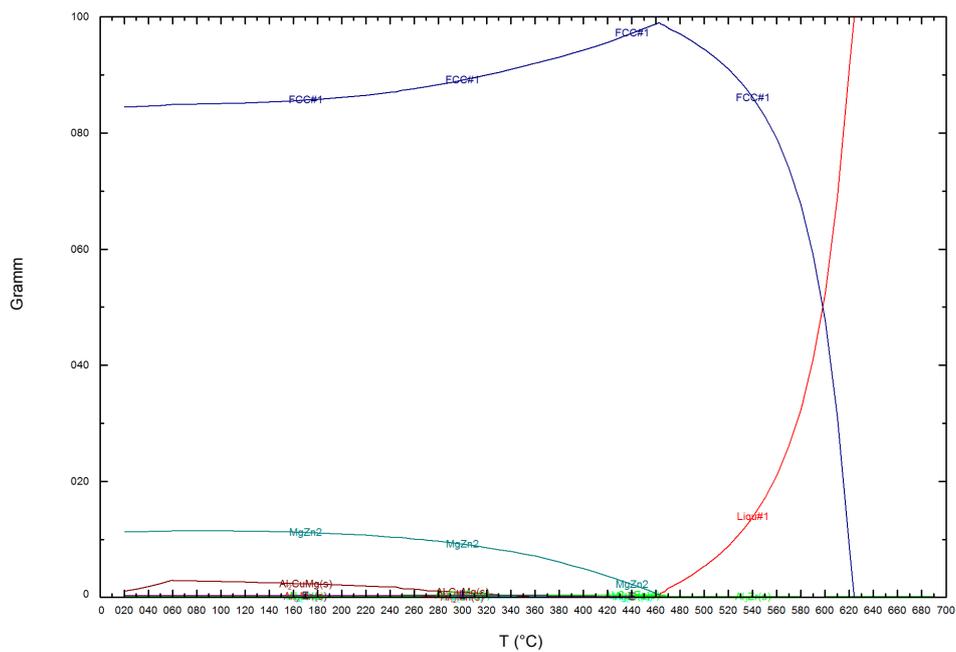
10.1 Thermodynamische Berechnungen mit FactSage®



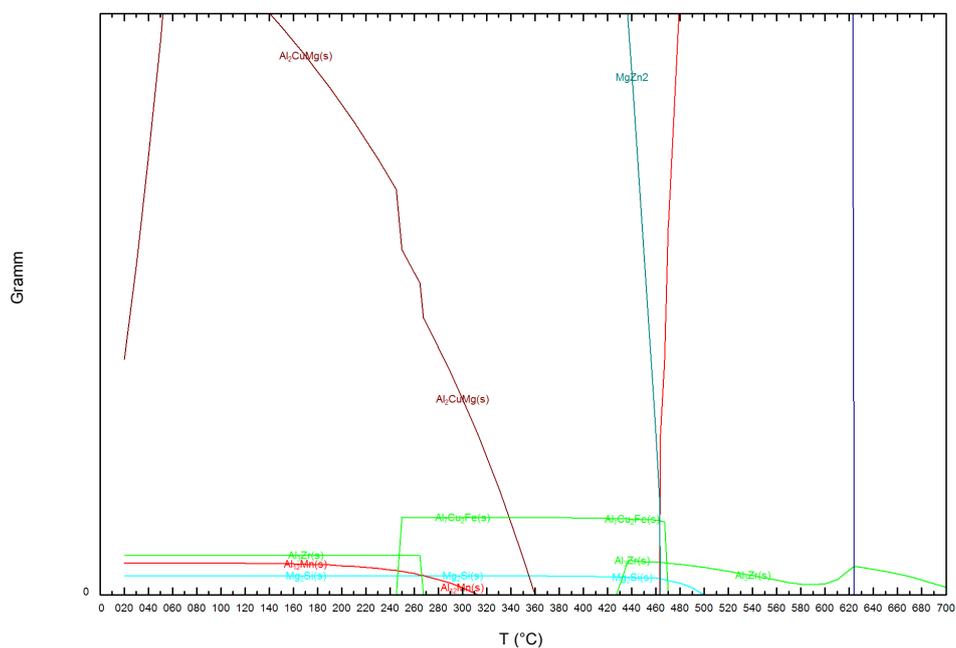
Anhang 1: Thermodynamische Berechnung von Versuchslegierung A mit FactSage®



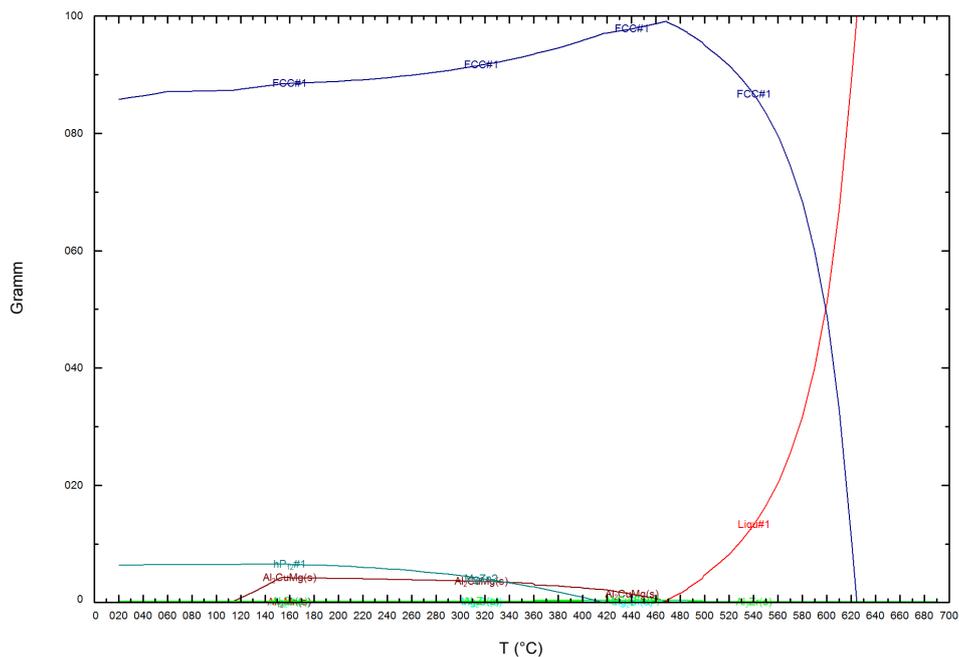
Anhang 2: Detailaufnahme von Versuchslegierung A mit FactSage®



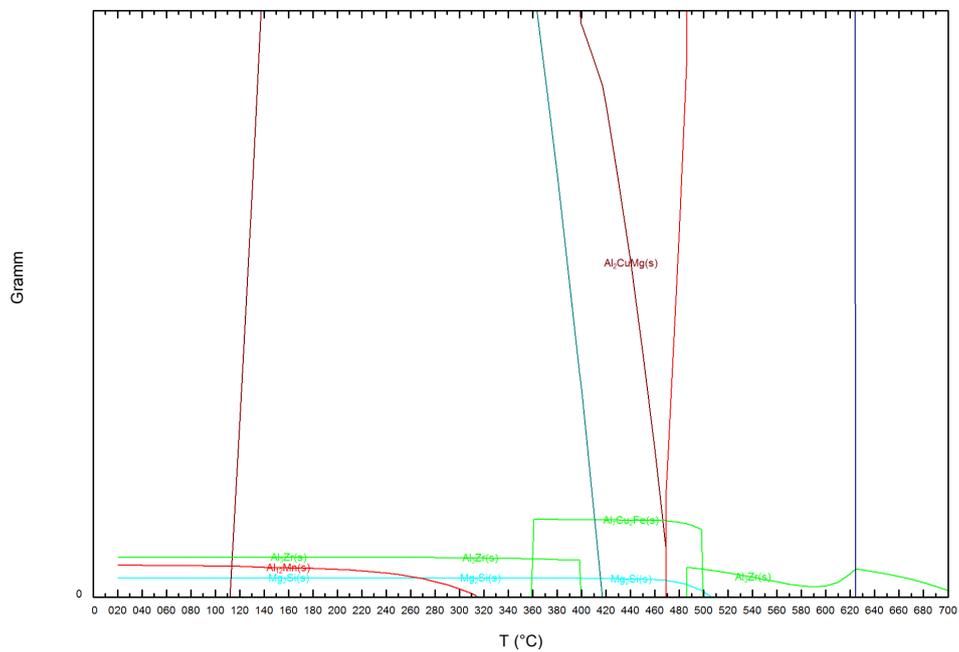
Anhang 3: Thermodynamische Berechnung von Versuchslegierung B mit FactSage®



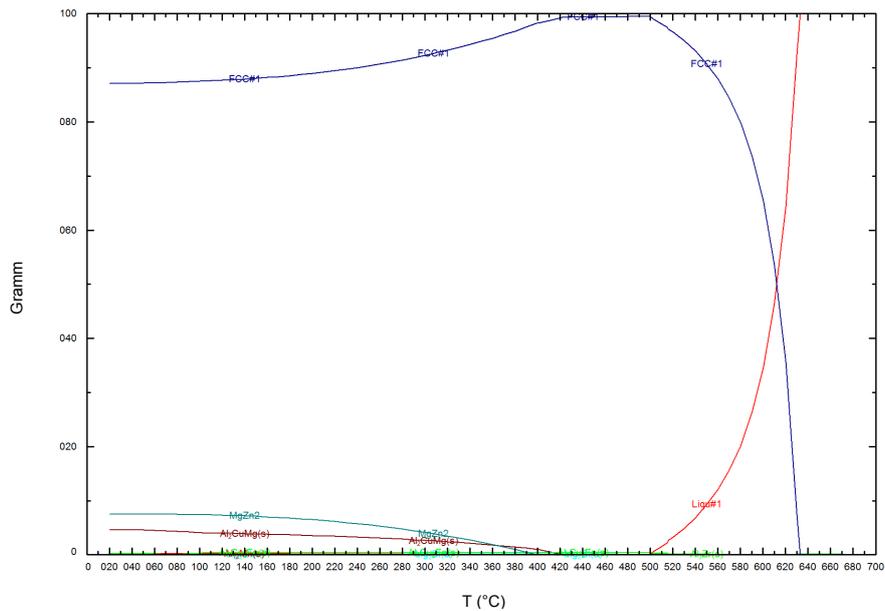
Anhang 4: Detailaufnahme von Versuchslegierung B mit FactSage®



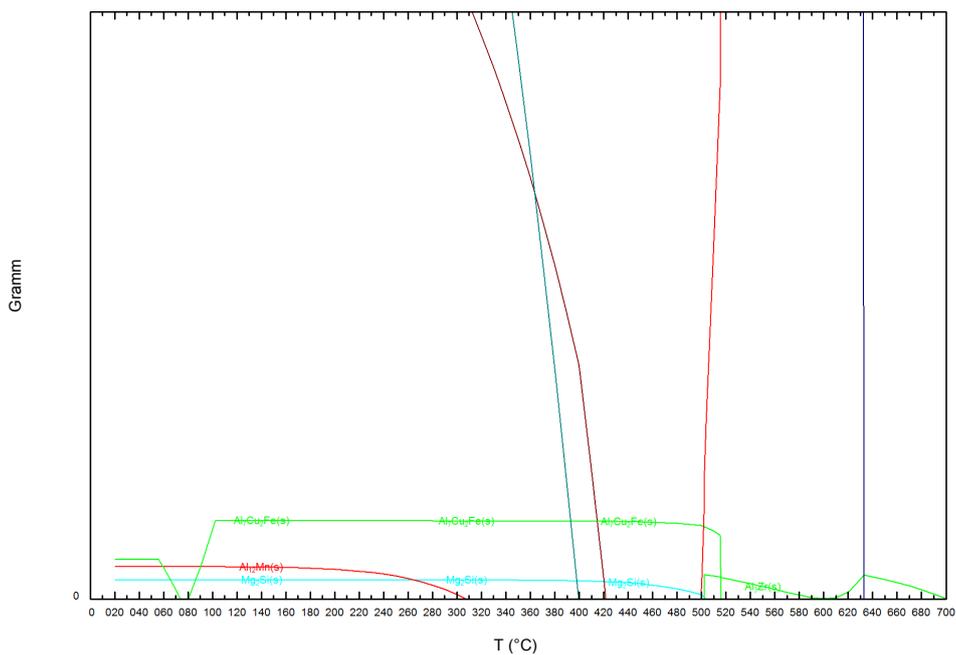
Anhang 5: Thermodynamische Berechnung von Versuchslegierung C mit FactSage®



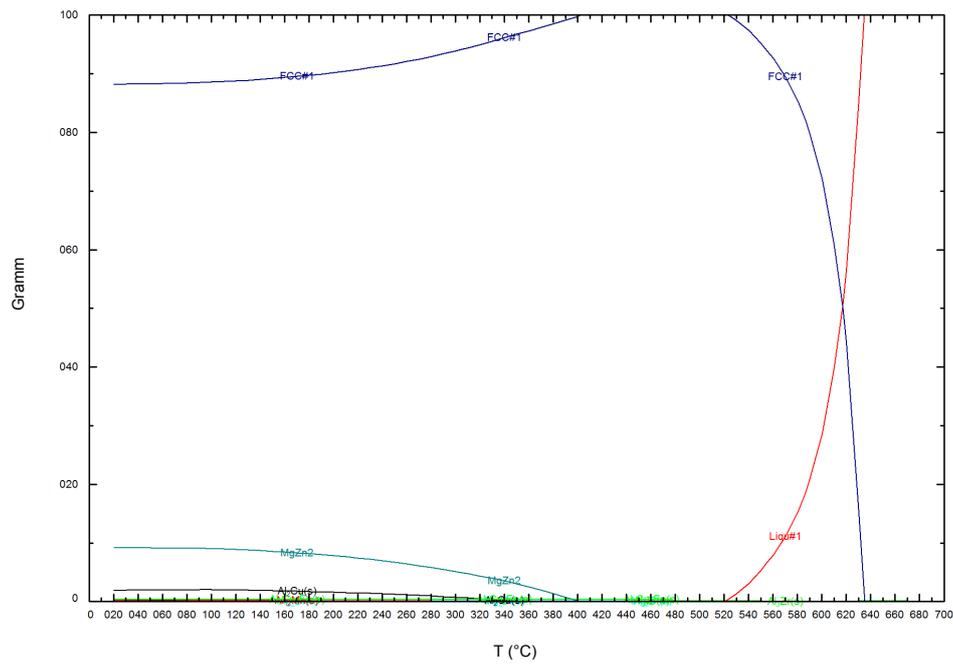
Anhang 6: Detailaufnahme von Versuchslegierung C mit FactSage®



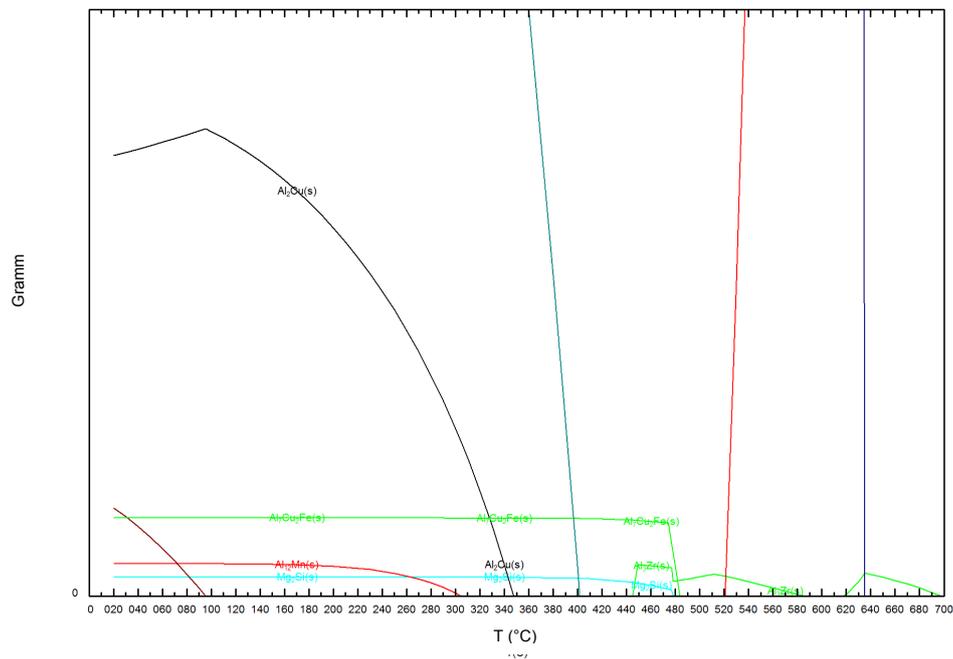
Anhang 7: Thermodynamische Berechnung von Versuchslegierung D mit FactSage®



Anhang 8: Detailaufnahme von Versuchslegierung D mit FactSage®

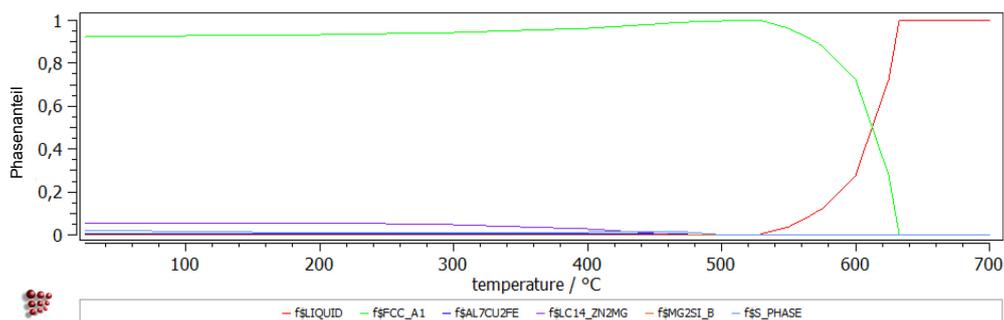


Anhang 9: Thermodynamische Berechnung von Versuchslegierung E mit FactSage®

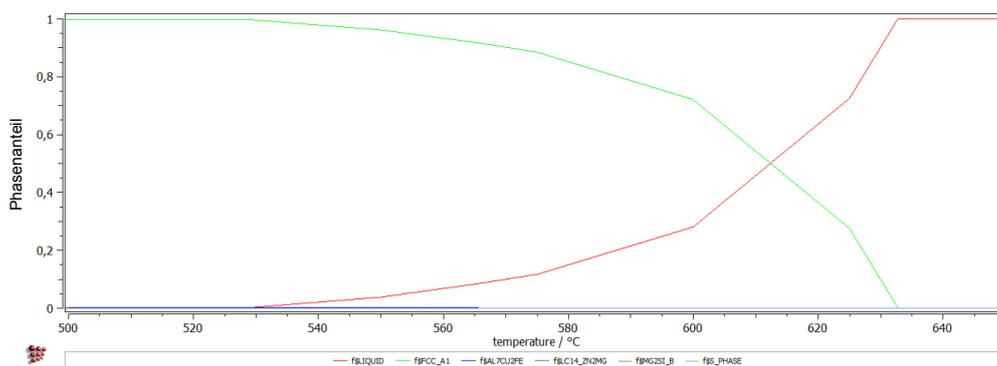


Anhang 10: Detailaufnahme von Versuchslegierung E mit FactSage®

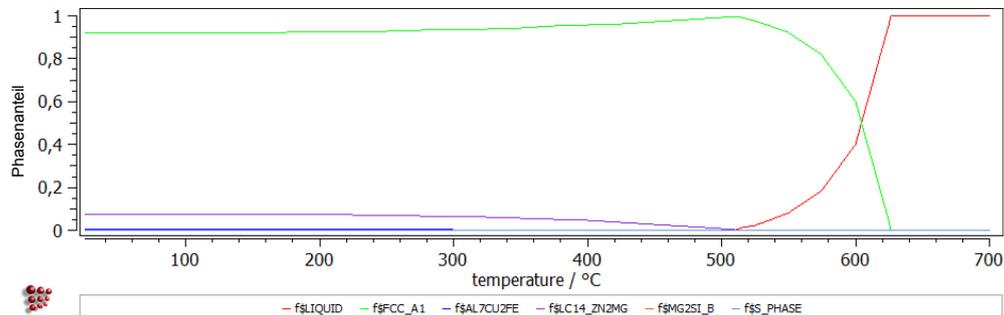
10.2 Thermodynamische Berechnungen mit MatCalc



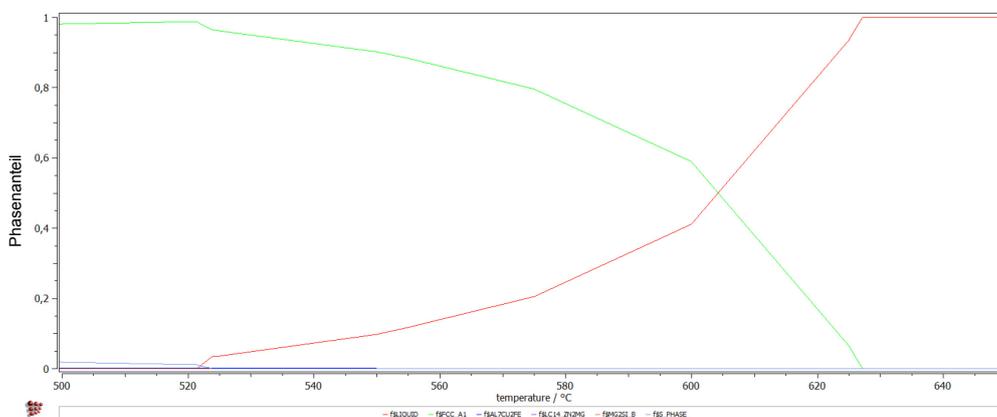
Anhang 11: Thermodynamische Berechnung von Versuchsliegung A mit MatCalc



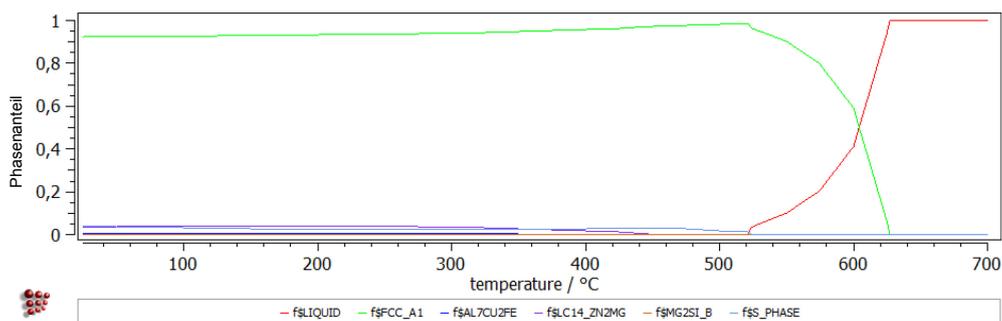
Anhang 12: Detailaufnahme der Berechnung von Versuchsliegung A mit MatCalc



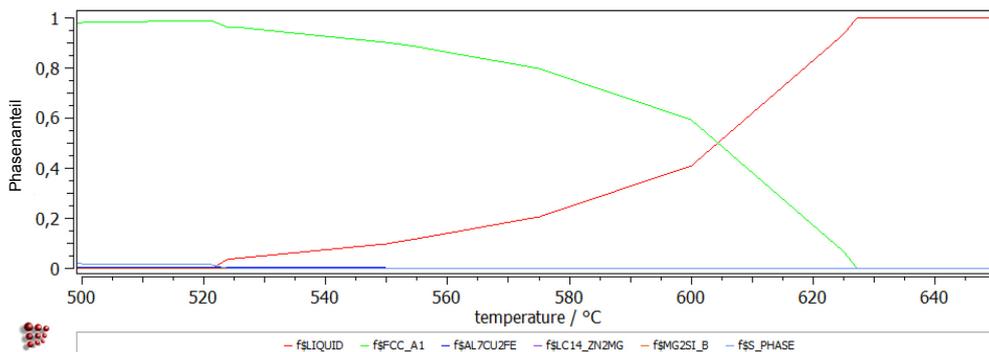
Anhang 13: Thermodynamische Berechnung von Versuchsliegung B mit MatCalc



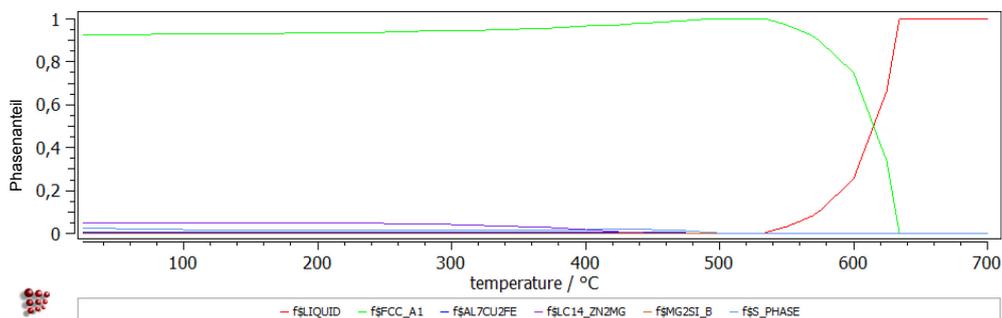
Anhang 14: Detailaufnahme der Berechnung von Versuchsliegung B mit MatCalc



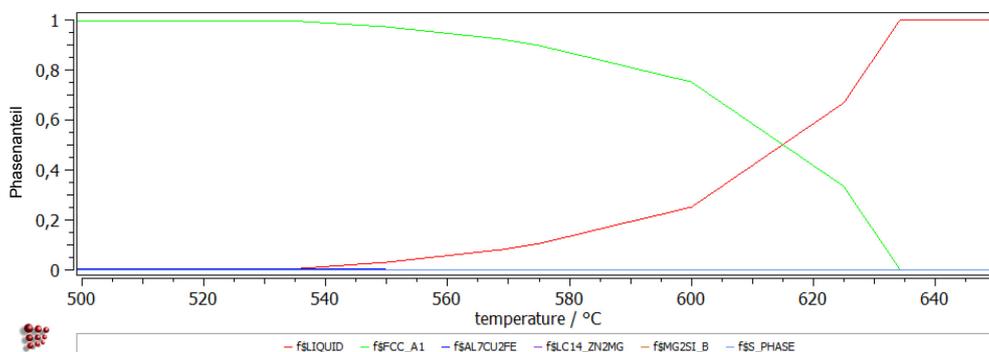
Anhang 15: Thermodynamische Berechnung von Versuchslegierung C mit MatCalc



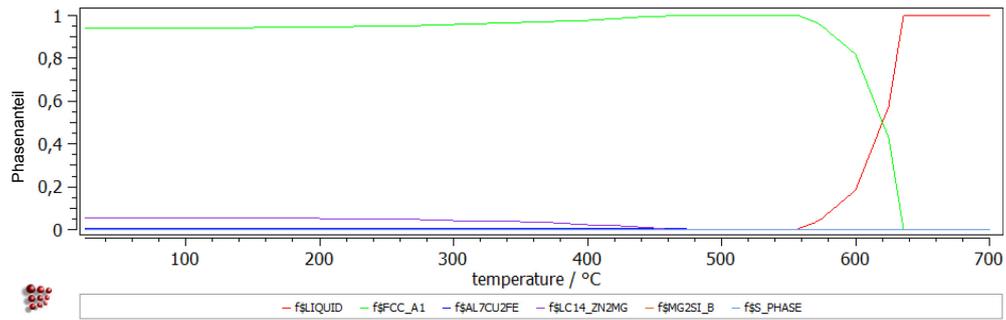
Anhang 16: Detailaufnahme der Berechnung von Versuchslegierung C mit MatCalc



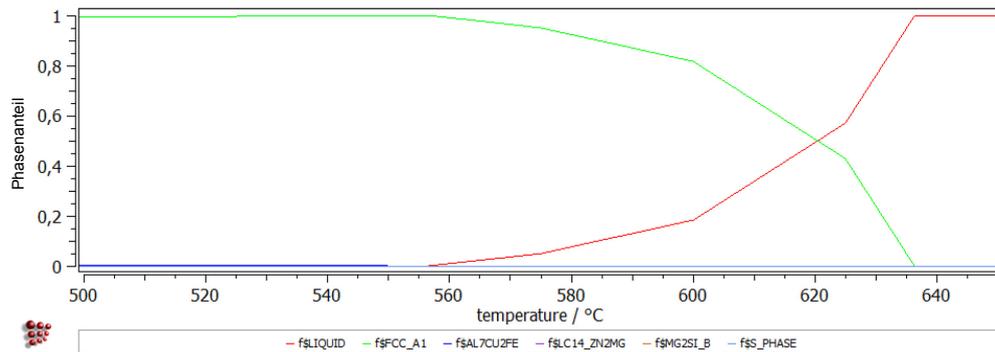
Anhang 17: Thermodynamische Berechnung von Versuchslegierung D mit MatCalc



Anhang 18: Detailaufnahme der Berechnung von Versuchslegierung D mit MatCalc

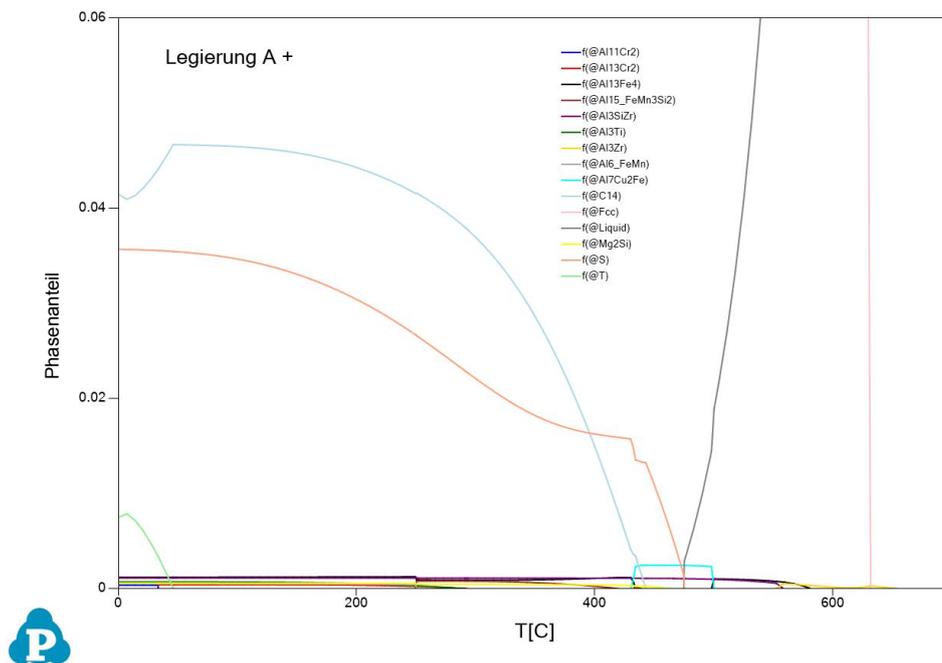


Anhang 19: Thermodynamische Berechnung von Versuchslegierung E mit MatCalc

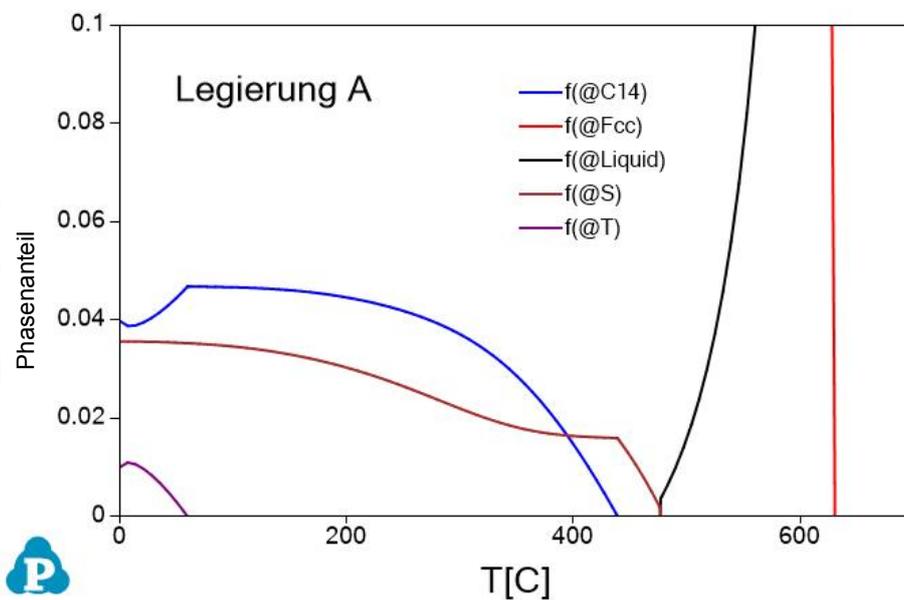


Anhang 20: Detailaufnahme der Berechnung von Versuchslegierung E mit MatCalc

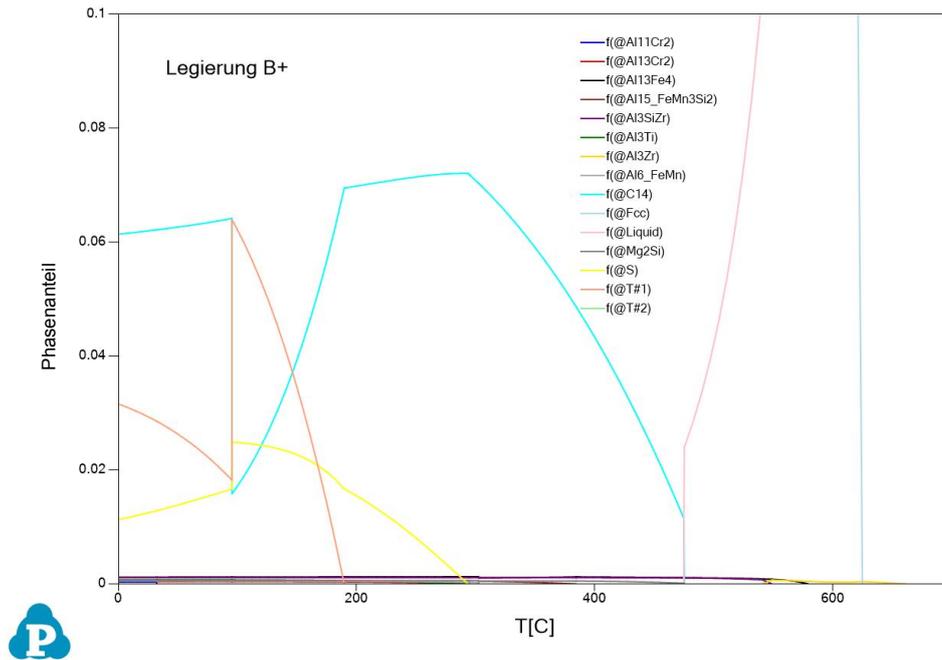
10.3 Thermodynamische Berechnungen mit Pandat™



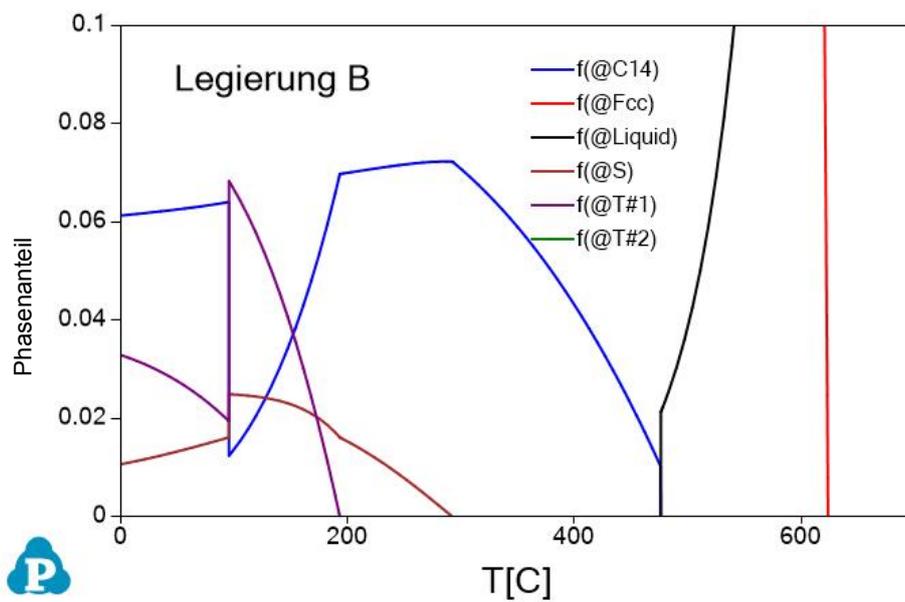
Anhang 21: Thermodynamische Berechnung von Versuchslegierung A mit Pandat™



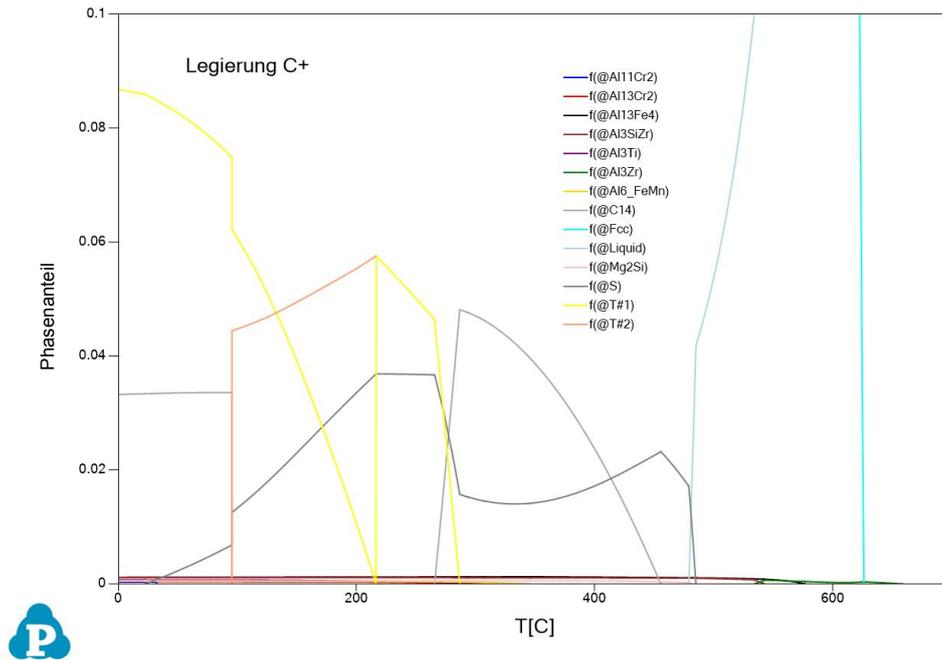
Anhang 22: Detailaufnahme der Berechnung von Versuchslegierung A mit Pandat™



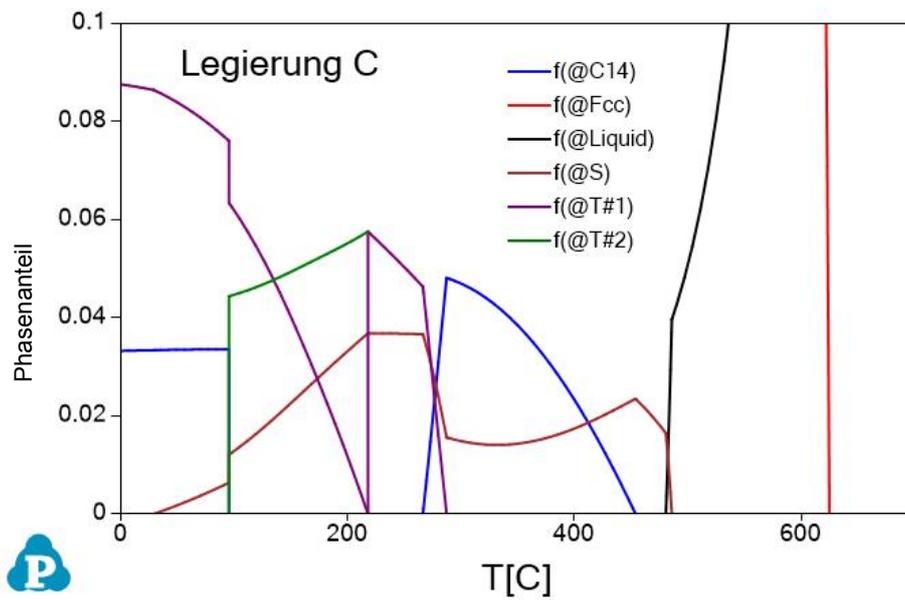
Anhang 23: Thermodynamische Berechnung von Versuchslegierung B mit Pandat™



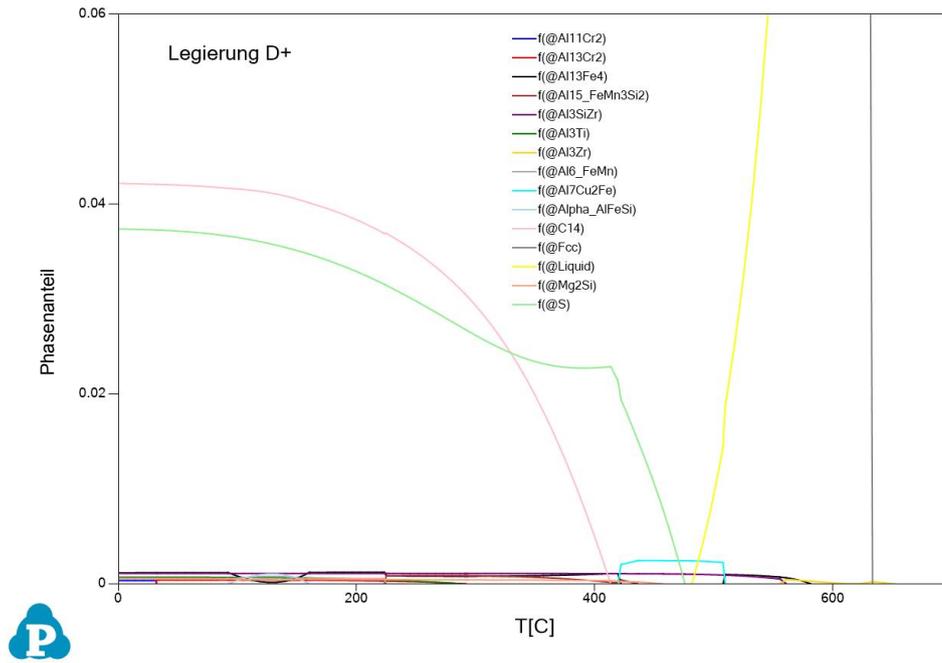
Anhang 24: Detailaufnahme der Berechnung von Versuchslegierung A mit Pandat™



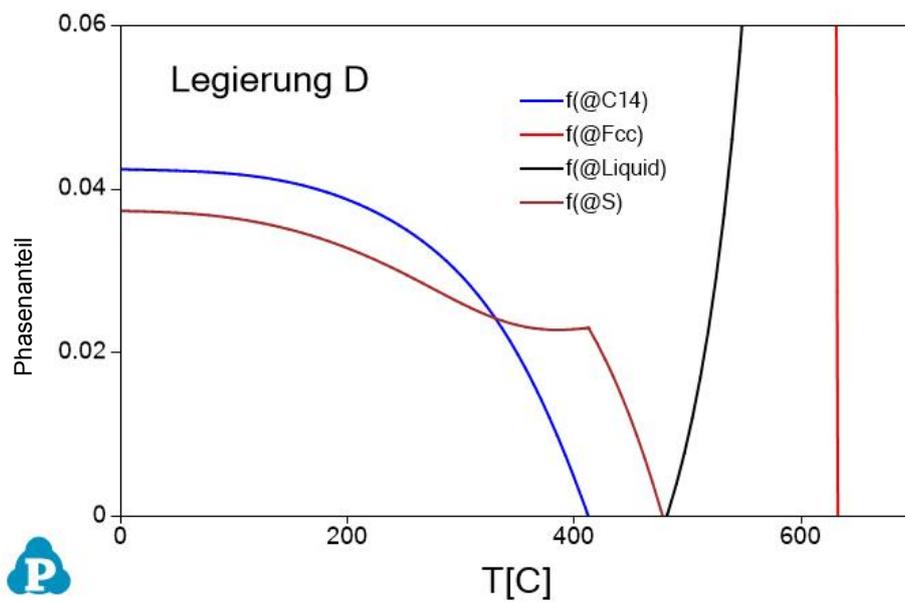
Anhang 25: Thermodynamische Berechnung von Versuchslegierung C mit Pandat™



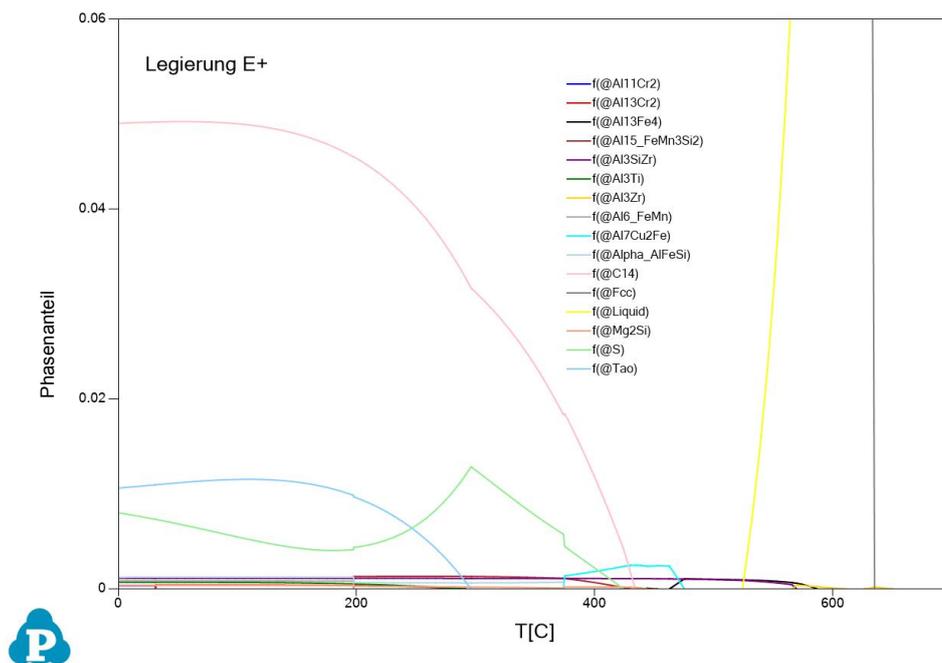
Anhang 26: Detailaufnahme der Berechnung von Versuchslegierung C mit Pandat™



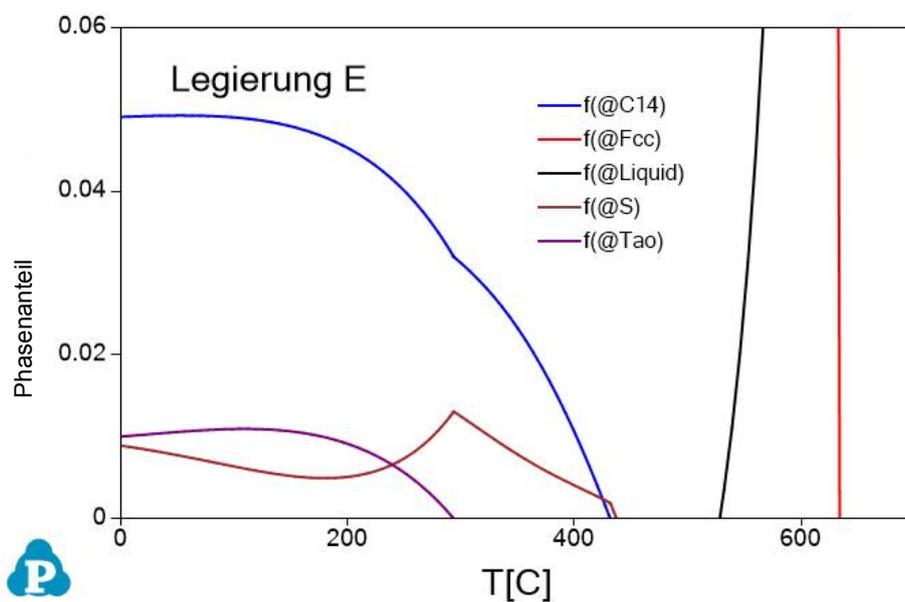
Anhang 27: Thermodynamische Berechnung von Versuchslegierung D mit Pandat™



Anhang 28: Detailaufnahme der Berechnung von Versuchslegierung D mit Pandat™

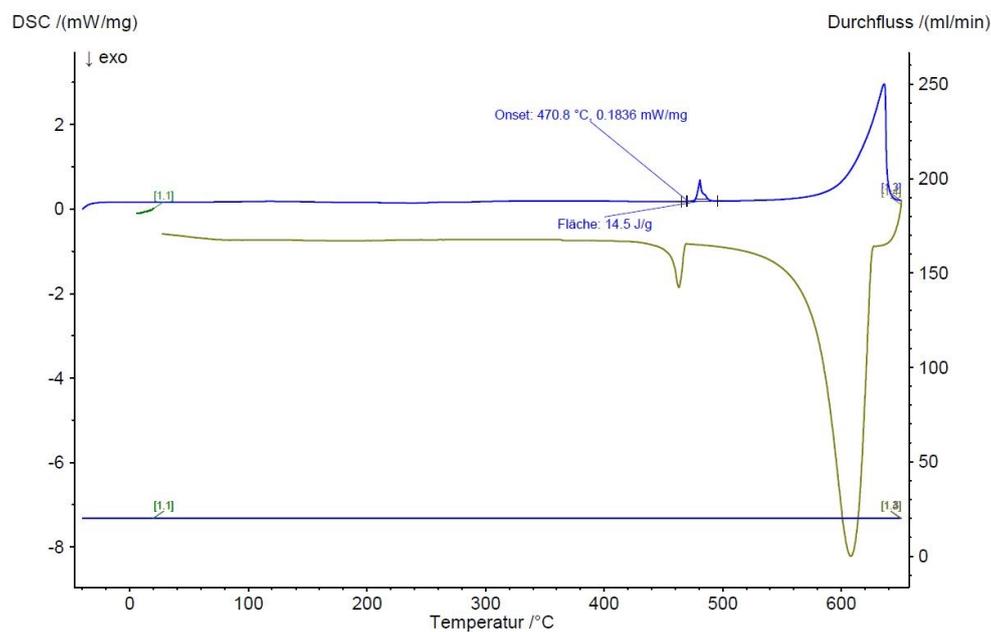


Anhang 29: Thermodynamische Berechnung von Versuchslegierung E mit Pandat™

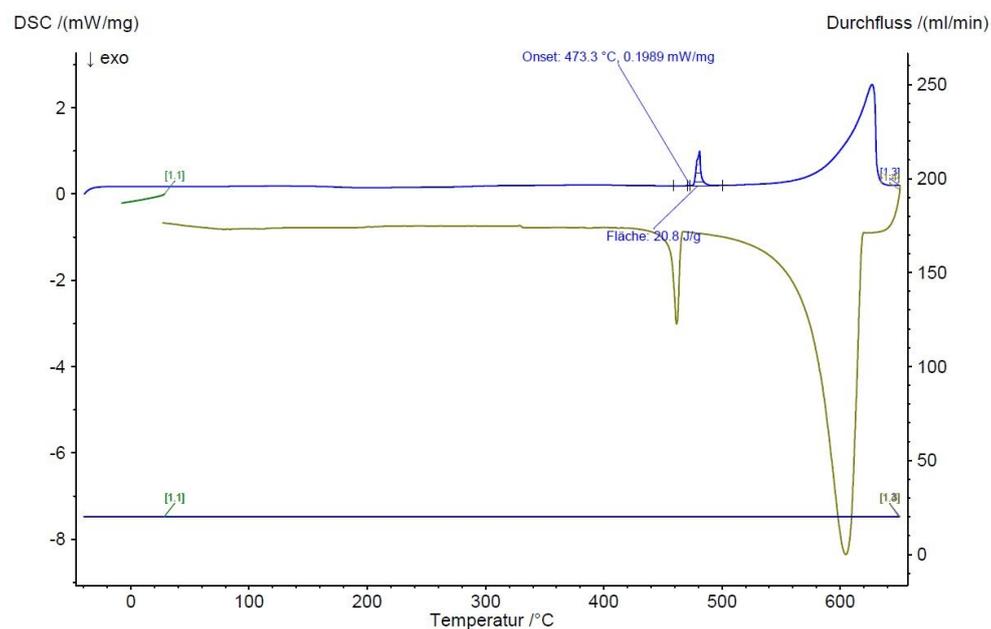


Anhang 30: Detailaufnahme der Berechnung von Versuchslegierung E mit Pandat™

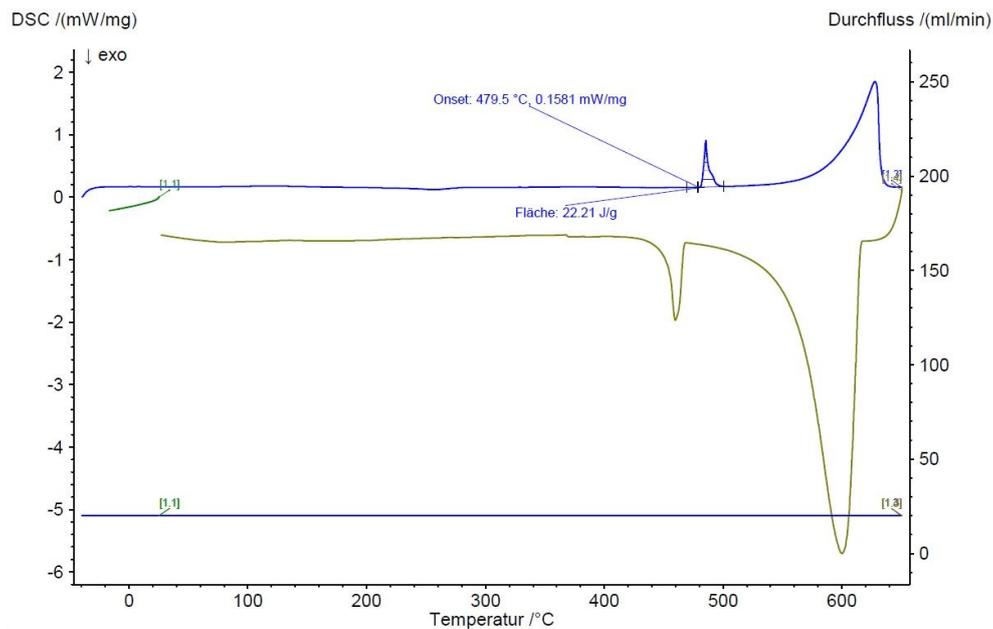
10.4 DSC-Messungen: Opticastproben



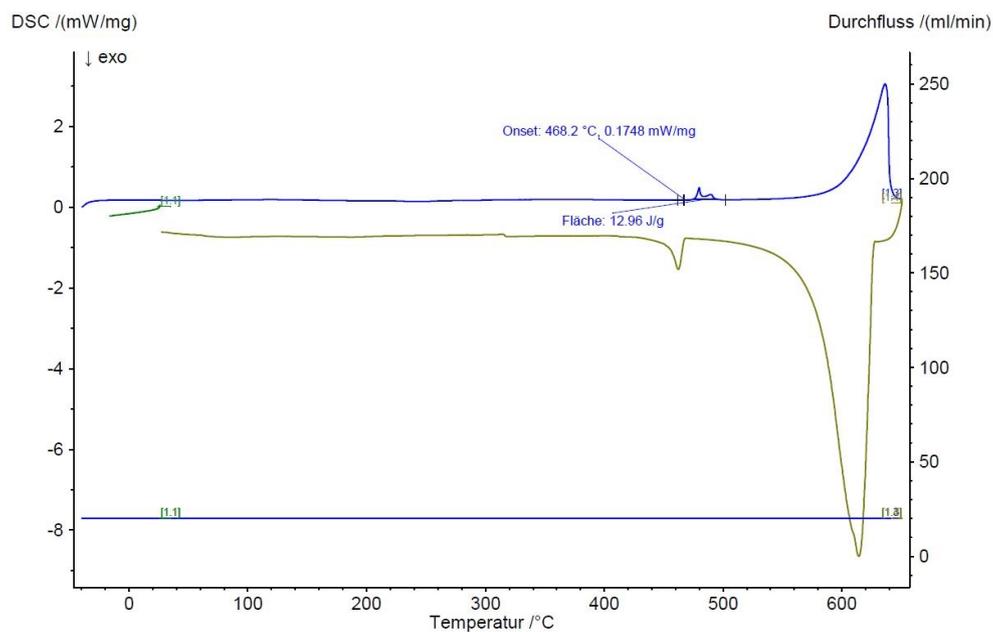
Anhang 31: Legierung A, Opticast



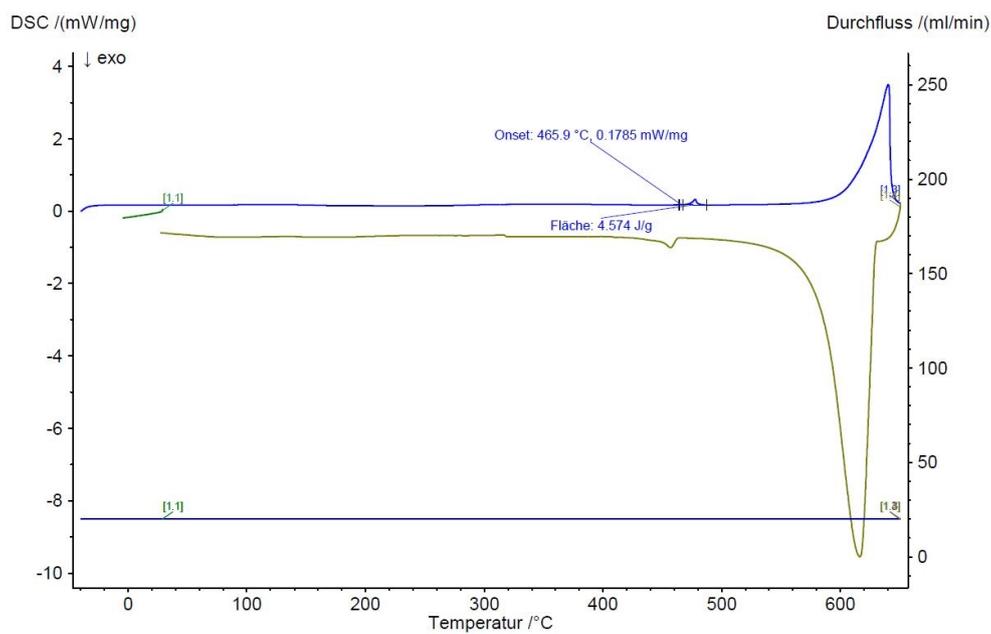
Anhang 32: Legierung B, Opticast



Anhang 33: Legierung C, Opticast

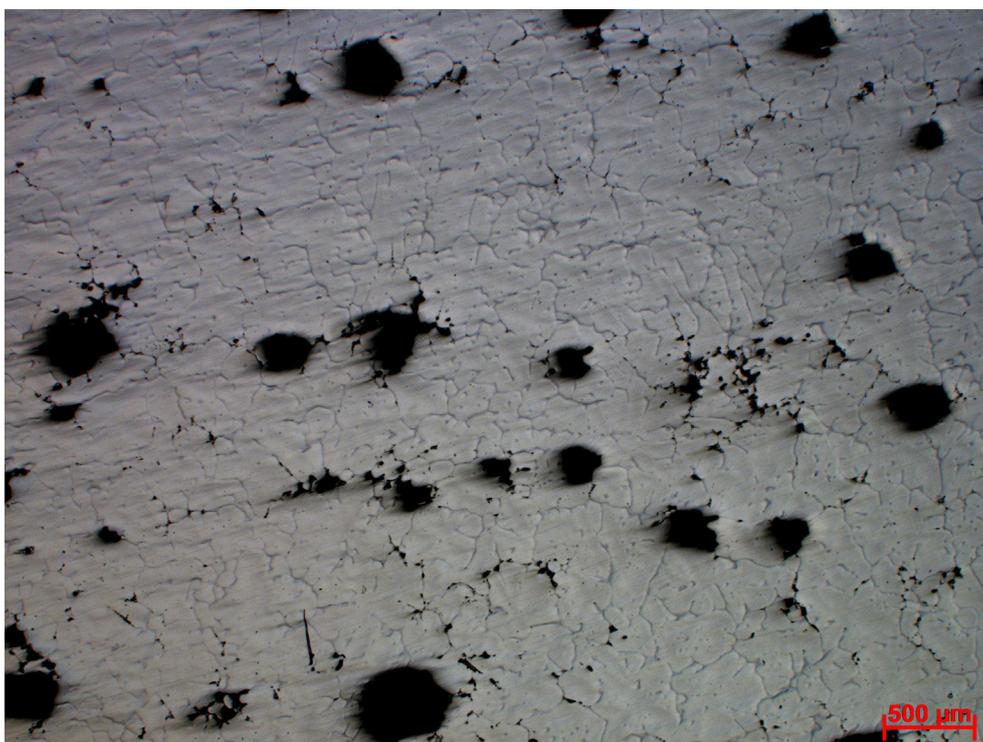


Anhang 34: Legierung D, Opticast

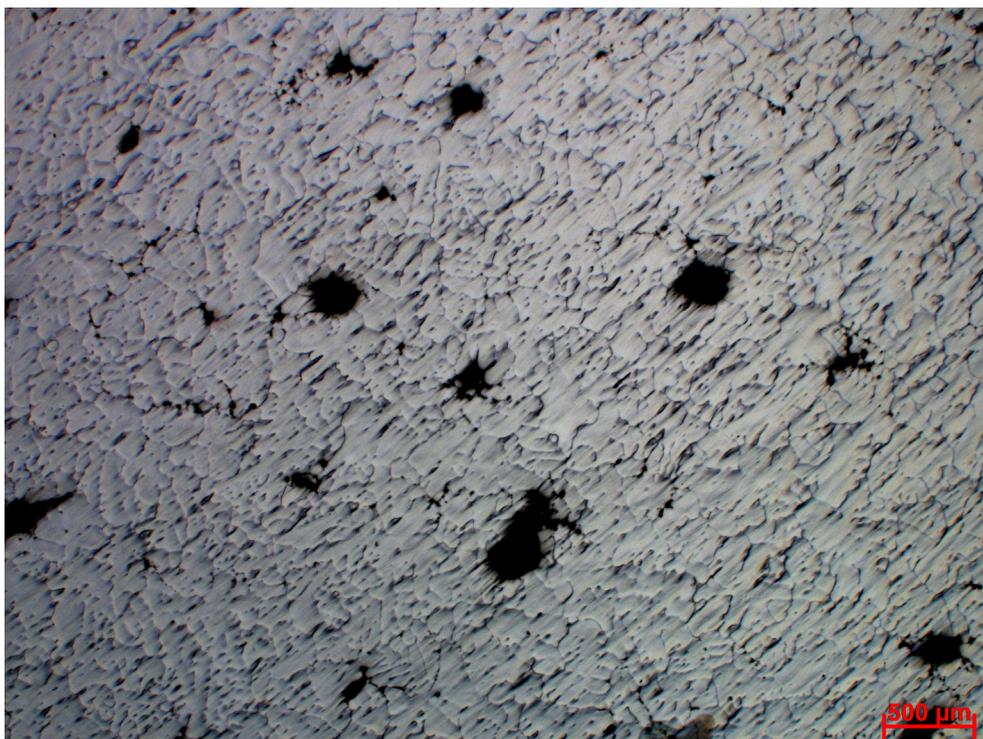


Anhang 35: Legierung E, Opticast

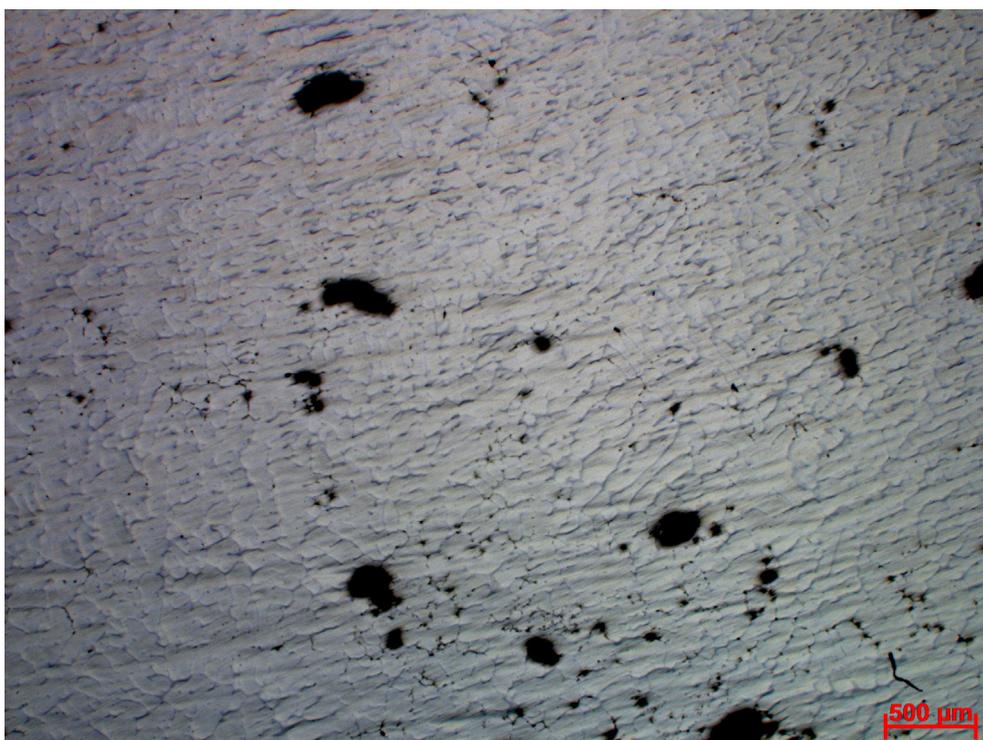
10.5 Gefügebildungen: Opticastproben



Anhang 36: Schliffbild Legierung A, Gusszustand, Opticast, 25x



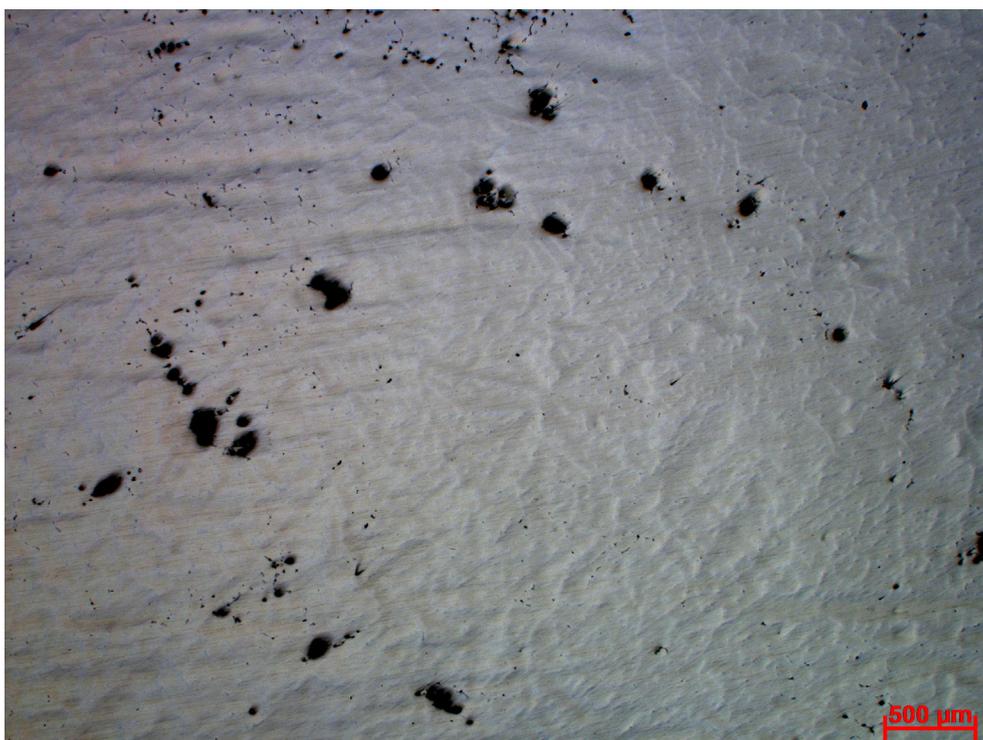
Anhang 37: Schliffbild Legierung B, Gusszustand, Opticast, 25x



Anhang 38: Schliffbild Legierung C, Gusszustand, Opticast, 25x

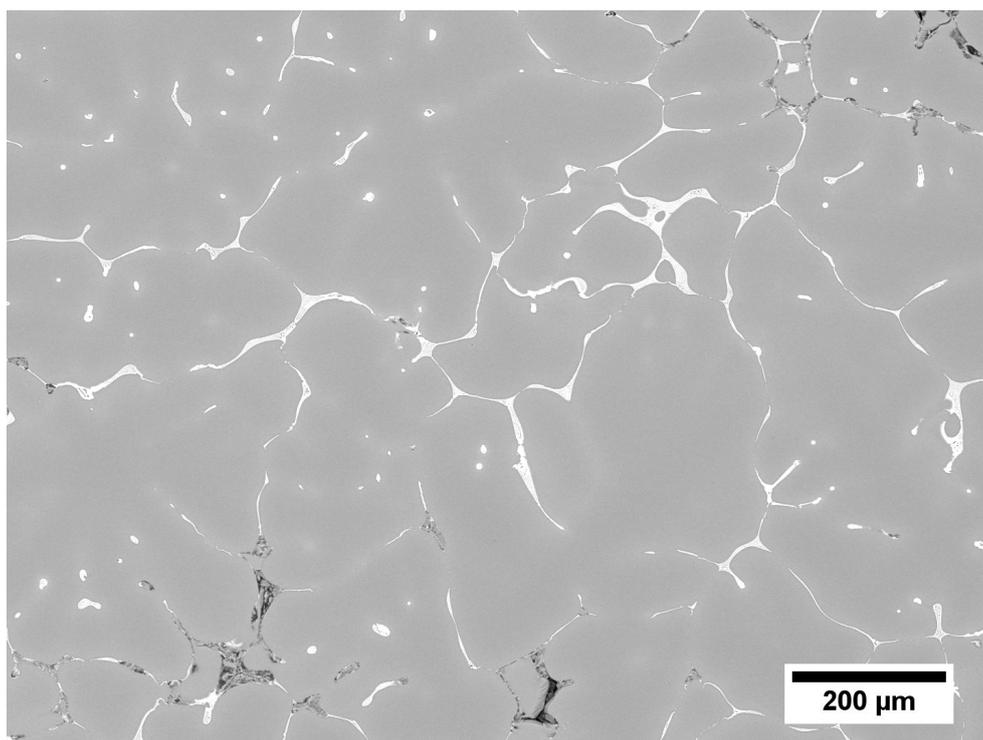


Anhang 39: Schliffbild Legierung D, Gusszustand, Opticast, 25x

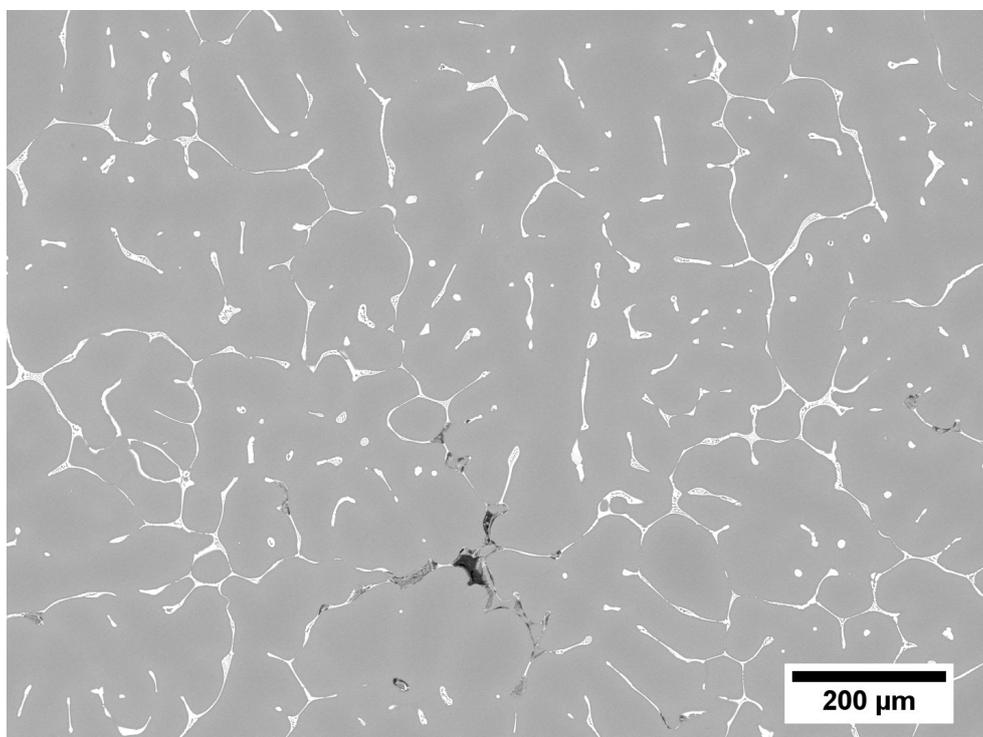


Anhang 40: Schliffbild Legierung E, Gusszustand, Opticast, 25x

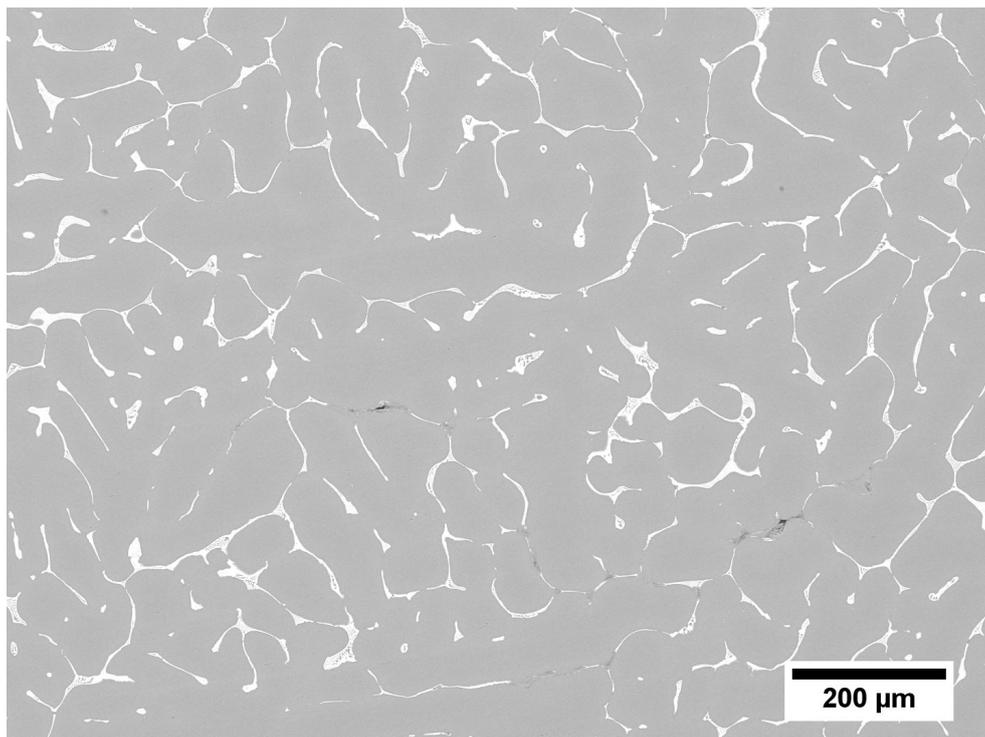
10.6 REM-Aufnahmen: Opticastproben



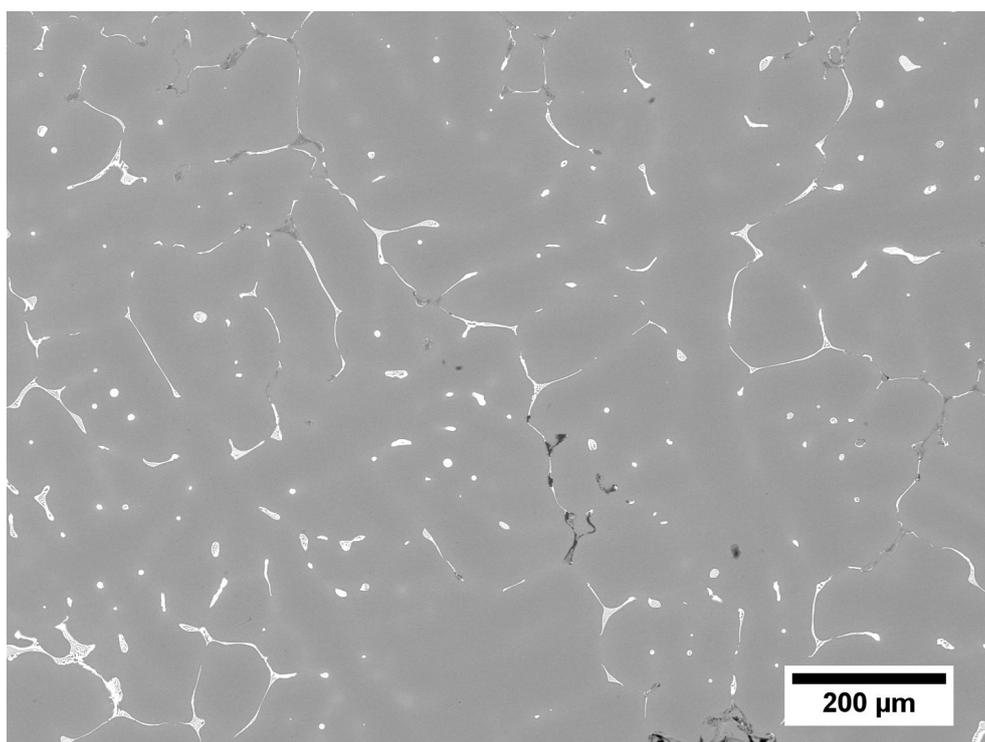
Anhang 41: Legierung A, Gusszustand, 100x



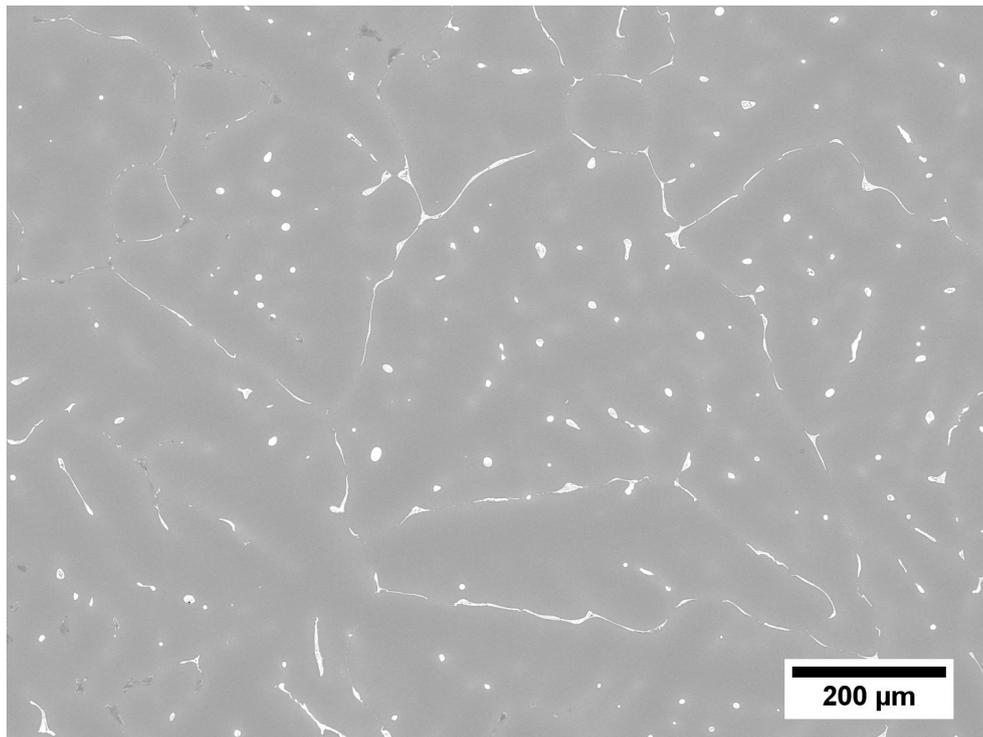
Anhang 42: Legierung B, Gusszustand, 100x



Anhang 43: Legierung C, Gusszustand, 100x

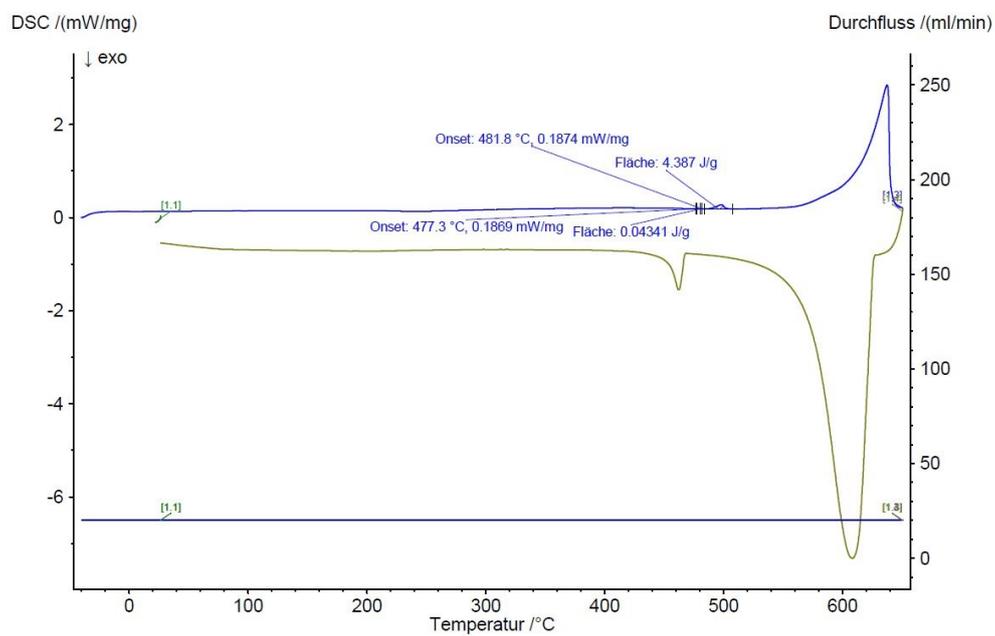


Anhang 44: Legierung D, Gusszustand, 100x

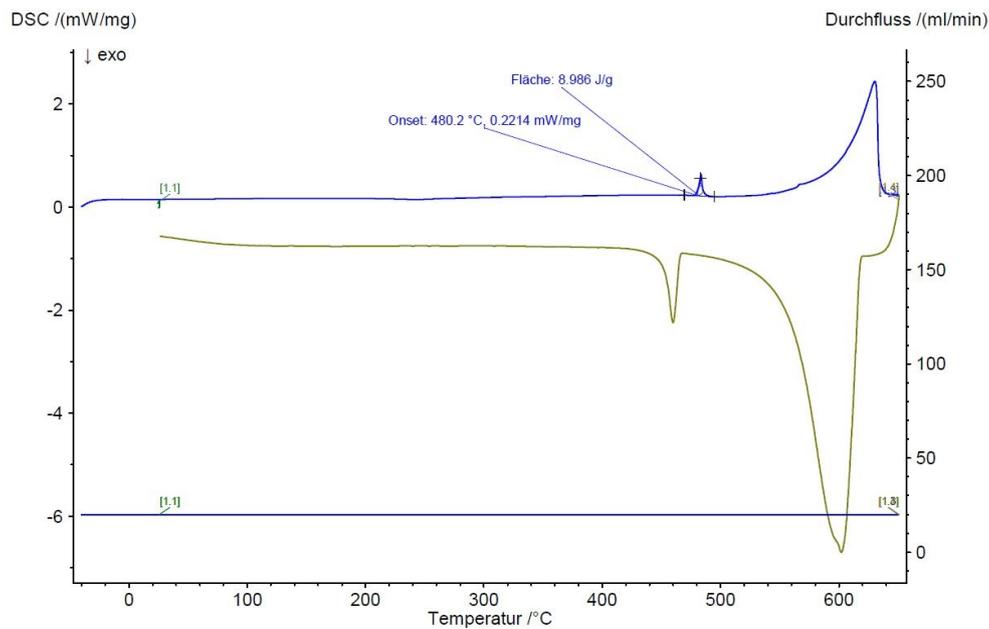


Anhang 45: Legierung E, Gusszustand, 100x

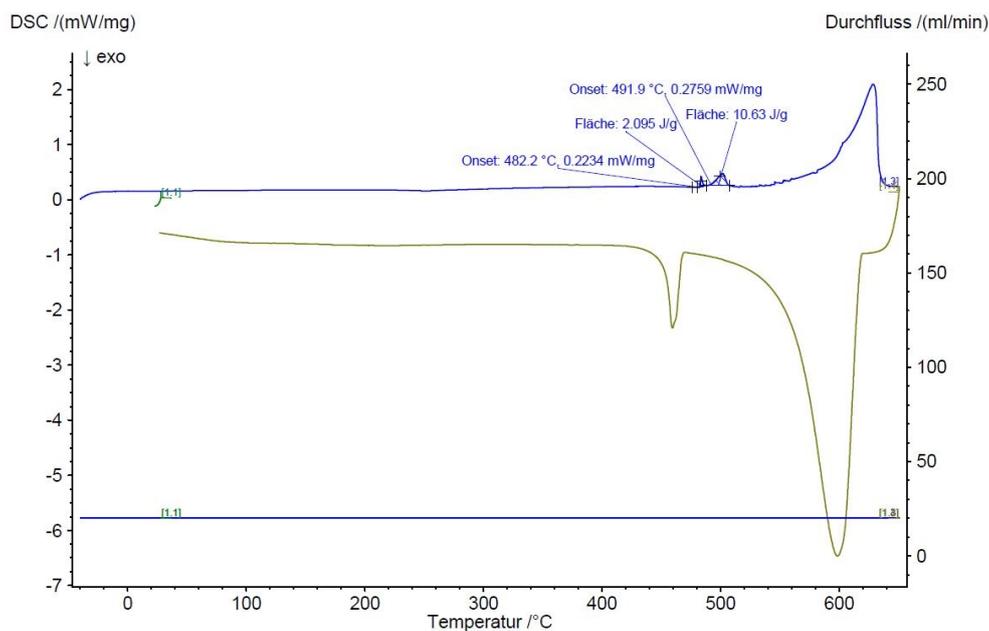
10.7 DSC-Messungen: Homogenisierung bei 465 °C, 8 h



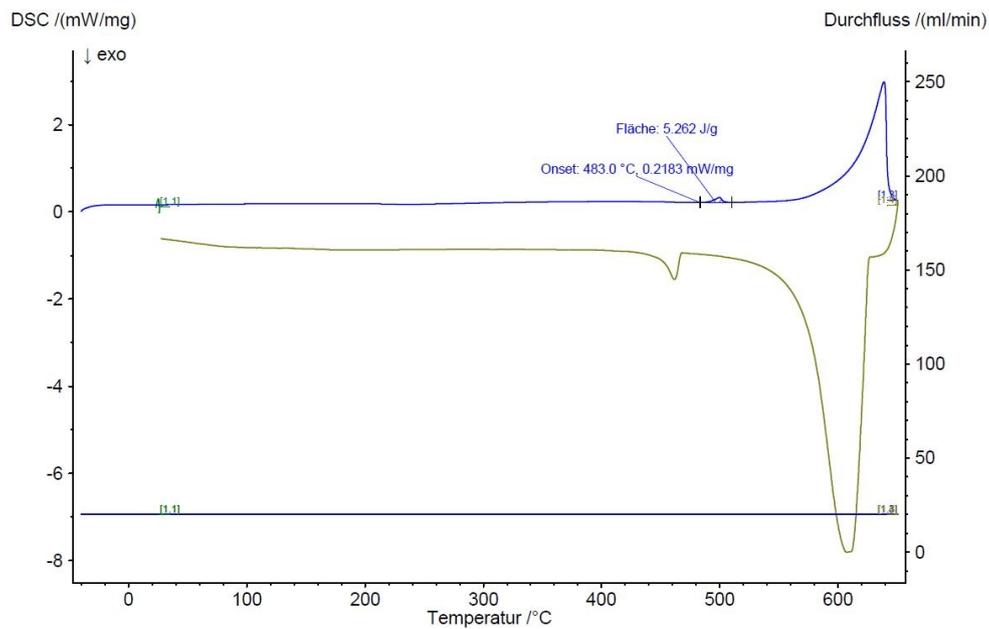
Anhang 46: Legierung A, homogenisiert bei 465 °C, 8 h



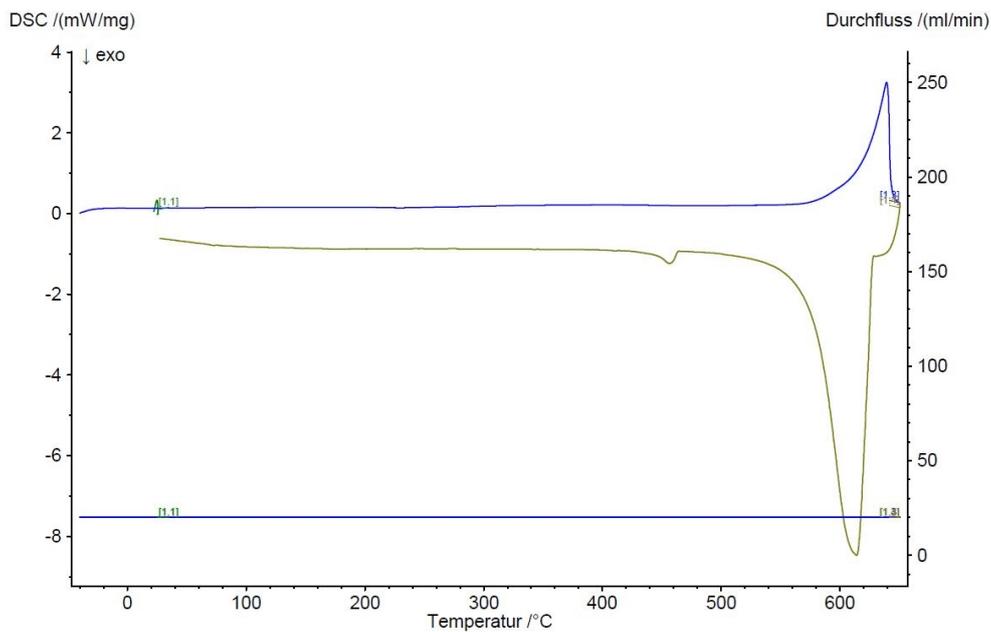
Anhang 47: Legierung B, homogenisiert bei 465 °C, 8 h



Anhang 48: Legierung C, homogenisiert bei 465 °C, 8 h

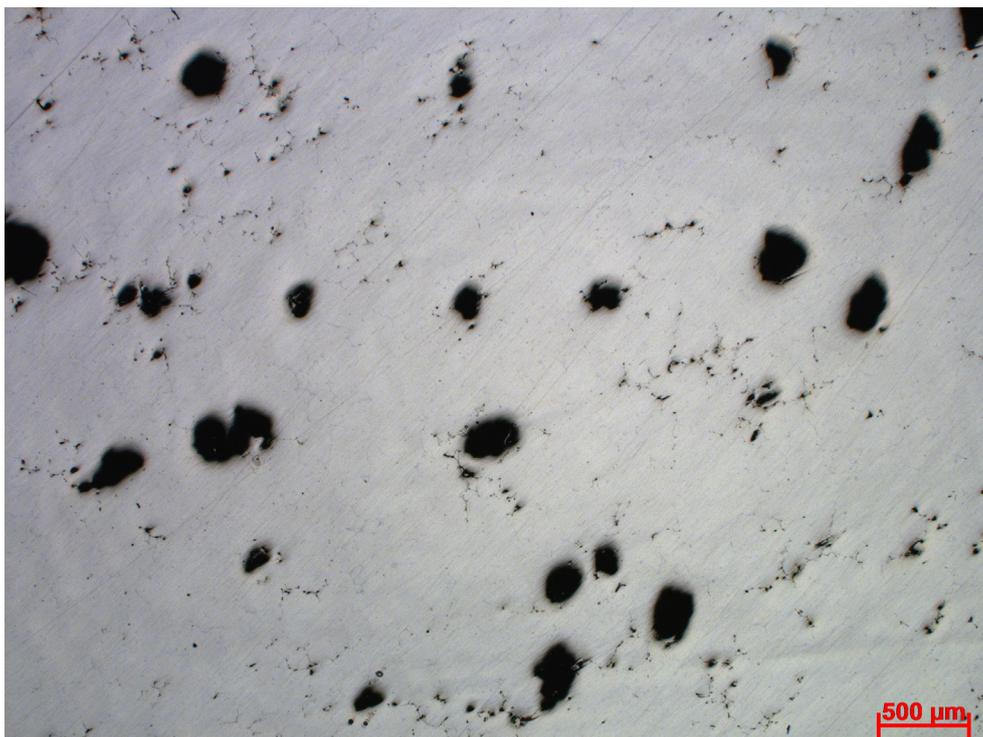


Anhang 49: Legierung D, homogenisiert bei 465 °C, 8 h



Anhang 50: Legierung E, homogenisiert bei 465 °C, 8 h

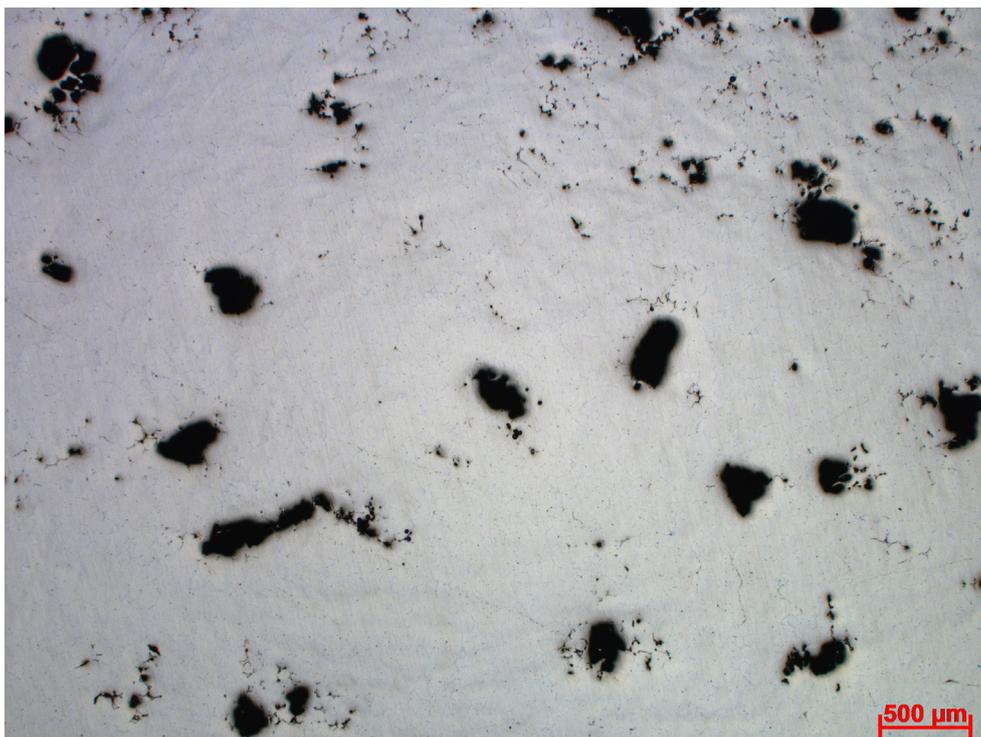
10.8 Gefügaufnahmen: Homogenisierung bei 465 °C, 8 h



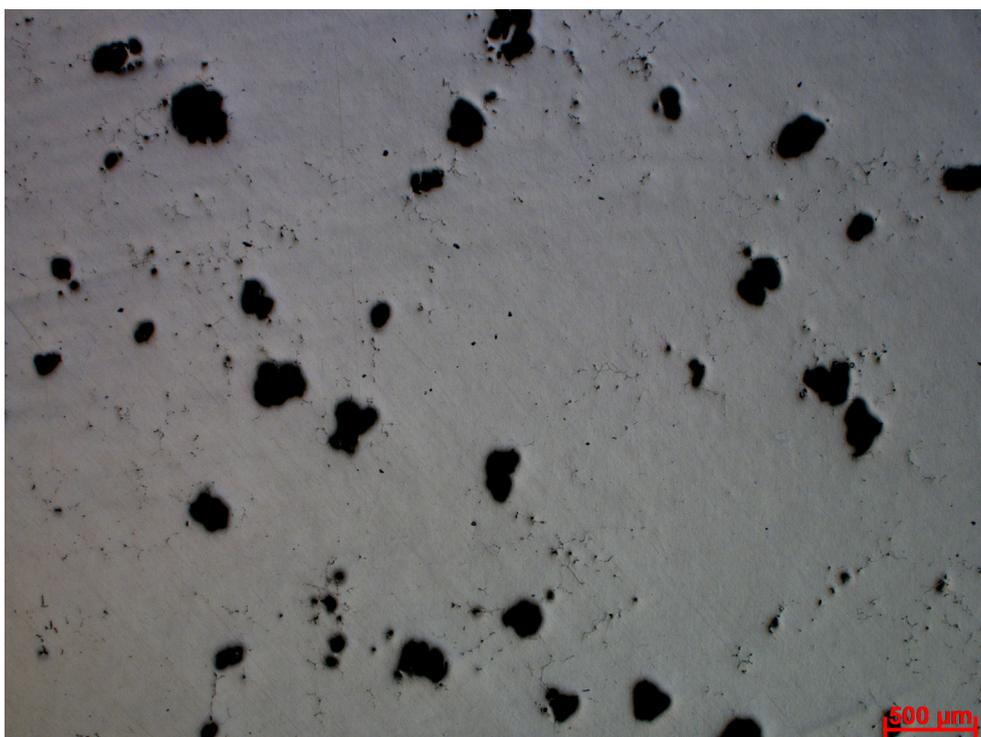
Anhang 51: Schliffbild Legierung A, homogenisiert 465 °C, 8 h, 25x



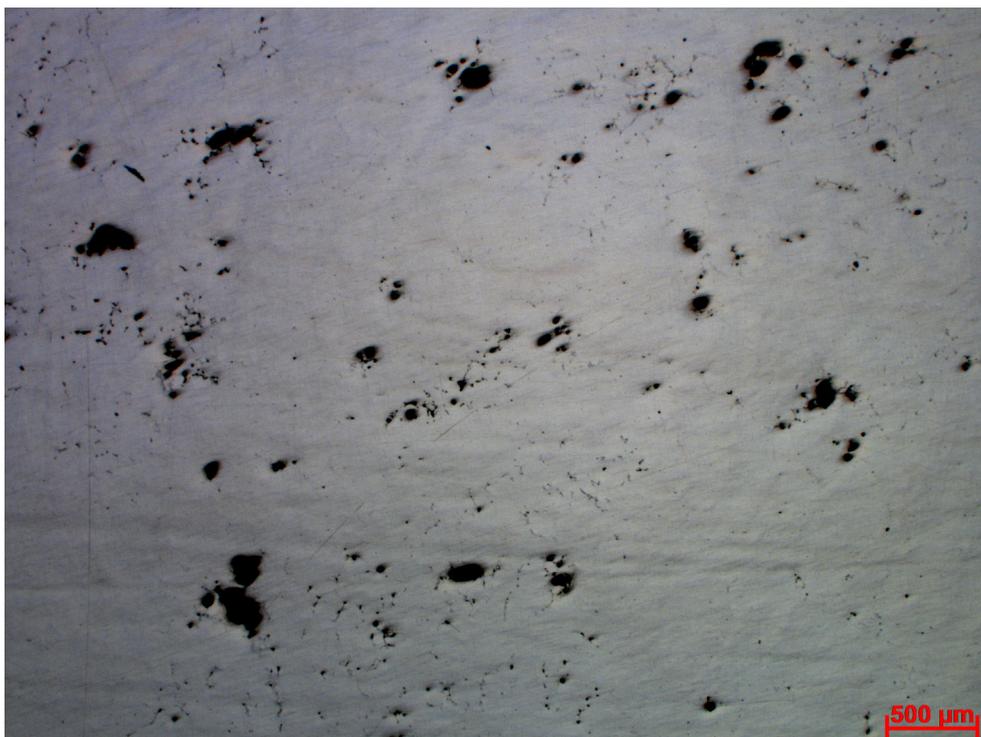
Anhang 52: Schliffbild Legierung B, homogenisiert 465 °C, 8 h, 25x



Anhang 53: Schliffbild Legierung C, homogenisiert 465 °C, 8 h, 25x

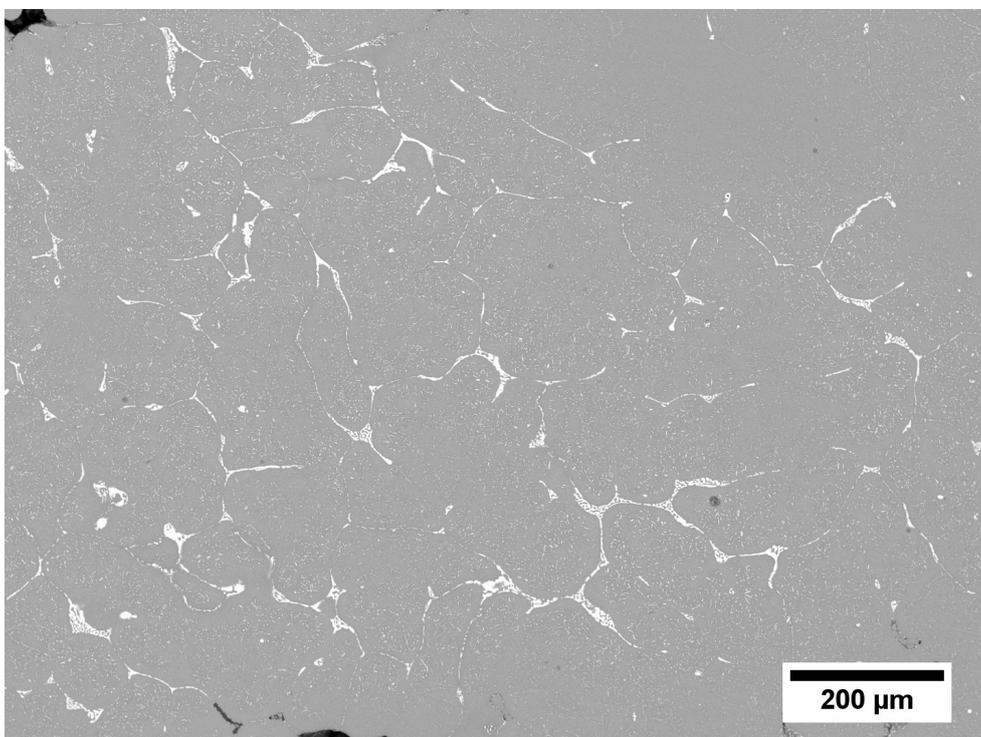


Anhang 54: Schliffbild Legierung D, homogenisiert 465 °C, 8 h, 25x

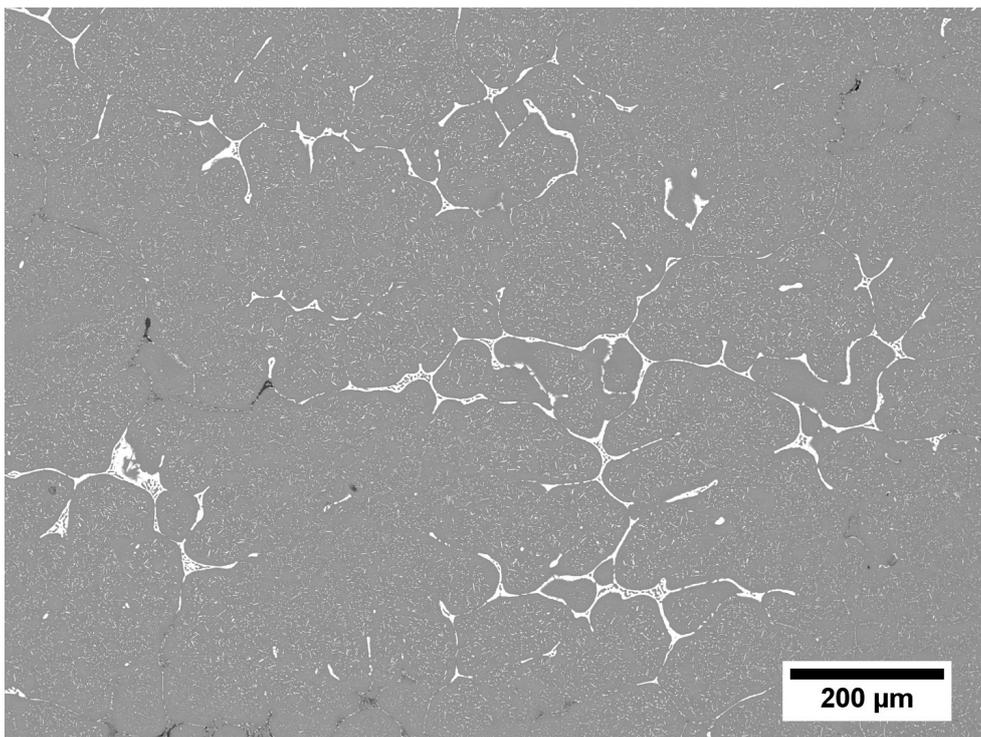


Anhang 55: Schliffbild Legierung E, homogenisiert 465 °C, 8 h, 25x

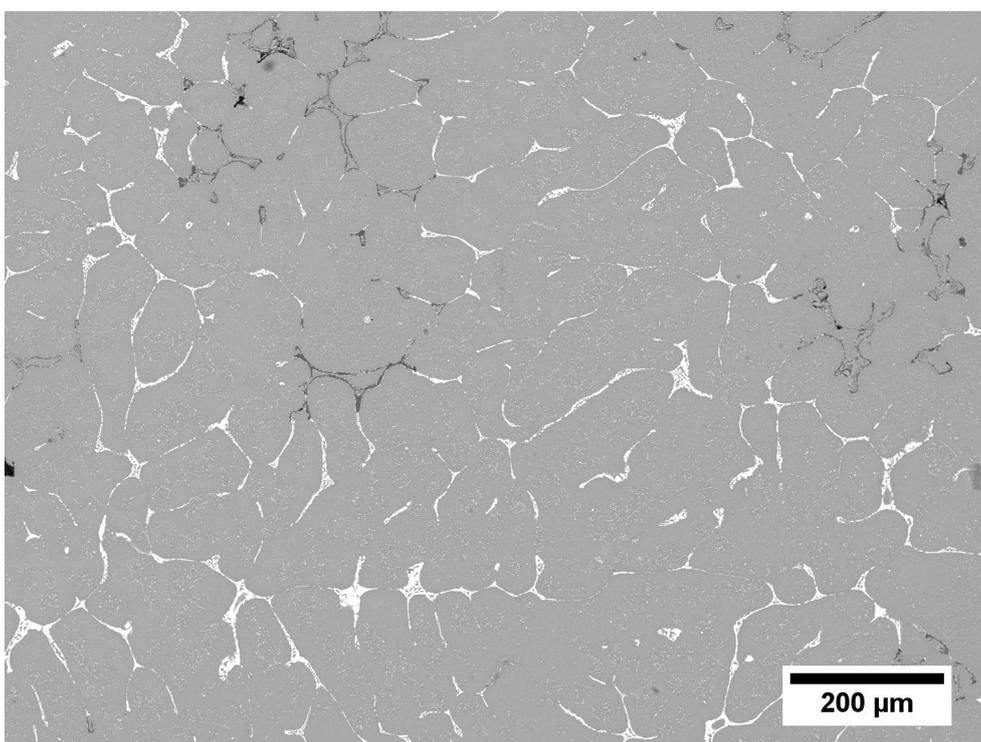
10.9 REM-Aufnahmen: Homogenisierung bei 465 °C, 8 h



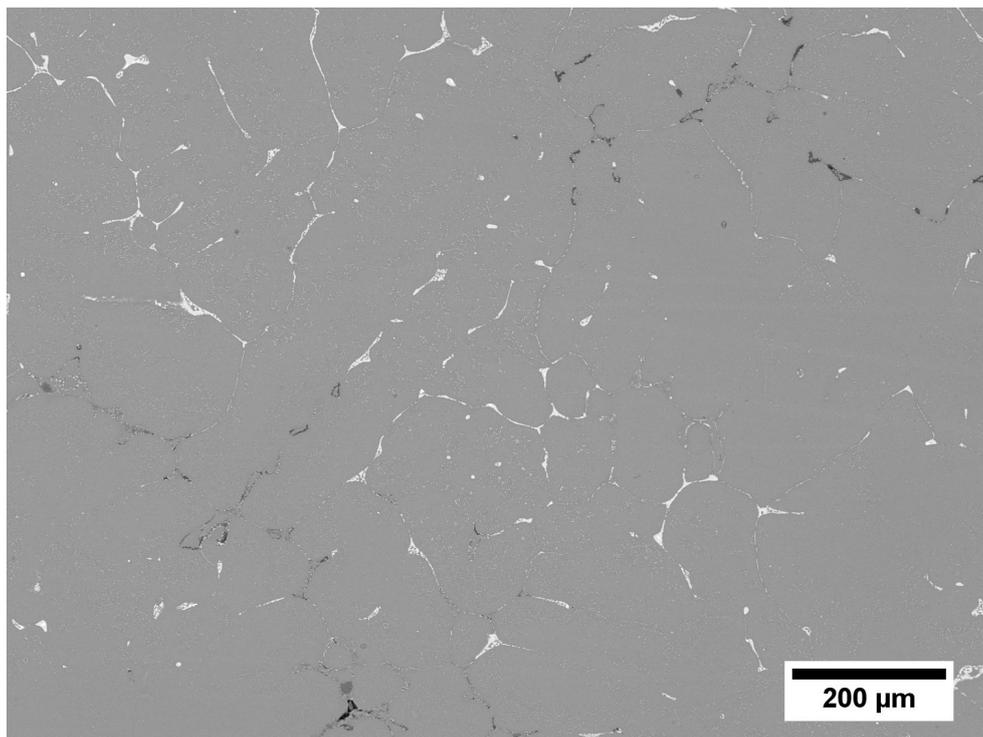
Anhang 56: Legierung A, homogenisiert bei 465 °C, 8 h, 100x



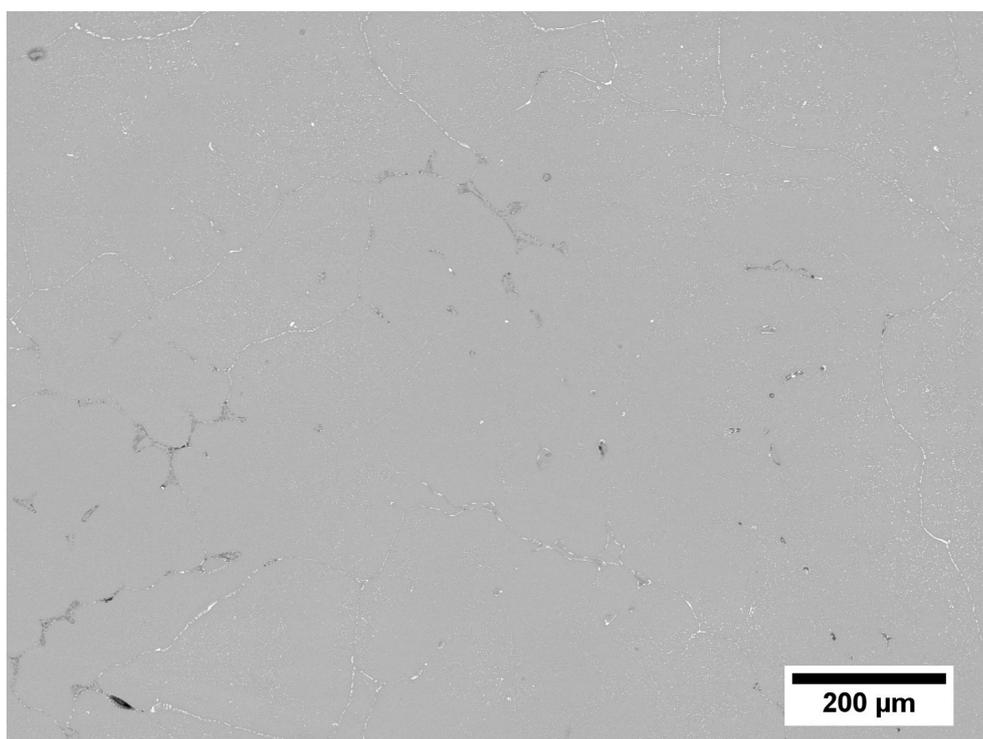
Anhang 57: Legierung B, homogenisiert bei 465 °C, 8 h, 100x



Anhang 58: Legierung C, homogenisiert bei 465 °C, 8 h, 100x

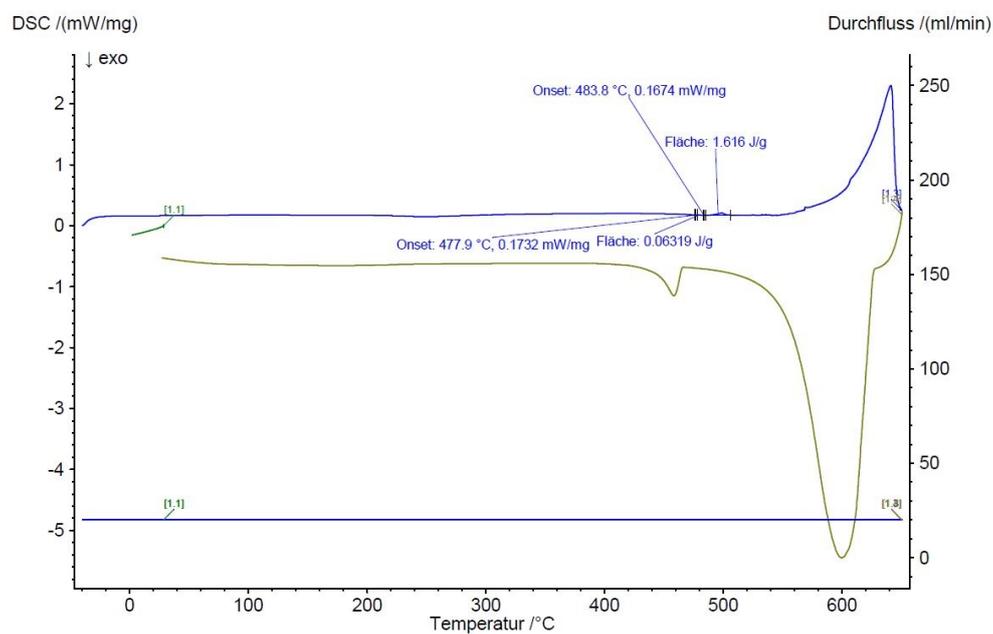


Anhang 59: Legierung D, homogenisiert bei 465 °C, 8 h, 100x

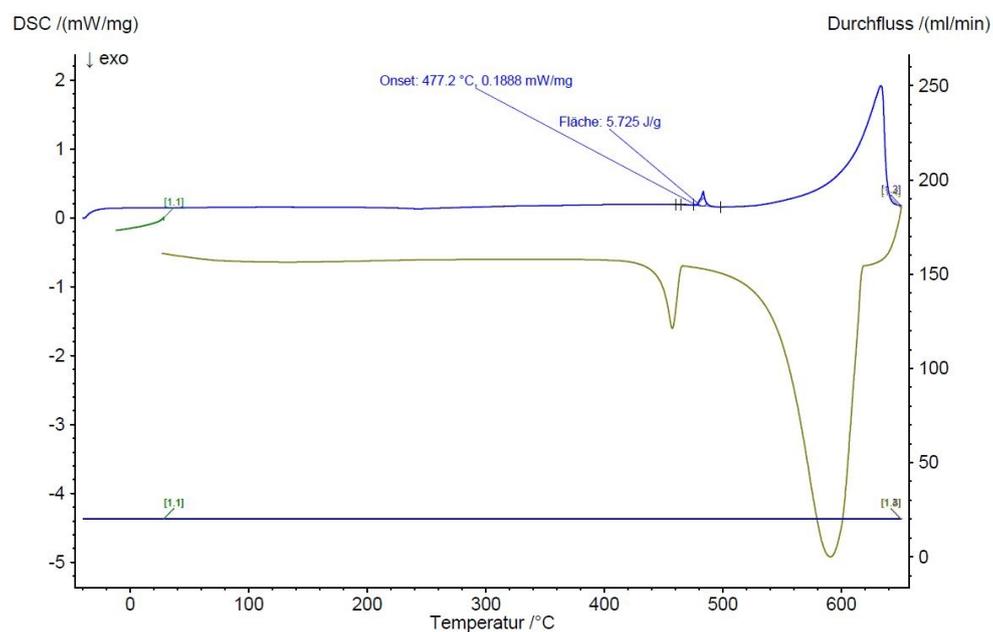


Anhang 60: Legierung E, homogenisiert bei 465 °C, 8 h, 100x

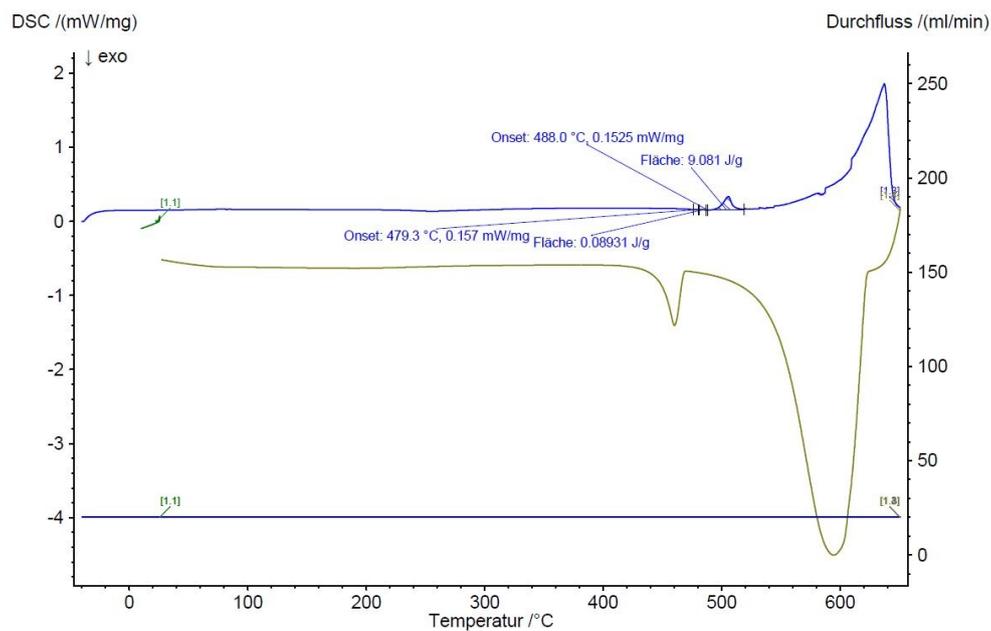
10.10 DSC-Messungen: Homogenisierung bei 470 °C, 24 h



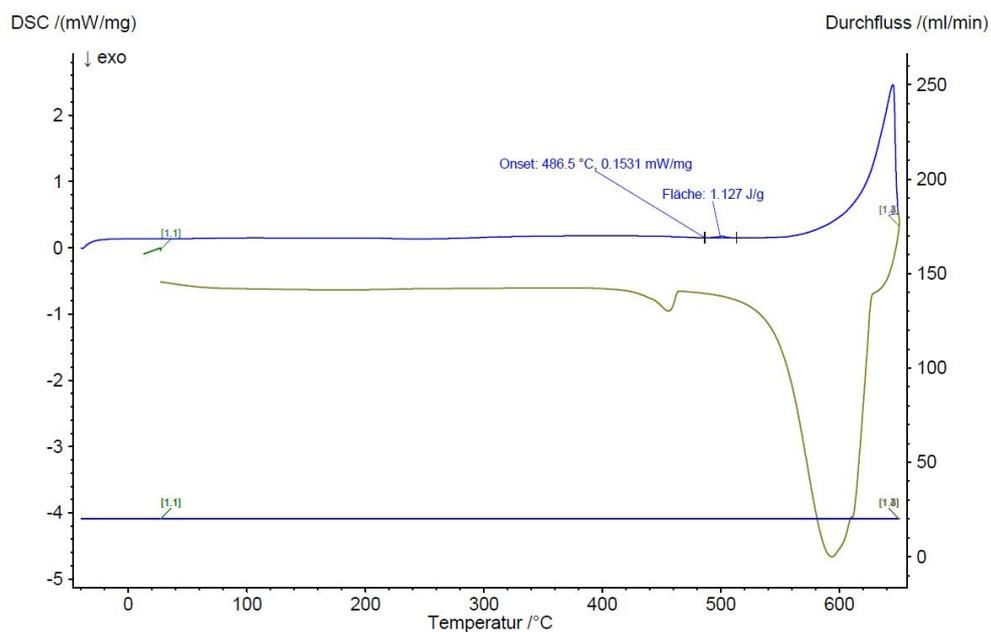
Anhang 61: Legierung A, homogenisiert bei 470 °C, 24 h



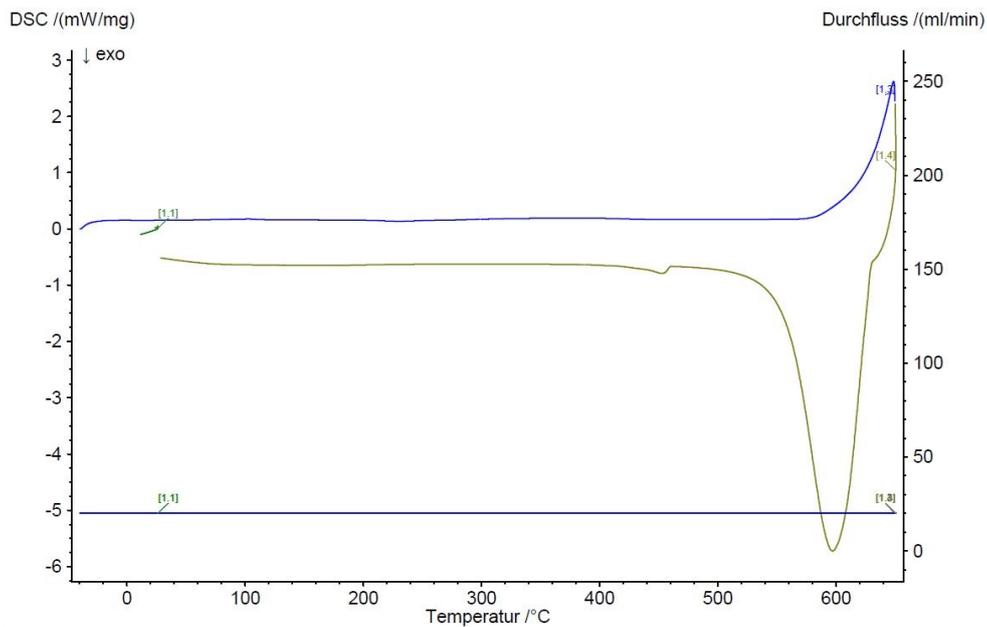
Anhang 62: Legierung B, homogenisiert bei 470 °C, 24 h



Anhang 63: Legierung C, homogenisiert bei 470 °C, 24 h

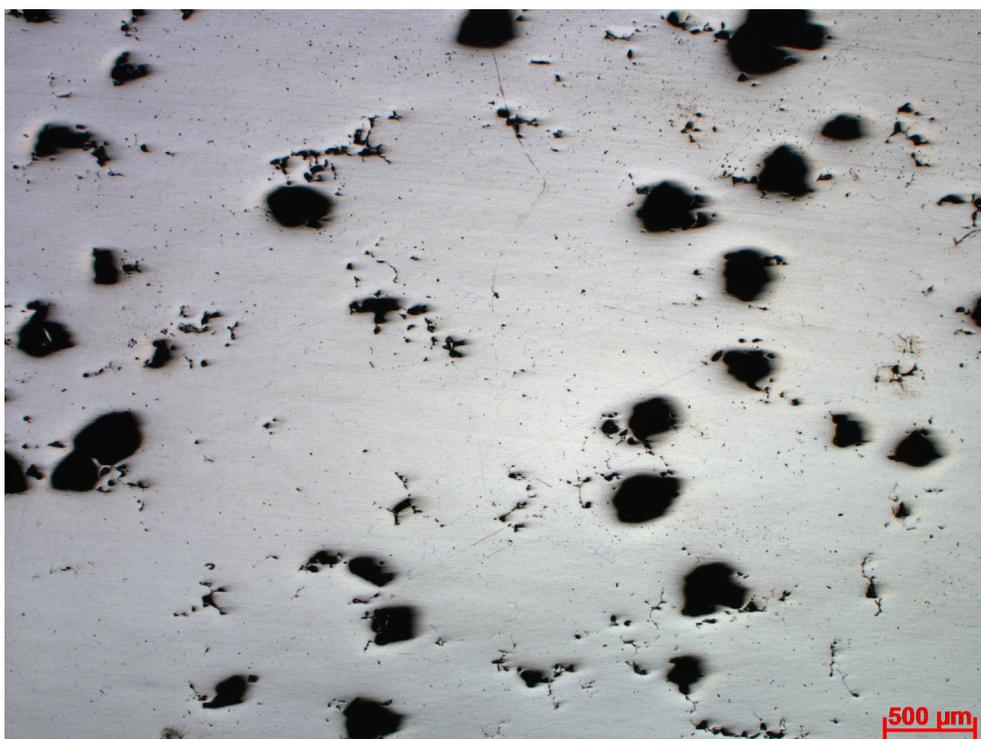


Anhang 64: Legierung D, homogenisiert bei 470 °C, 24 h

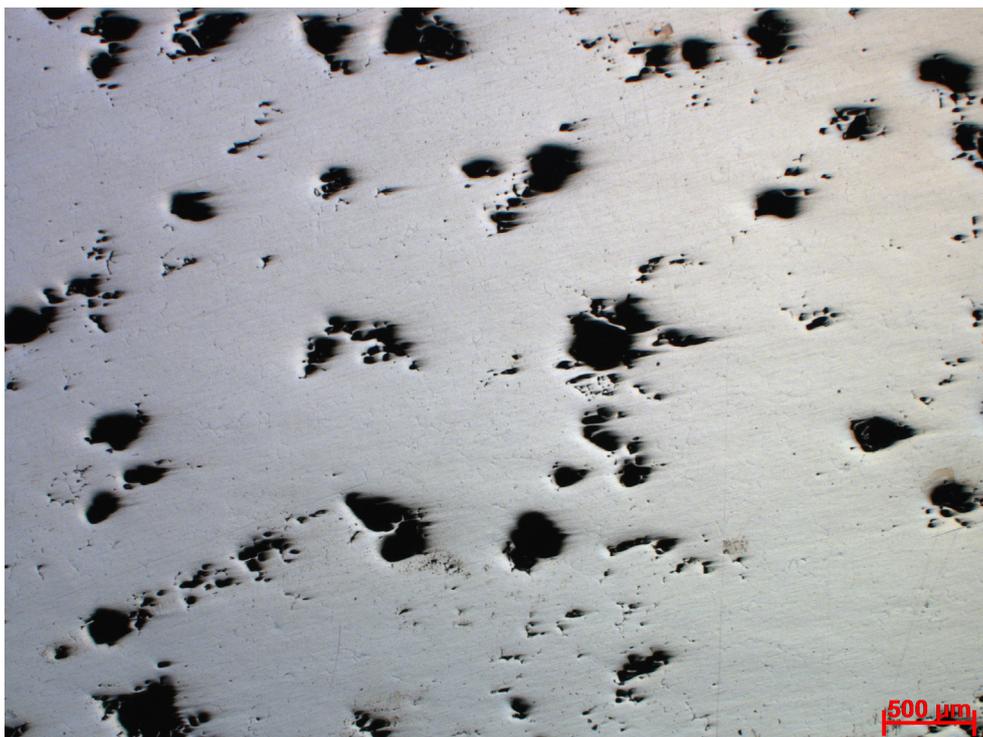


Anhang 65: Legierung E, homogenisiert bei 470 °C, 24 h

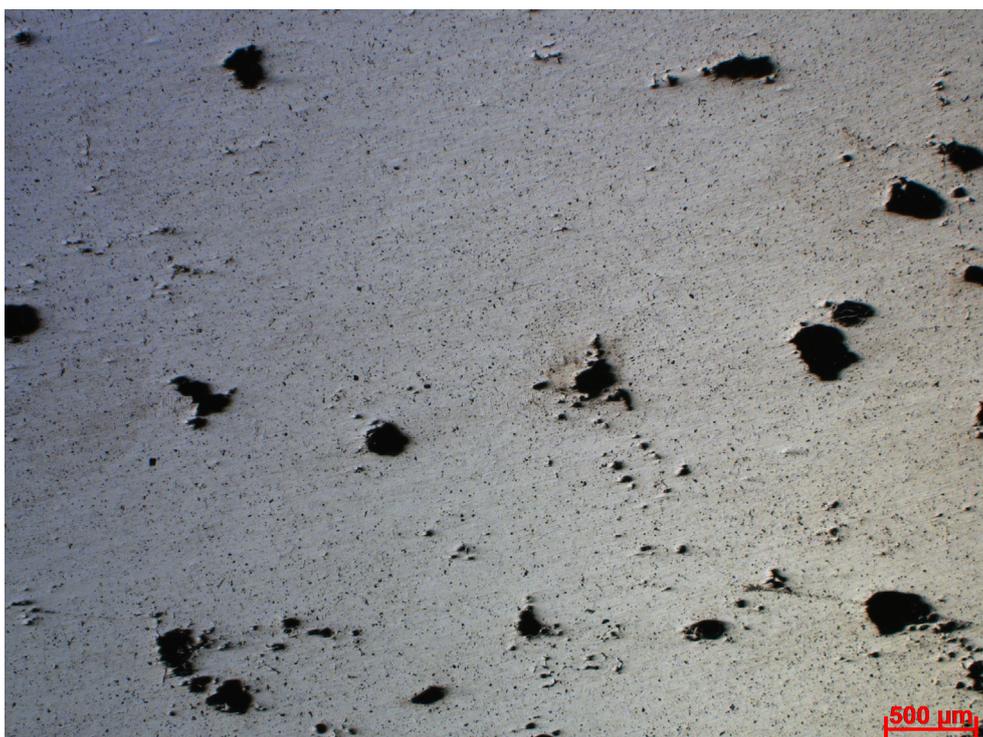
10.11 Gefügaufnahmen: Homogenisierung bei 470 °C, 24 h



Anhang 66: Schlibbild Legierung A, homogenisiert 470 °C, 24 h, 25x



Anhang 67: Schliffbild Legierung B, homogenisiert 470 °C, 24 h, 25x



Anhang 68: Schliffbild Legierung C, homogenisiert 470 °C, 24 h, 25x

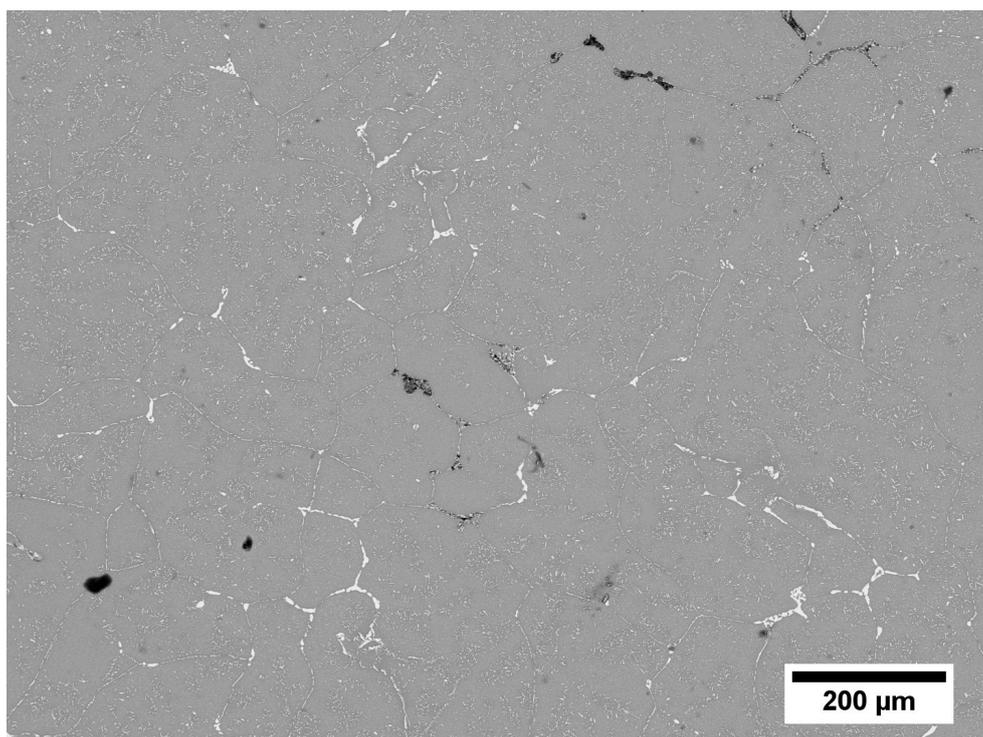


Anhang 69: Schliffbild Legierung D, homogenisiert 470 °C, 24 h, 25x

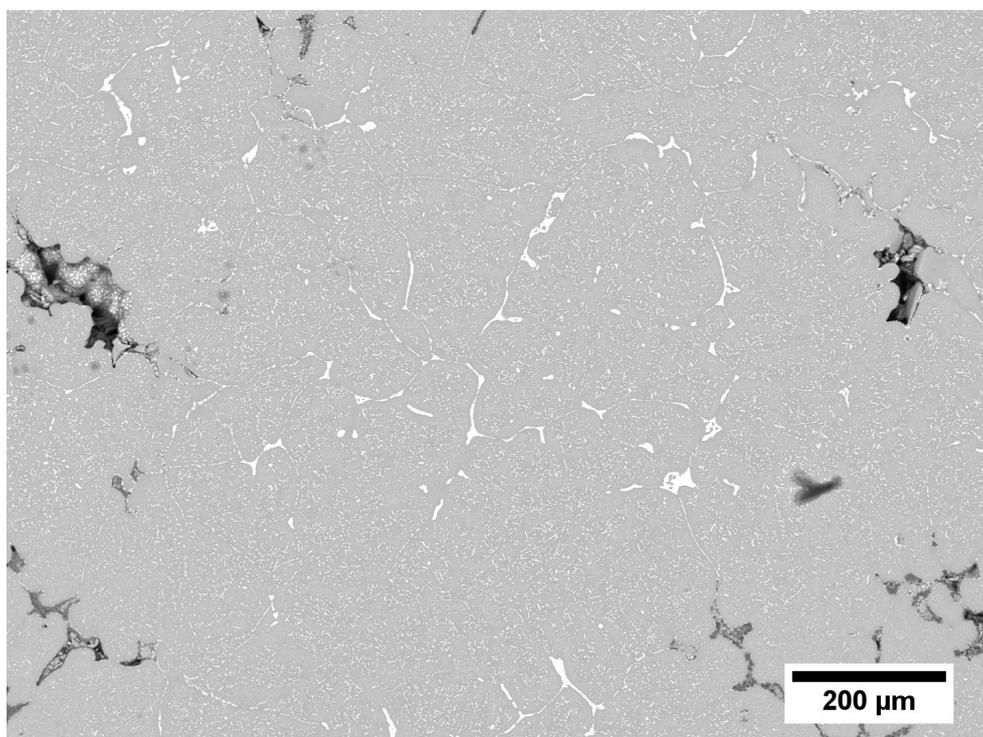


Anhang 70: Schliffbild Legierung E, homogenisiert 470 °C, 24 h, 25x

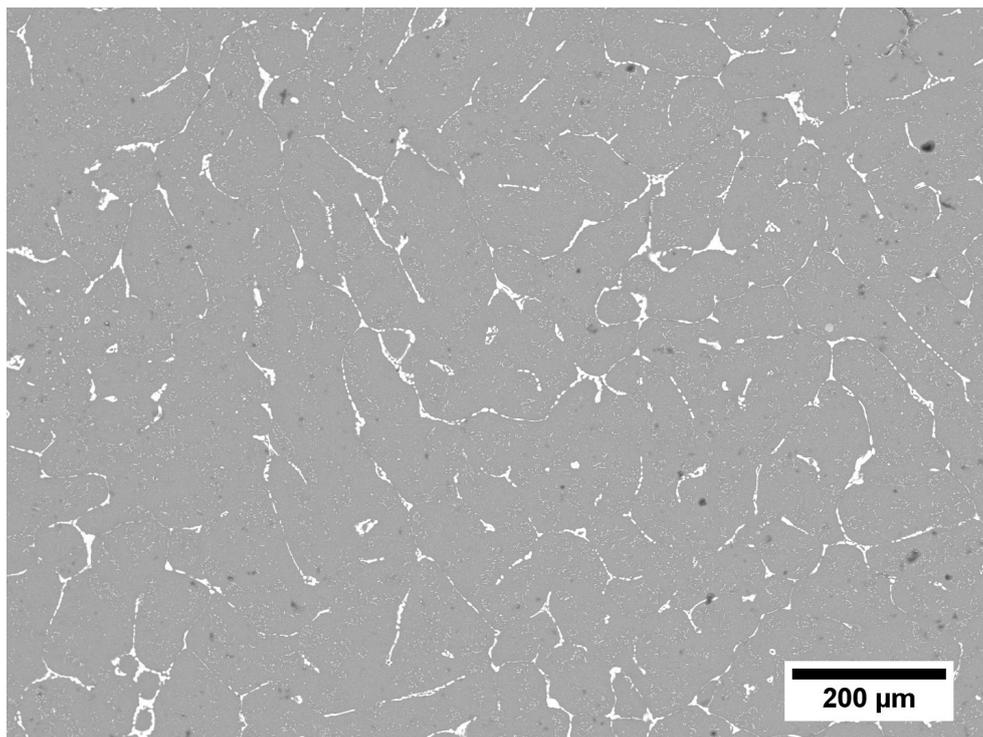
10.12 REM-Aufnahmen: Homogenisierung bei 470 °C, 24 h



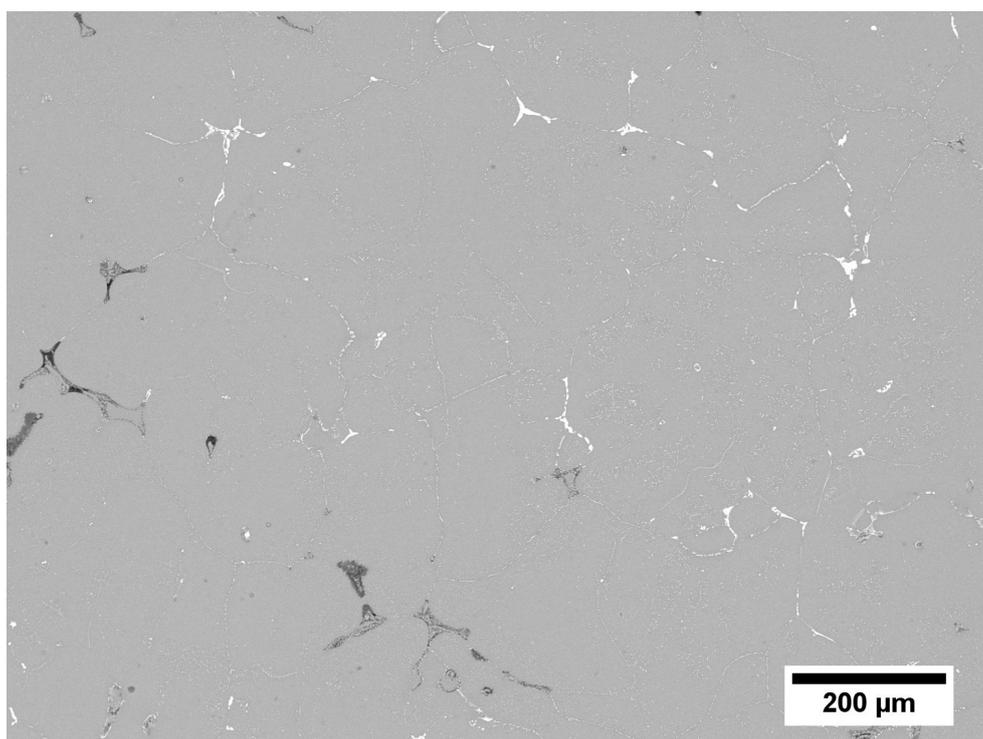
Anhang 71: Legierung A, homogenisiert bei 470 °C, 24 h, 100x



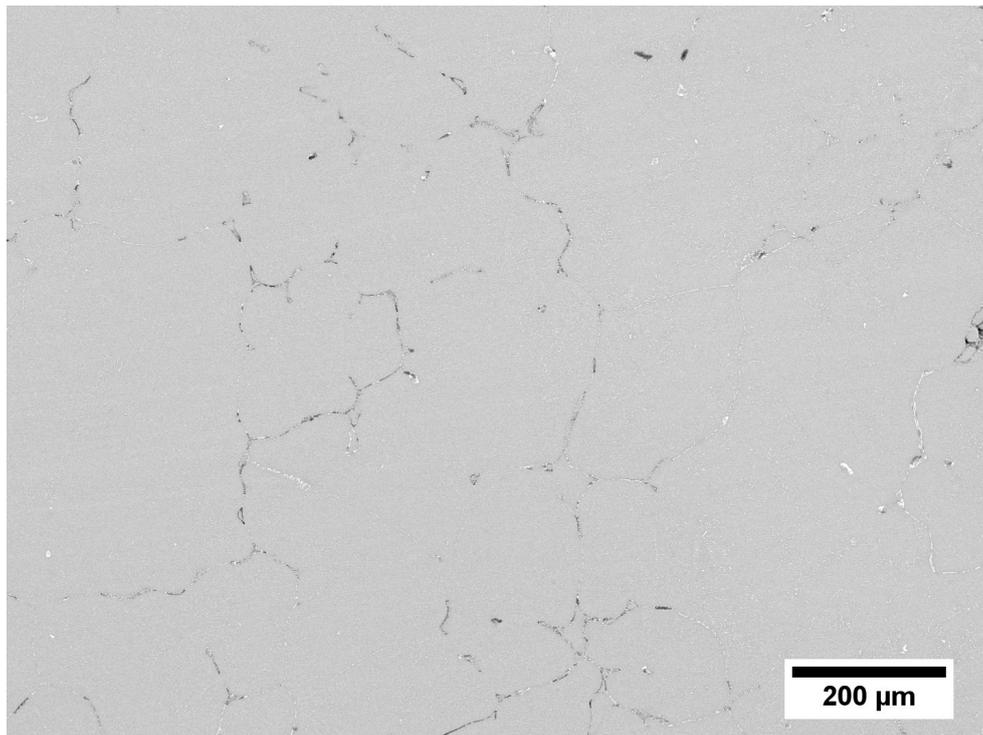
Anhang 72: Legierung B, homogenisiert bei 470 °C, 24 h, 100x



Anhang 73: Legierung C, homogenisiert bei 470 °C, 24 h, 100x

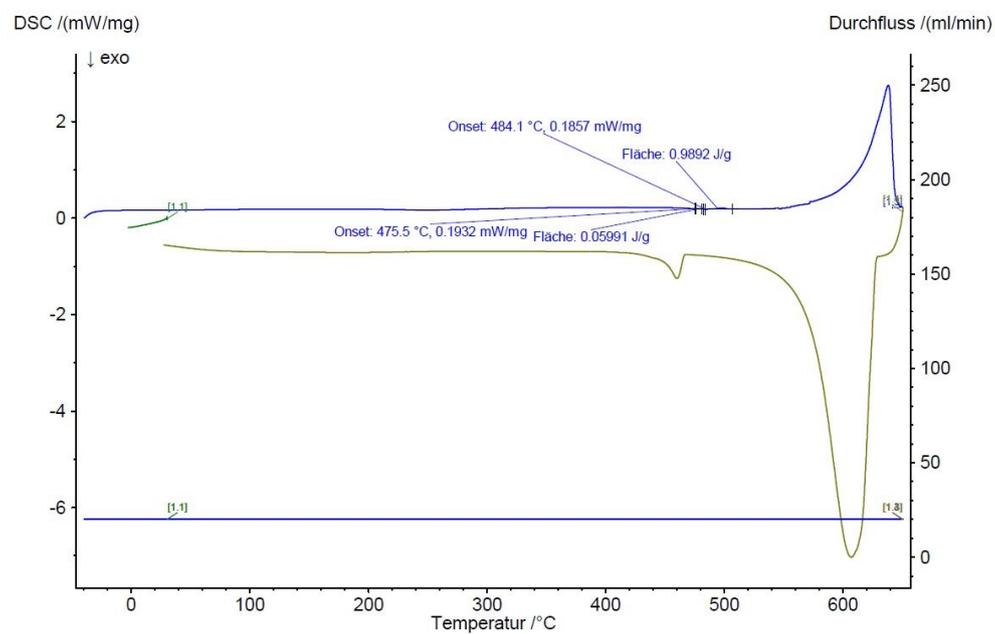


Anhang 74: Legierung D, homogenisiert bei 470 °C, 24 h, 100x

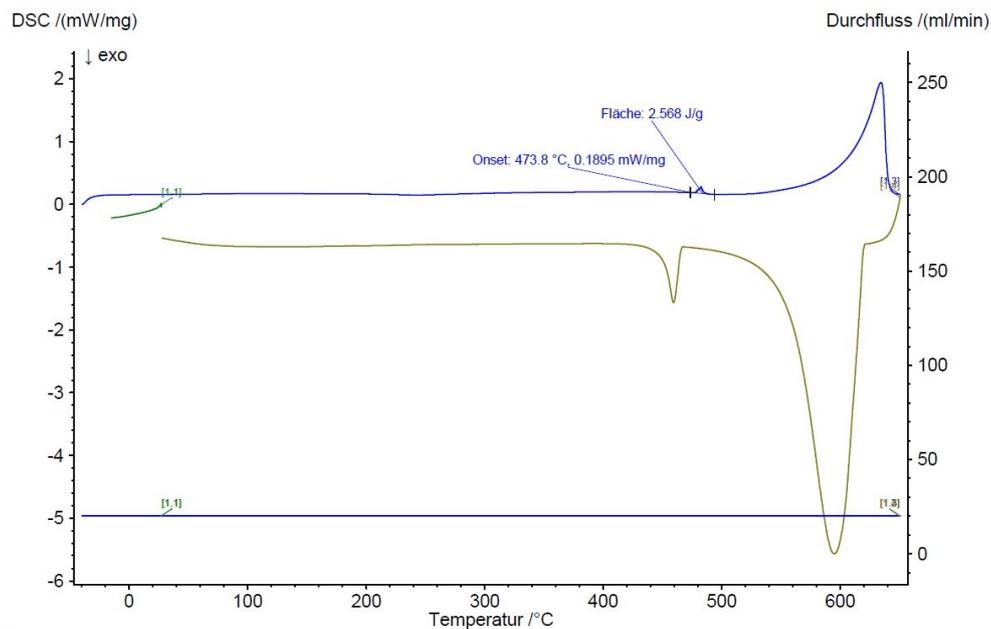


Anhang 75: Legierung E, homogenisiert bei 470 °C, 24 h, 100x

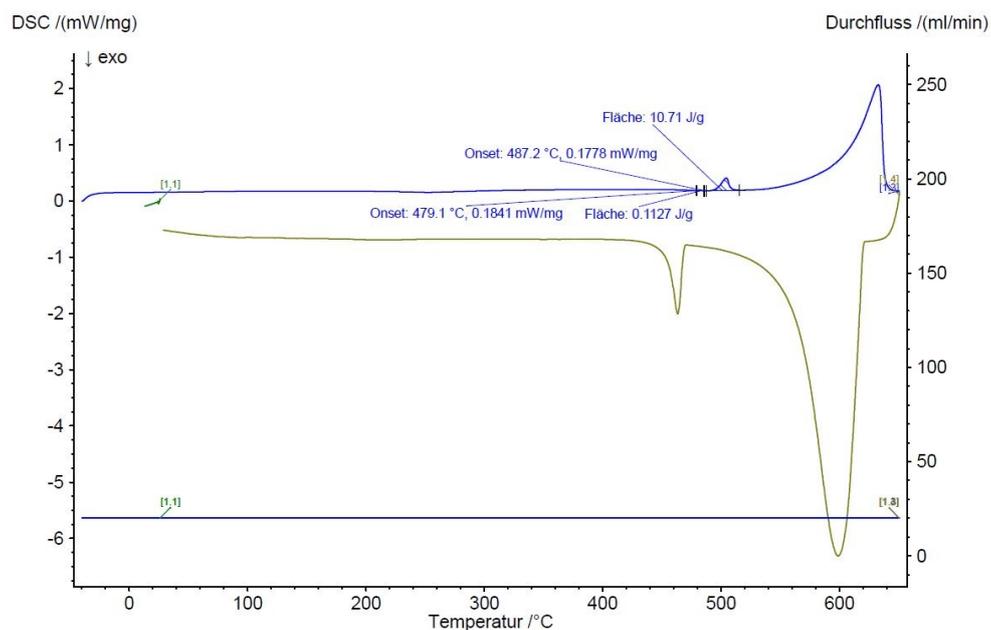
10.13 DSC-Messungen: Homogenisierung bei 470 °C, 48 h



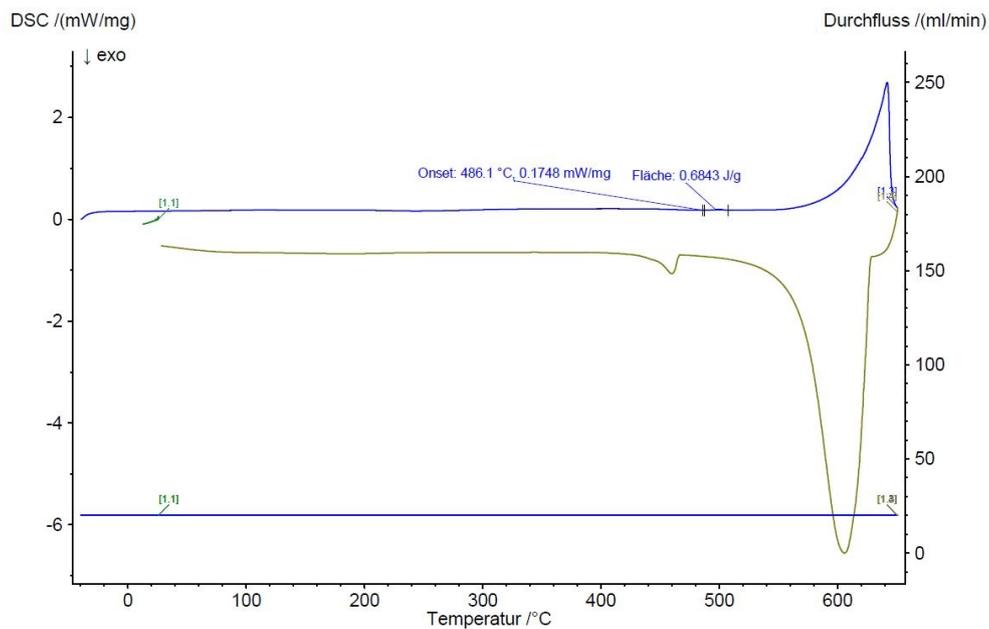
Anhang 76: Legierung A, homogenisiert bei 470 °C, 48 h



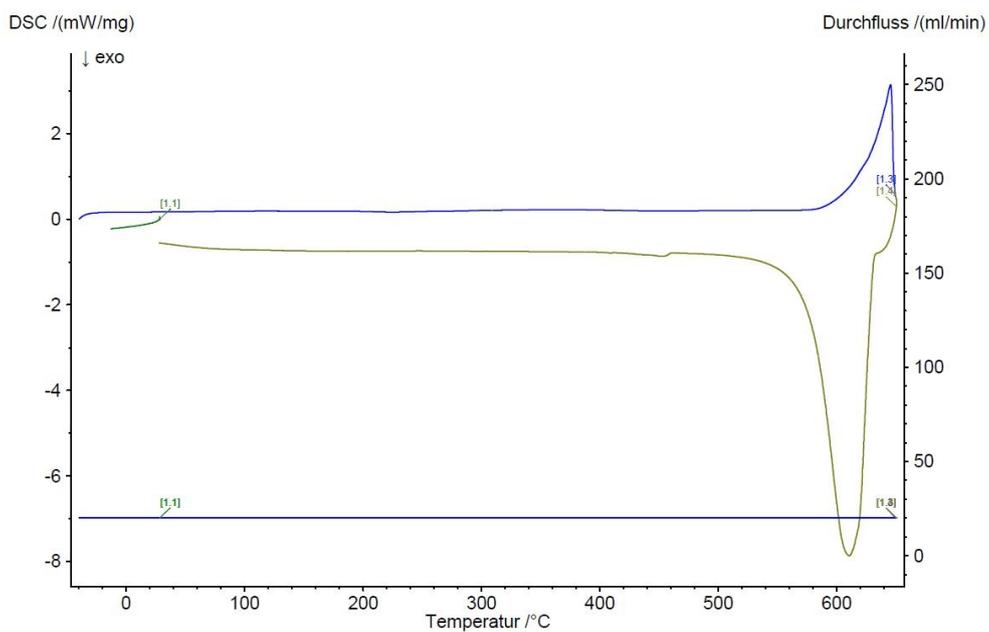
Anhang 77: Legierung B, homogenisiert bei 470 °C, 48 h



Anhang 78: Legierung C, homogenisiert bei 470 °C, 48 h

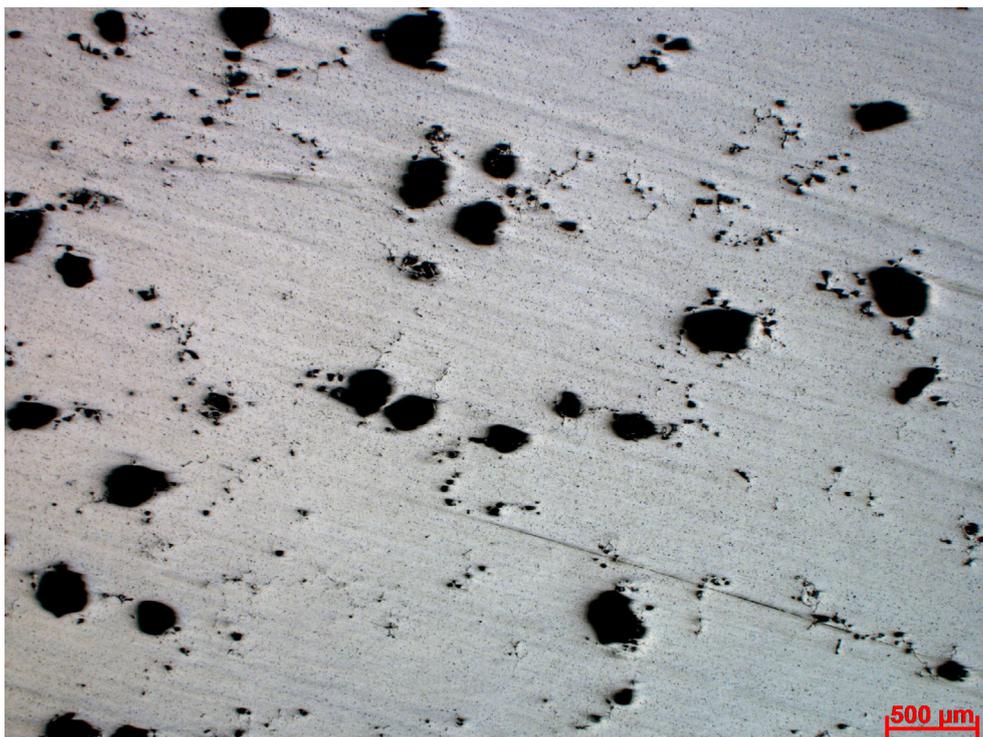


Anhang 79: Legierung D, homogenisiert bei 470 °C, 48 h

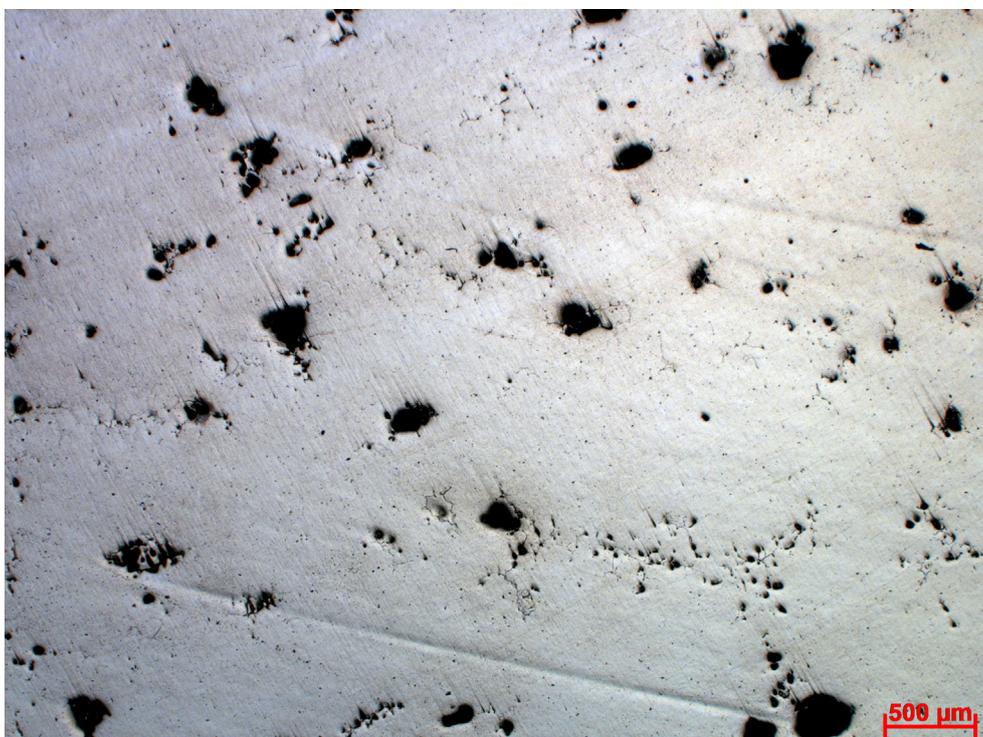


Anhang 80: Legierung E, homogenisiert bei 470 °C, 48 h

10.14 Gefügebildungen: Homogenisierung bei 470 °C, 48 h



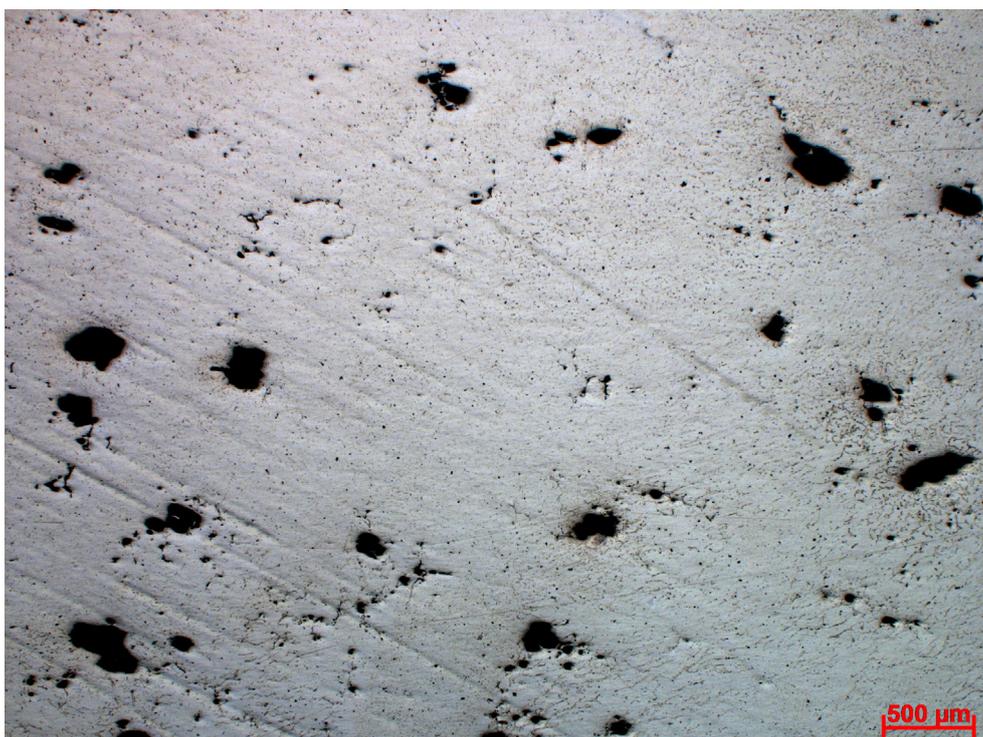
Anhang 81: Schliffbild Legierung A, homogenisiert 470 °C, 48 h, 25x



Anhang 82: Schliffbild Legierung B, homogenisiert 470 °C, 48 h, 25x



Anhang 83: Schliffbild Legierung C, homogenisiert 470 °C, 48 h, 25x

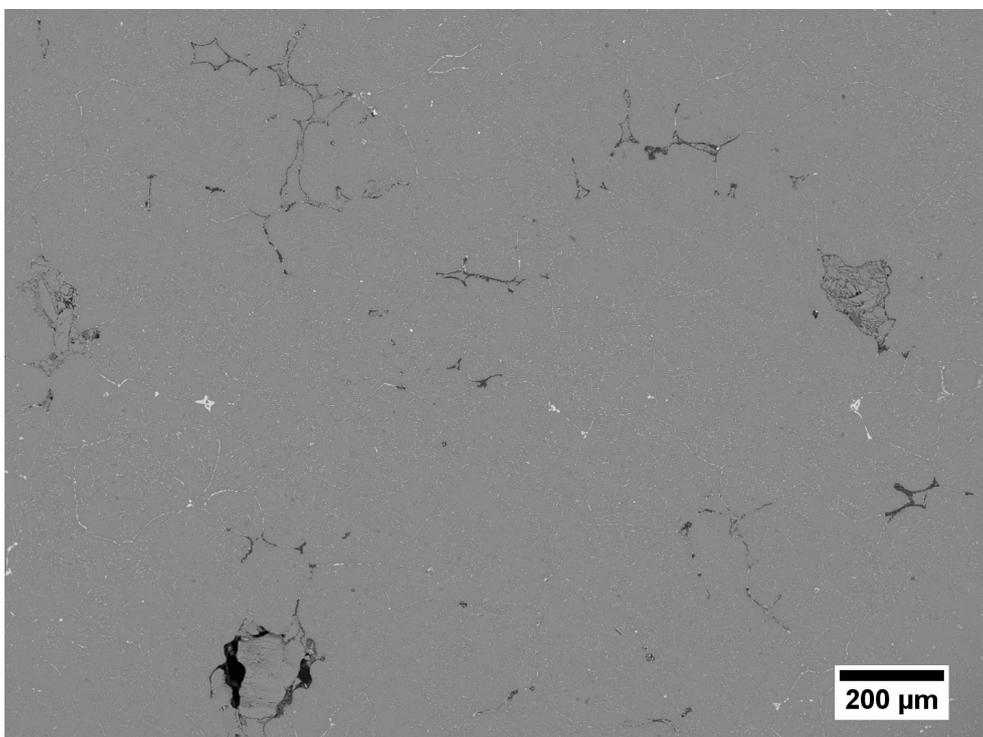


Anhang 84: Schliffbild Legierung D, homogenisiert 470 °C, 48 h, 25x

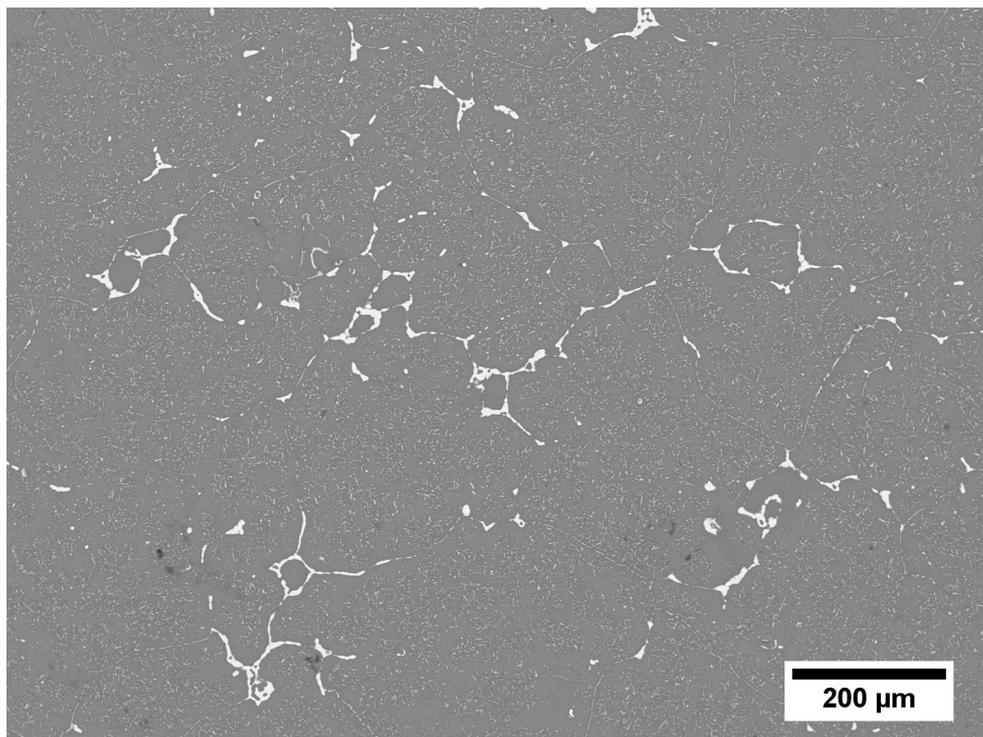


Anhang 85: Schliffbild Legierung E, homogenisiert 470 °C, 48 h, 25x

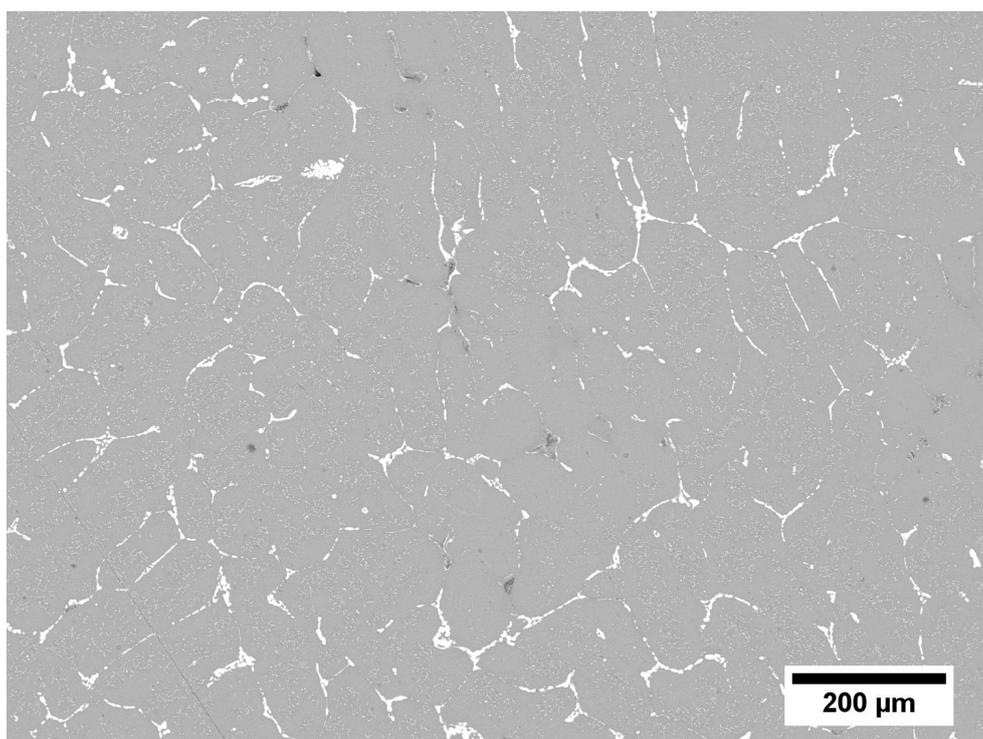
10.15 REM-Aufnahmen: Homogenisierung bei 470 °C, 48 h



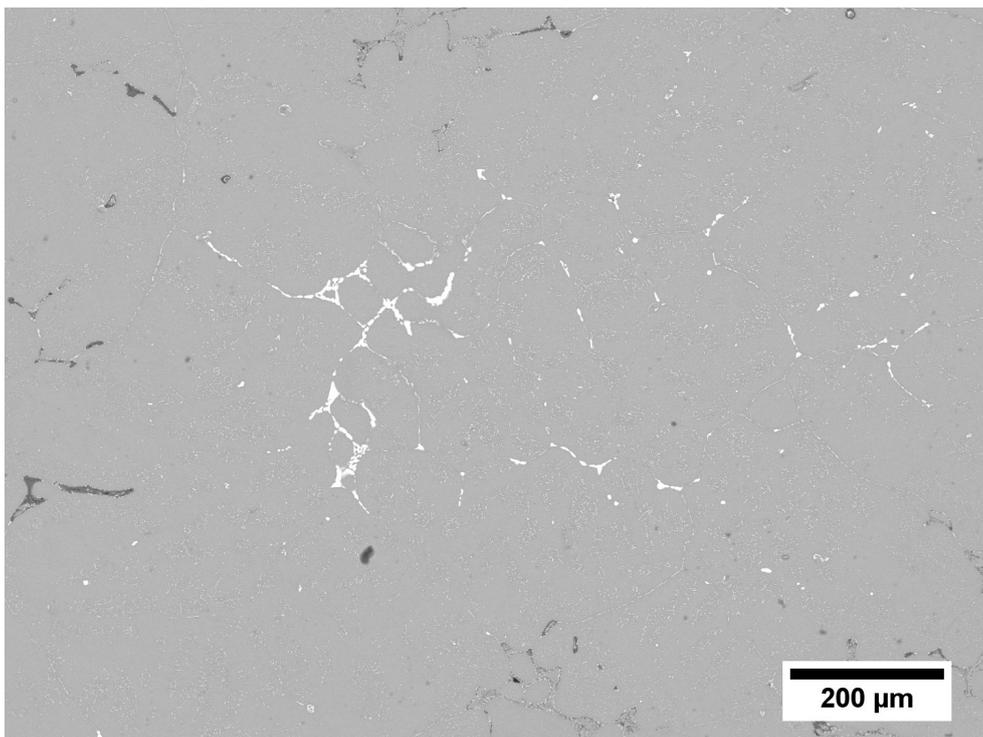
Anhang 86: Legierung A, homogenisiert bei 470 °C, 48 h, 75x



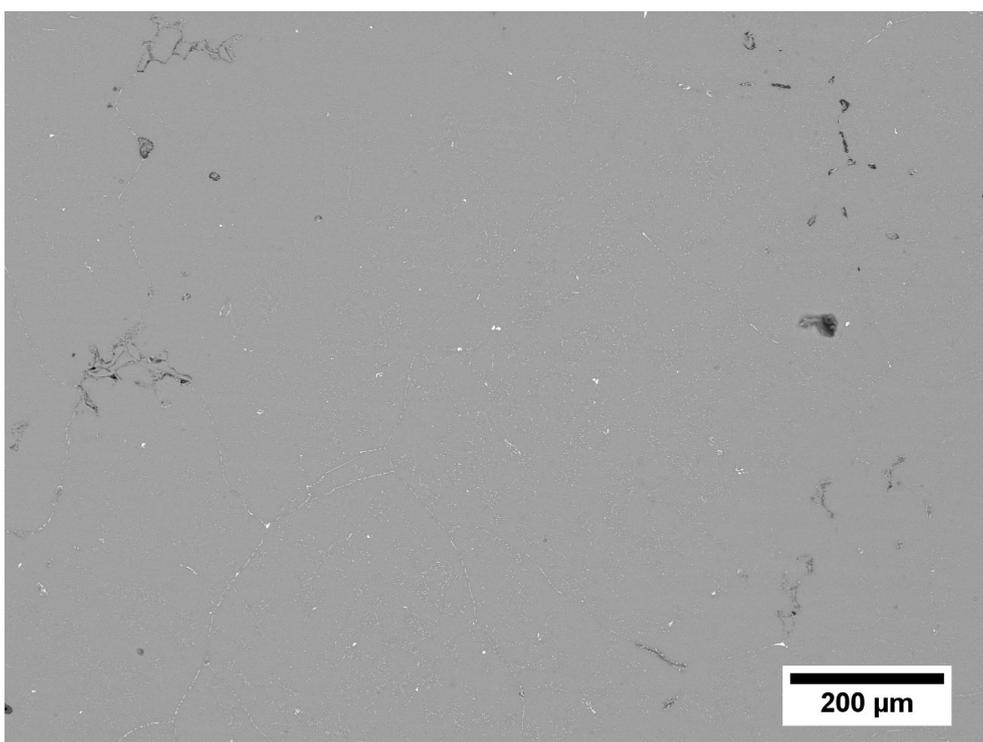
Anhang 87: Legierung B, homogenisiert bei 470 °C, 48 h, 100x



Anhang 88: Legierung C, homogenisiert bei 470 °C, 48 h, 100x



Anhang 89: Legierung D, homogenisiert bei 470 °C, 48 h, 100x



Anhang 90: Legierung E, homogenisiert bei 470 °C, 48 h, 100x

10.16 Gussbarren des vergrößerten Labormaßstabes



Anhang 91: Gussbarren Legierung A



Anhang 92: Gussbarren Legierung B



Anhang 93: Gussbarren Legierung C

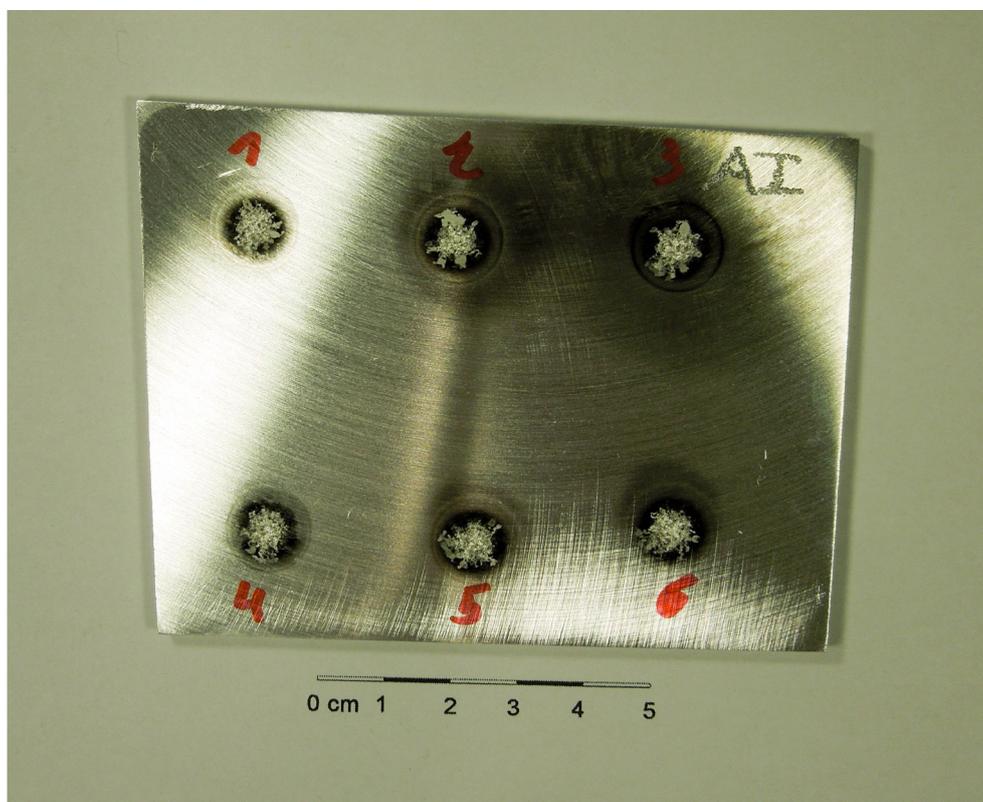


Anhang 94: Gussbarren Legierung D

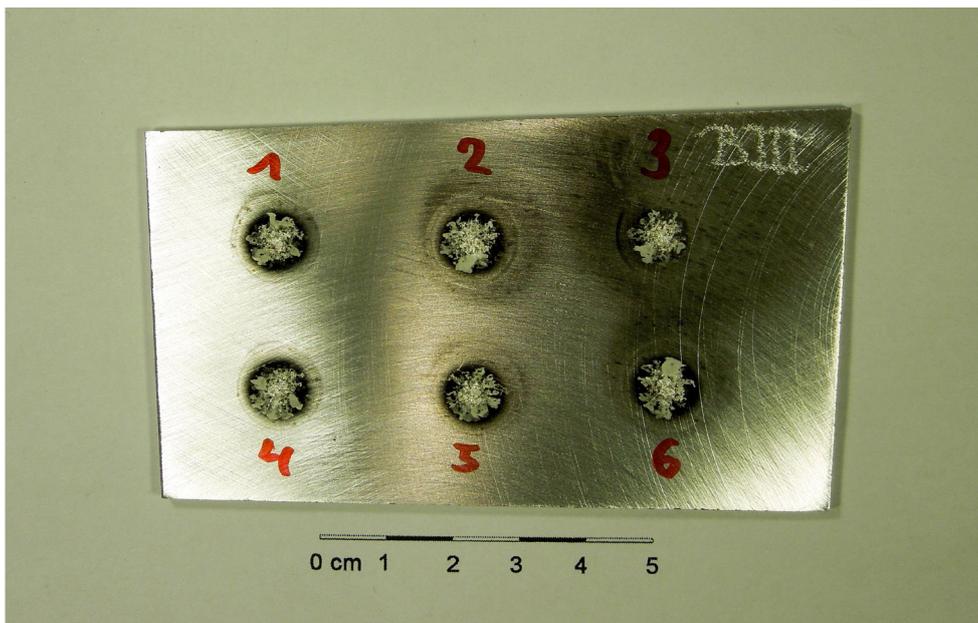


Anhang 95: Gussbarren Legierung E

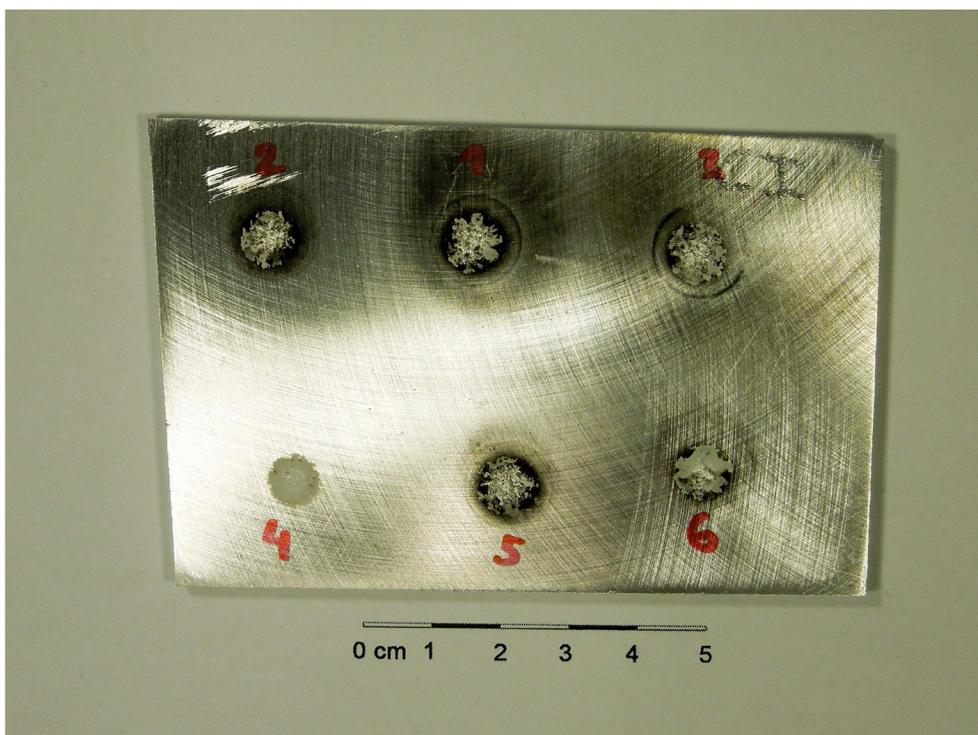
10.17 Funkenanalyse der erzeugten Legierungen



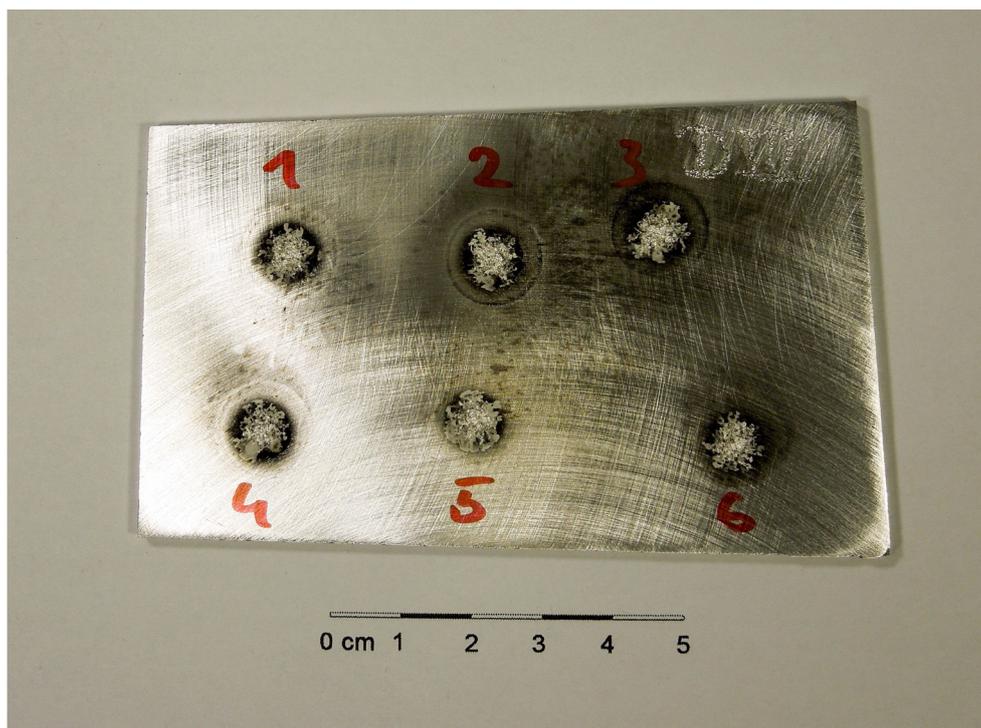
Anhang 96: Abgefunkte Scheibe Legierung A



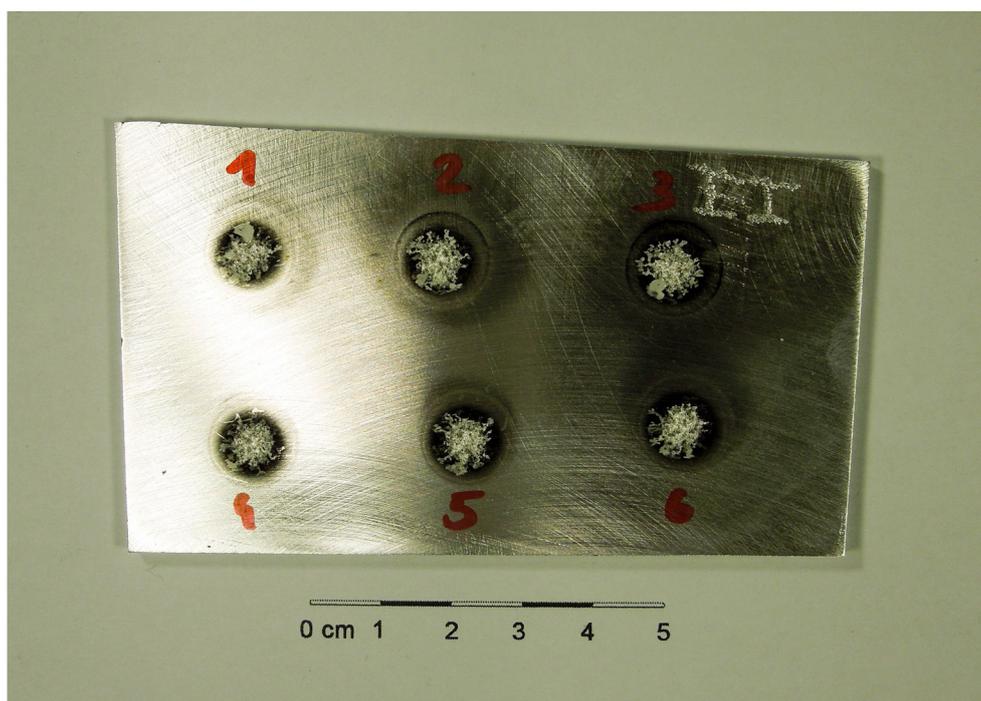
Anhang 97: Abgefunkte Scheibe Legierung B



Anhang 98: Abgefunkte Scheibe Legierung C

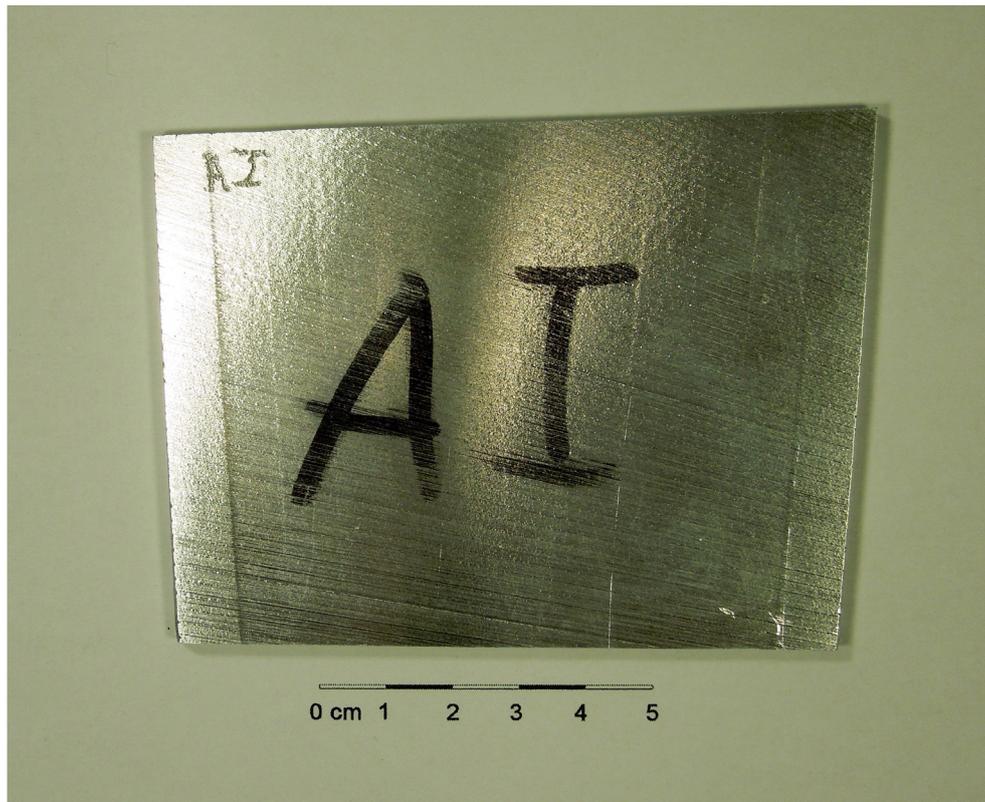


Anhang 99: Abgefunkte Scheibe Legierung D

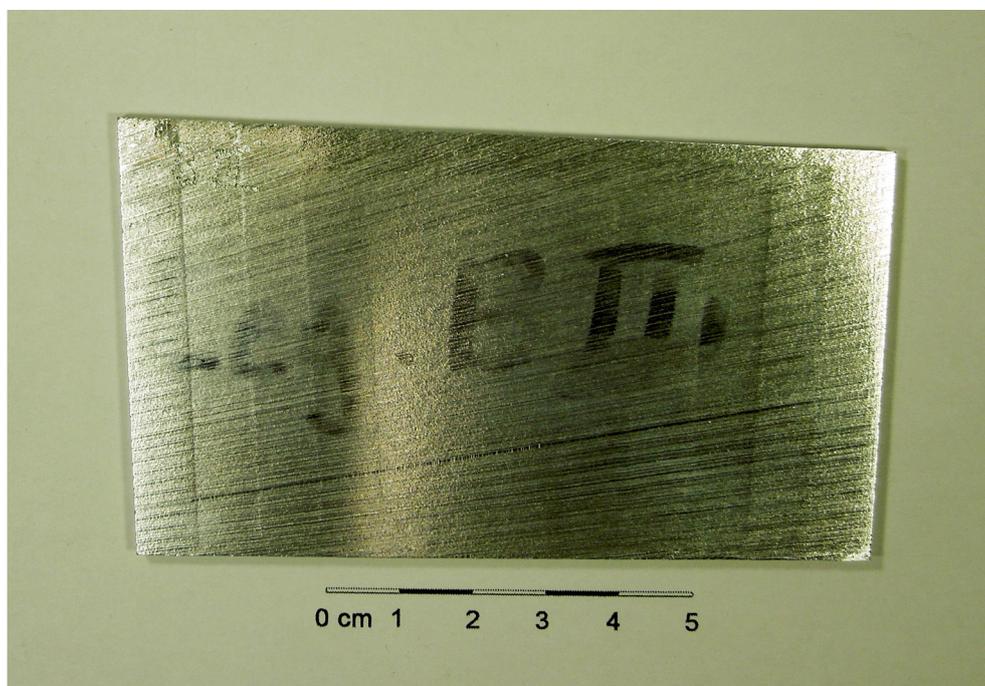


Anhang 100: Abgefunkte Scheibe Legierung E

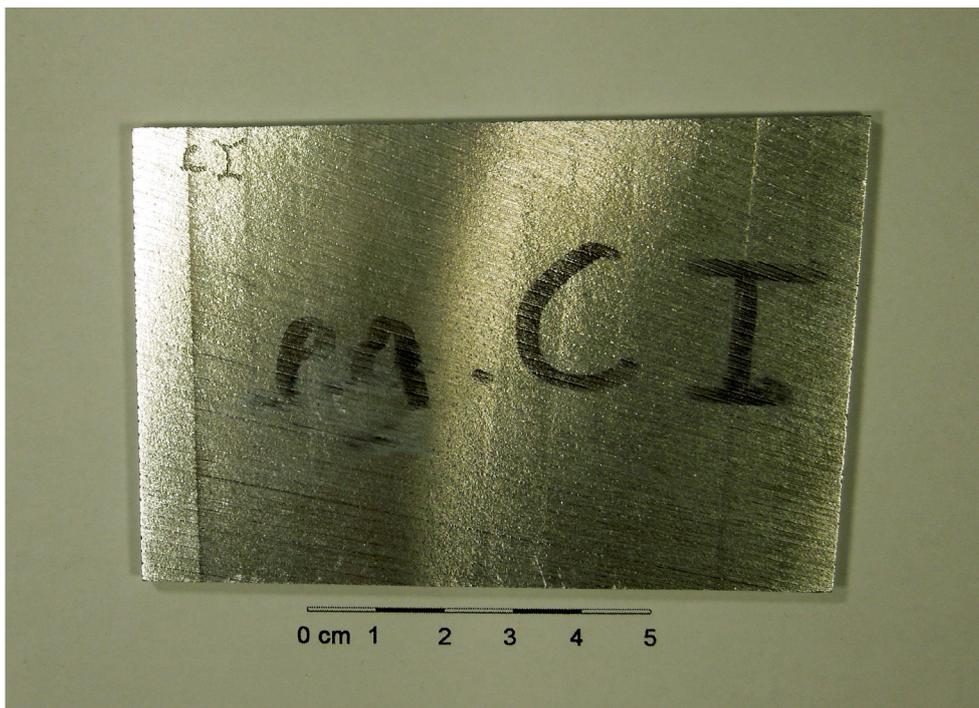
10.18 Beurteilung der Gussqualität



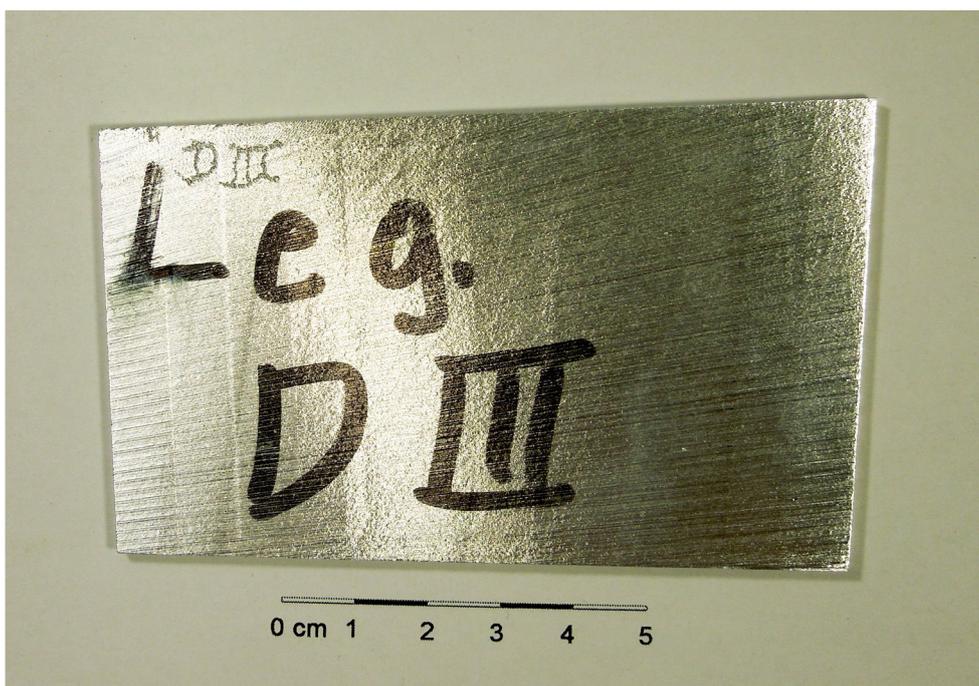
Anhang 101: Gussqualität Legierung A



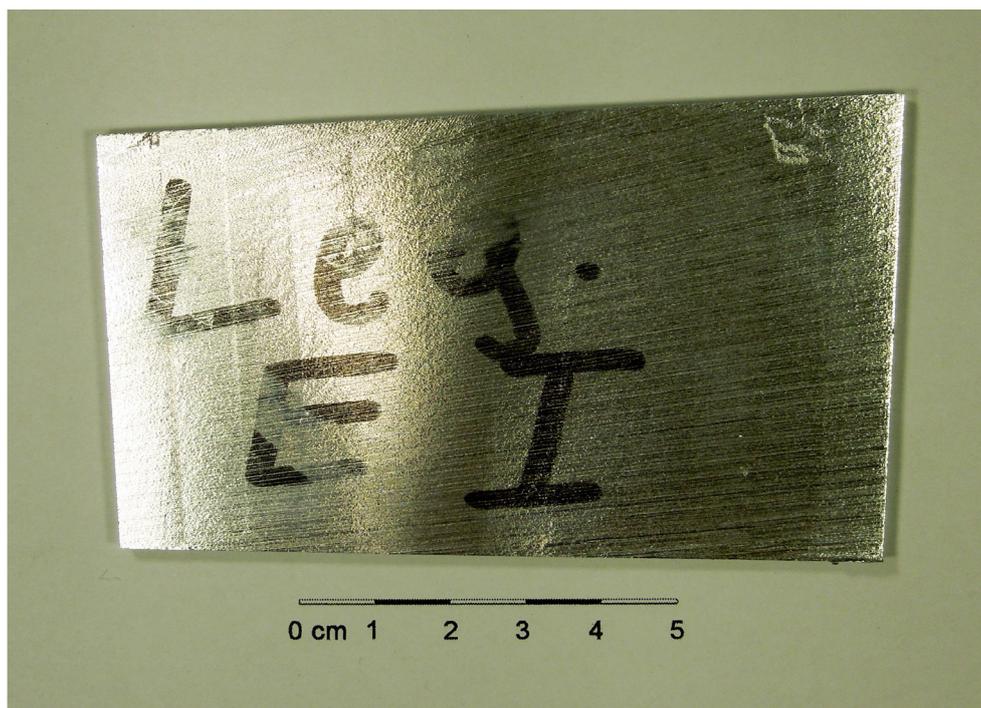
Anhang 102: Gussqualität Legierung B



Anhang 103: Gussqualität Legierung C

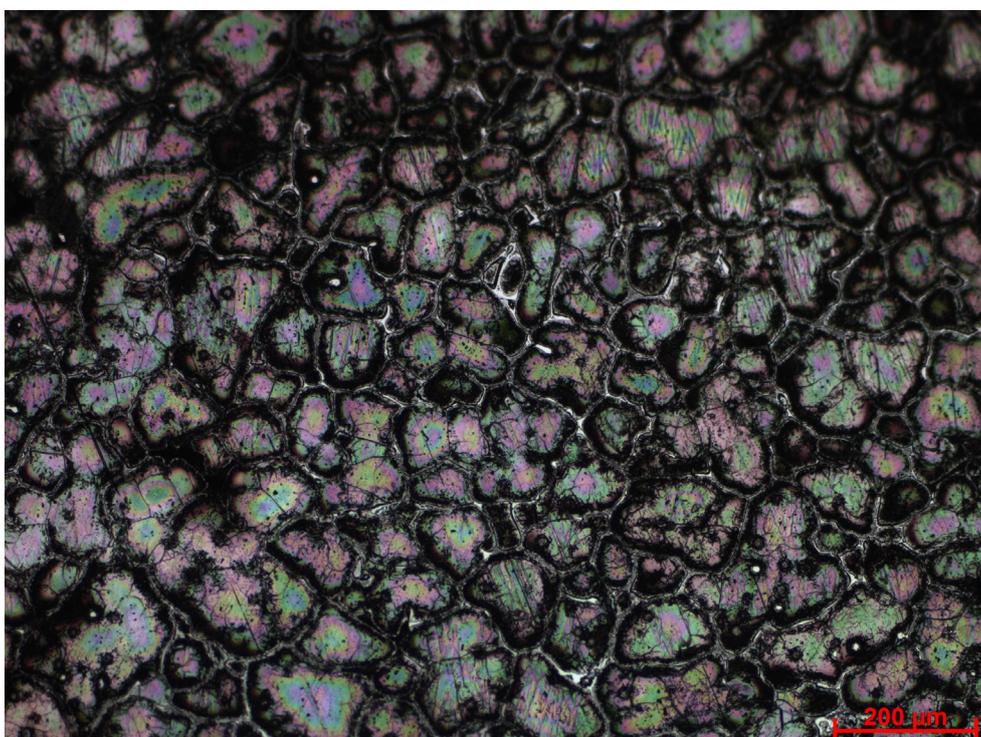


Anhang 104: Gussqualität Legierung D

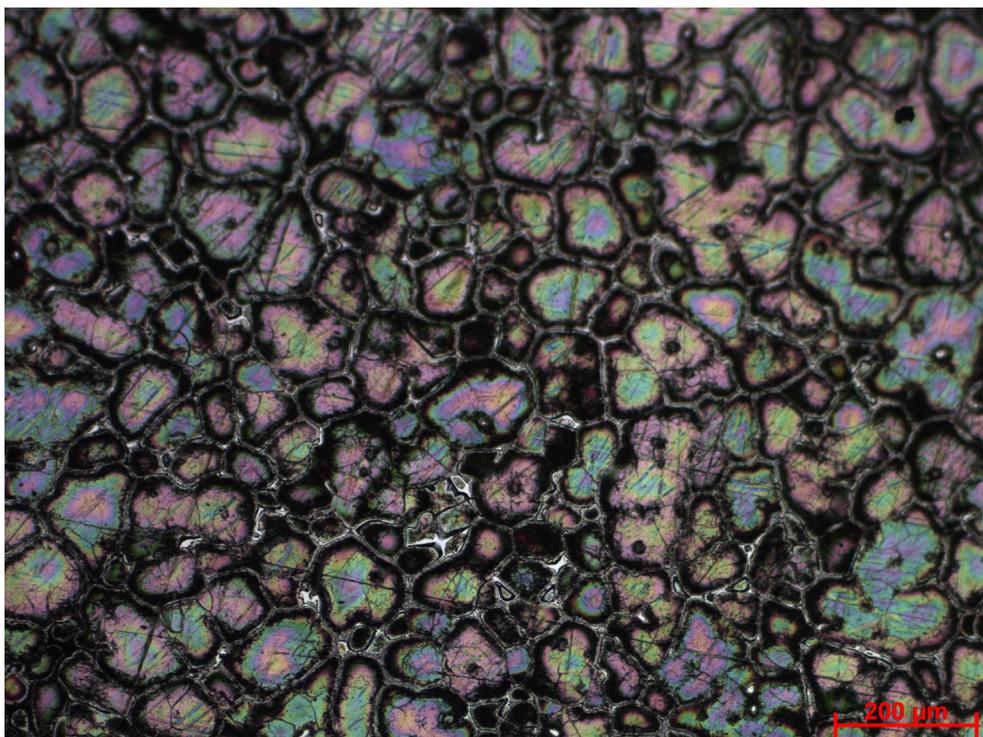


Anhang 105: Gussqualität Legierung E

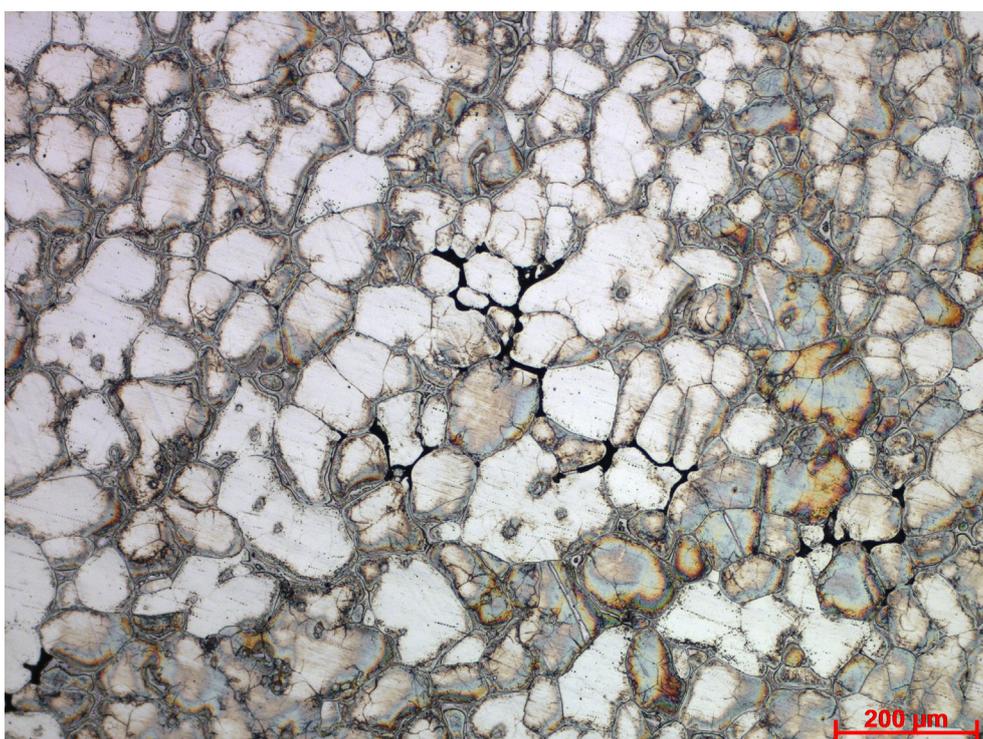
10.19 Gefügeanalyse der Beizscheiben



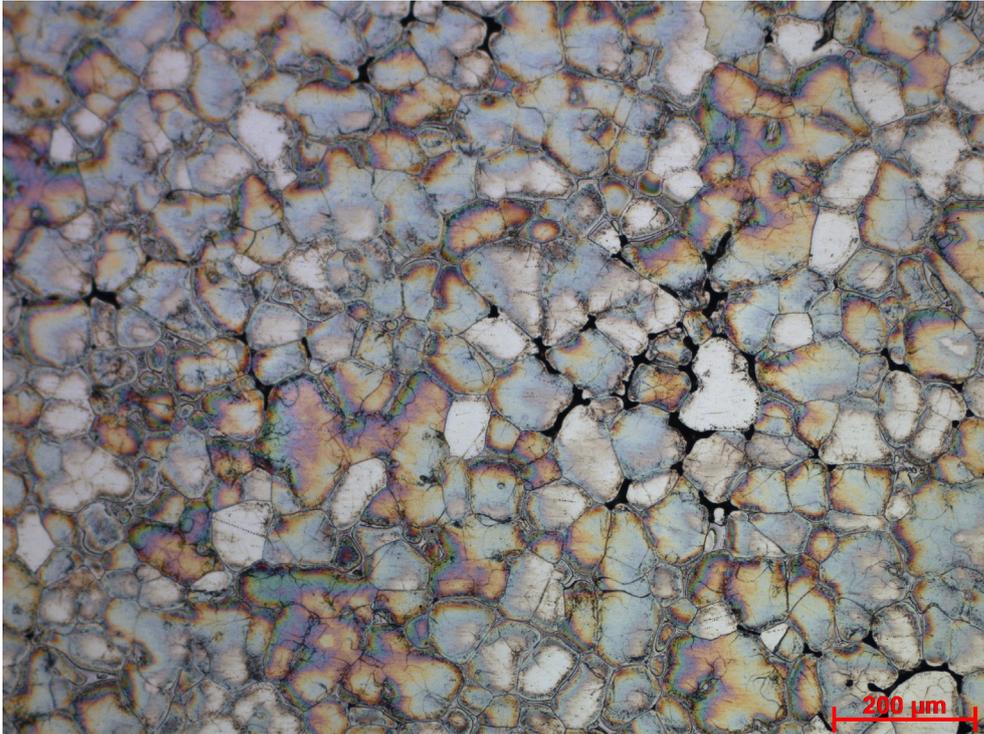
Anhang 106: Randaufnahme Legierung A, 100x



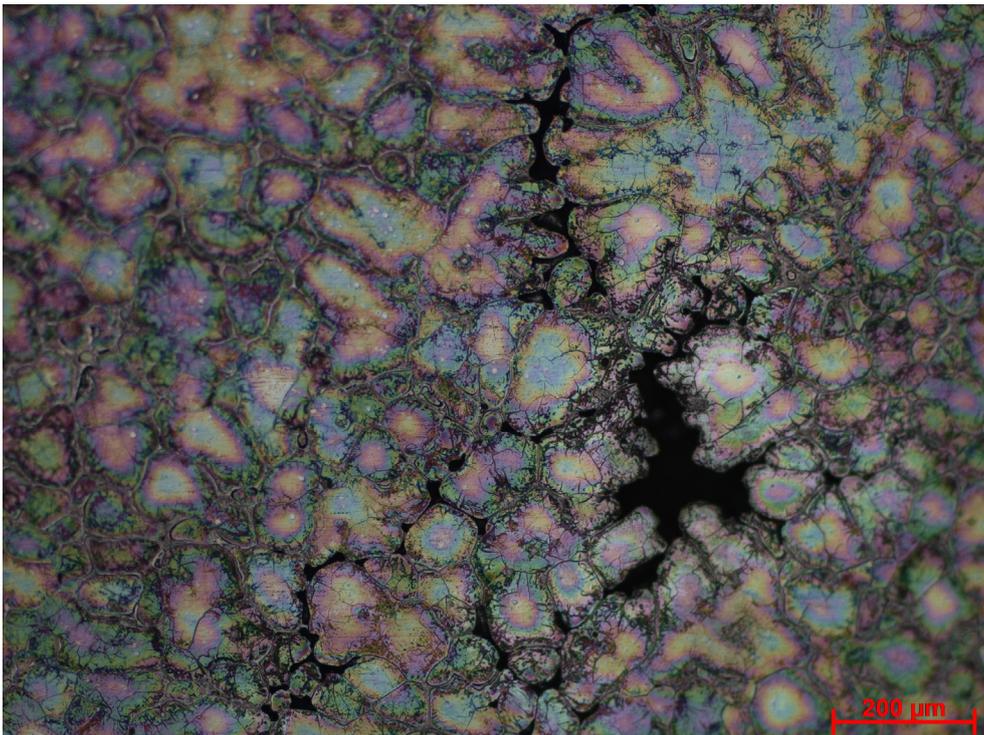
Anhang 107: Gefügebildung aus der Mitte, Legierung A, 100x



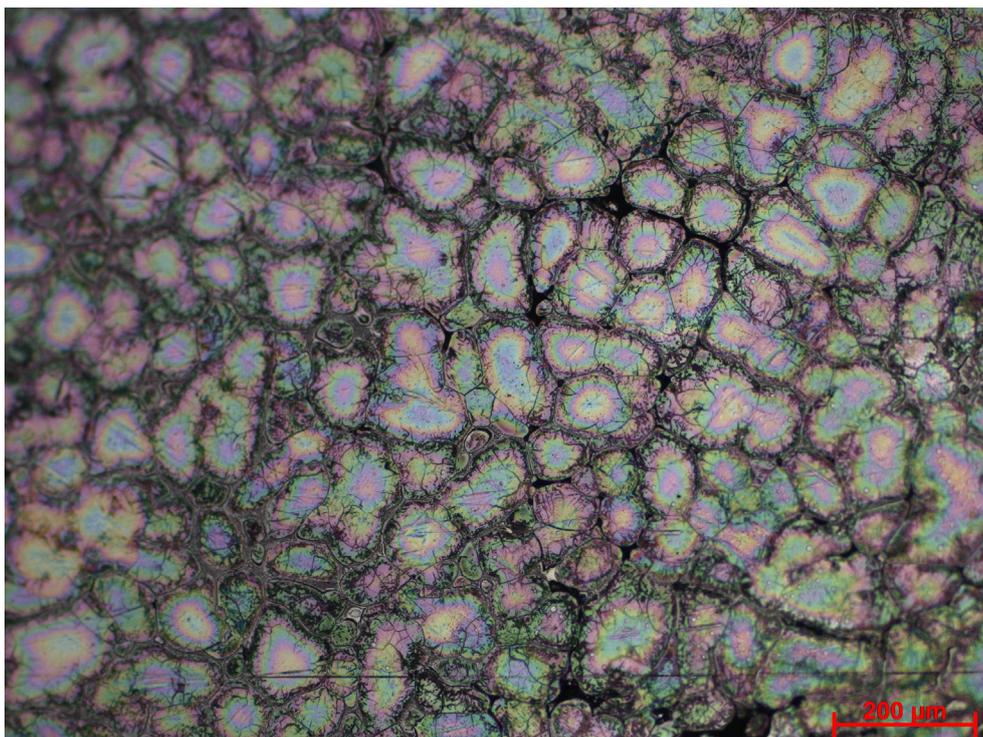
Anhang 108: Randaufnahme Legierung B, 100x



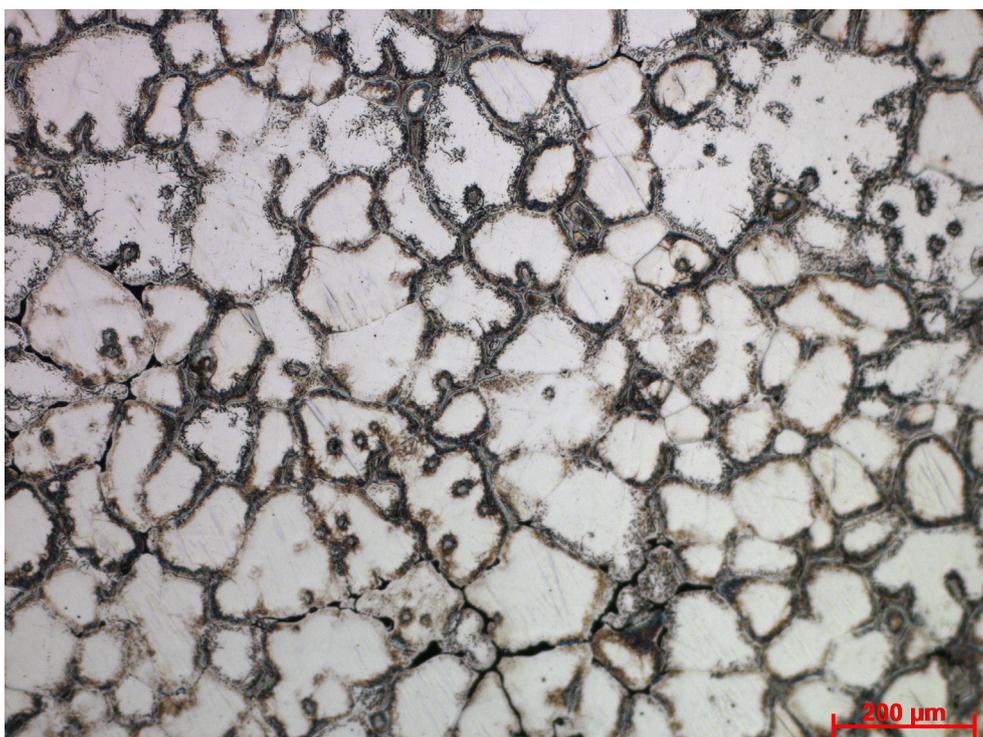
Anhang 109: Gefügaufnahme aus der Mitte, Legierung B, 100x



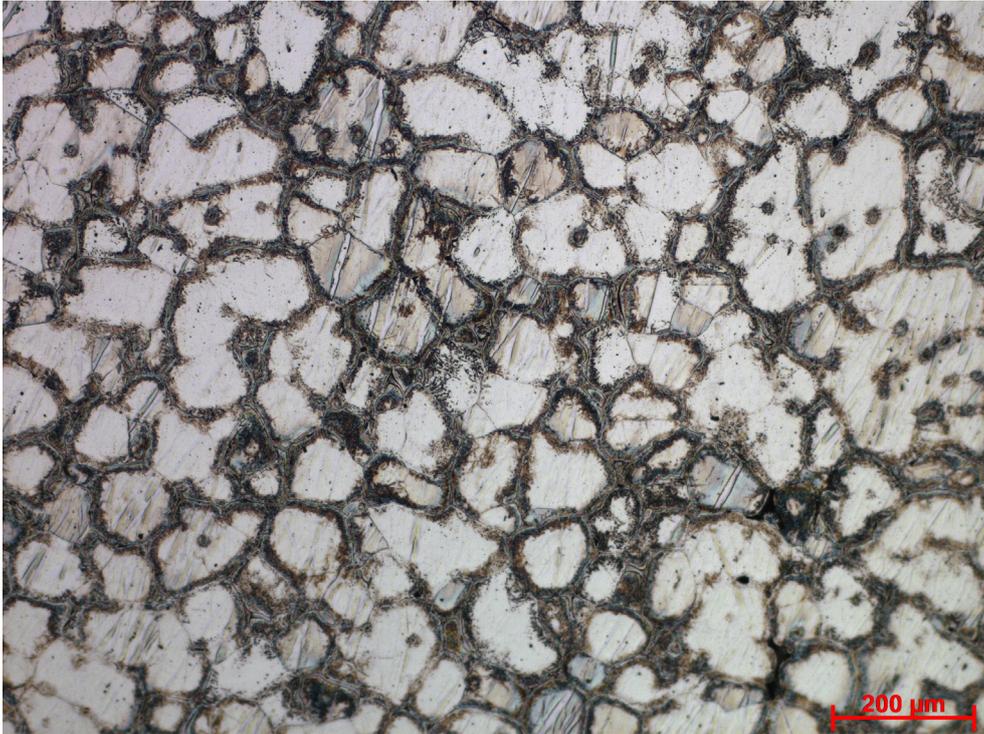
Anhang 110: Randaufnahme Legierung C, 100x



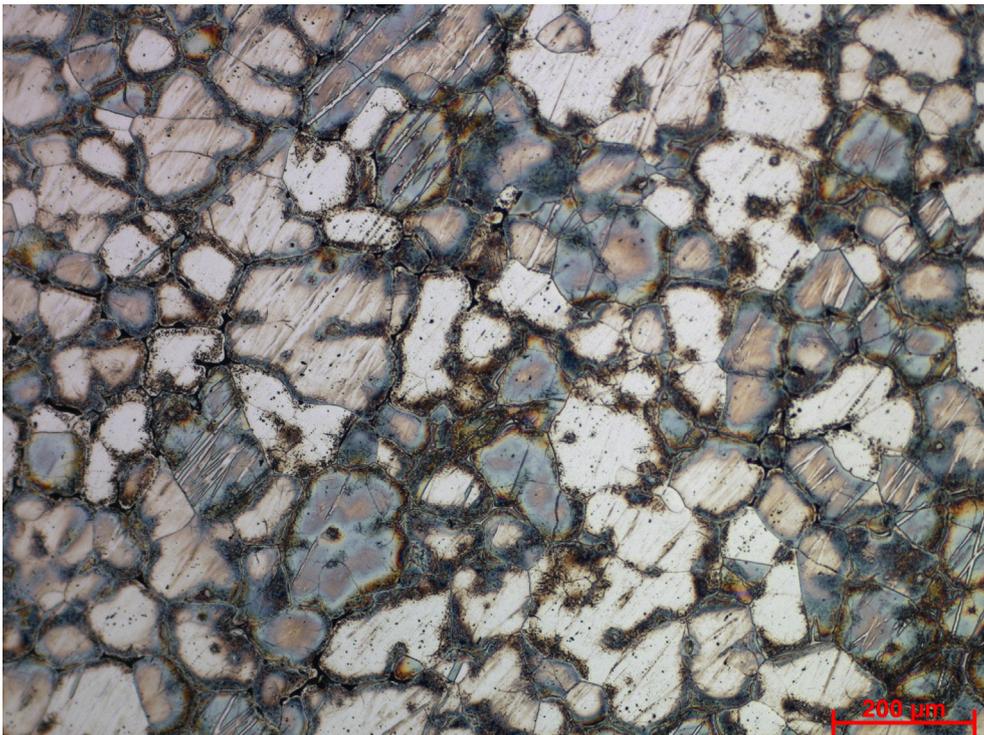
Anhang 111: Gefügaufnahme aus der Mitte, Legierung C, 100x



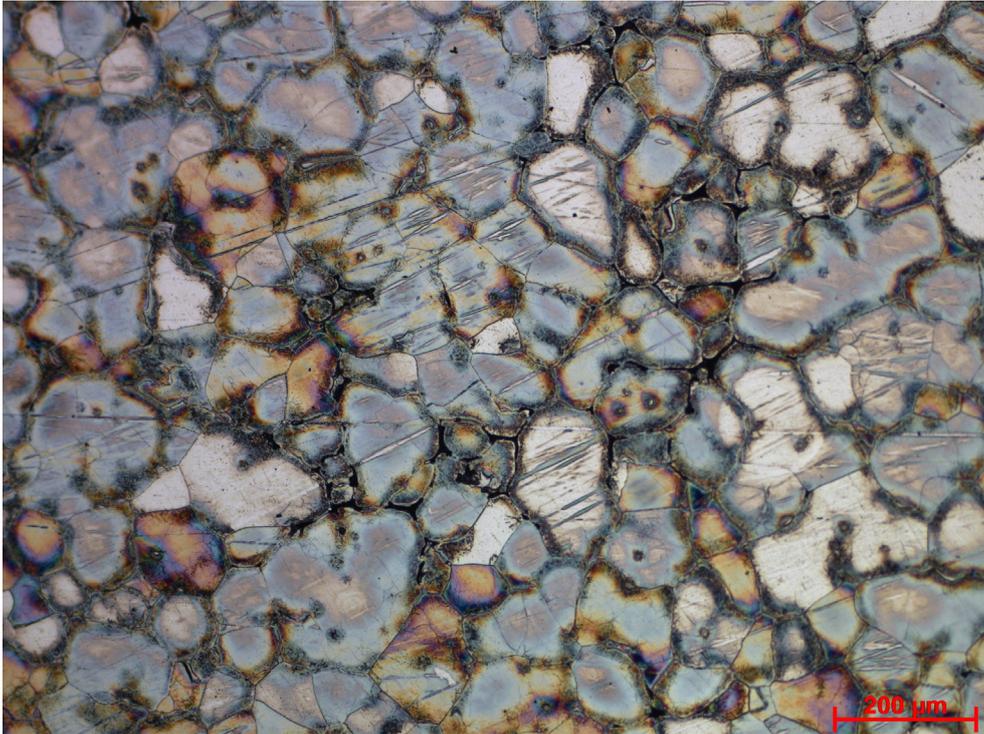
Anhang 112: Randaufnahme Legierung D, 100x



Anhang 113: Gefügaufnahme aus der Mitte, Legierung D, 100x



Anhang 114: Randaufnahme Legierung E, 100x



Anhang 115: Gefügaufnahme aus der Mitte, Legierung E, 100x