

Department Metallurgie – Department of Metallurgy
Nichteisenmetallurgie – Nonferrous Metallurgy



MASTERARBEIT

Thema:

Auswirkung von Elementvariationen auf die Wärmebehandlung und Eloxierbarkeit von EN AW 7075



Ersteller: Franz Michael Waldsam, BSc

Betreuer:

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

Leoben, November 2015

Eidesstattliche Erklärung

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

AFFIDAVIT

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

Franz Waldsam

Leoben, November 2015

Kurzfassung

Bei Aluminiumlegierungen haben sowohl die individuelle chemische Zusammensetzung, als auch der durch Wärmebehandlungen erzeugte Gefügezustand Einfluss auf enthaltene Phasen und damit auf die erzielbare Härte und Eloxierbarkeit. Um eine Untersuchung auf die beschriebenen Zusammenhänge zu ermöglichen, werden in dieser Masterarbeit häufig eingesetzte EN AW-7075-Knetlegierungen (AlZn5,5MgCu) mit einem genormten Gehalt an Zink, Magnesium, Kupfer und weiteren Begleitelementen unterschiedlichen Behandlungen zugeführt. Dabei spielen die bewusste Variation der Hauptlegierungselemente innerhalb der Normvorgabe durch Erschmelzung und unterschiedliche Lösungs- und Ausscheidungsvorgänge vor der eigentlichen Anodisierung eine zentrale Rolle.

Zu Beginn dieser Arbeit findet ein Überblick von den Eigenschaften, Anwendungsgebieten und Herstellungswegen der EN AW-7075, sowie eine genaue Beschreibung der möglichen Behandlungsverfahren mit Eloxieren als Schwerpunkt statt. Zudem ist eine Recherche über die Auswirkungen der einzelnen Gefügephasen nach aktuellem Wissensstand enthalten. Entsprechende Legierungselemente rücken dabei ebenso in den Vordergrund wie die Betrachtung gängiger Glühbehandlungen. Gerade das Lösungsglühen, die Kalt- und vor allem Warmauslagerung stehen im Fokus der Ausarbeitung.

Im praktischen Teil erfolgt die Veranschaulichung der Legierungsherstellung und Probenpräparation (Zuschnitt, Schleifen etc.). Die Datenverarbeitung durch spezielle Computerprogramme, wie beispielsweise Software für die Versuchsplanung sowie Gattierungsrechnung und eine ständige Kontrolle per Funkenspektroskopie ermöglicht die exakte Legierungseinstellung. Zu beachten ist weiters, dass die einzelnen Proben dabei keine Umformung erfahren. Die über eine Aushärtung ermittelten Auslagerungskurven der Legierungsproben liefern anschließend Informationen bezüglich des gefügebedingten Härteverhaltens. Gewünschte Wärmebehandlungszustände lassen sich so gezielt einstellen. Die Eloxierung selbst geschieht in einer Laboreloxieranlage und findet unter konstanten Bedingungen statt. Der einheitlichen Eloxalbehandlung von rein lösungsgeglühten oder zusätzlich ausgelagerten Probenplatten folgt schließlich die Analyse der erzeugten Oberflächen mittels Schichtdickenmessung sowie Licht- und Rasterelektronenmikroskopie.

Die Auswertung der Ergebnisse zeigt eine direkte Abhängigkeit von maximal erreichbarer Oxidschichtdicke zu vorhandenem Werkstoffzustand. So wirken sich enthaltene Elemente der 7075-Legierung in gelöster Form weniger ungünstig aus. Lösungsgeglühte aber nichtausgelagerte Probenstücke produzieren demnach die dicksten Eloxalschichten. Die optimale chemische Zusammensetzung für maximale Schichtdicke liegt dabei im oberen Bereich des zulässigen Kupfergehalts. Härtemaxima entstehen dagegen nur nach Auslagerung und bei höchsten Zink- und Kupferwerten. Generell lassen sich aber sehr dichte Oxidschichten herstellen.

Abstract

For aluminum alloys, both the individual chemical composition, as well as the microstructure caused by heat treatment influence the contained phases and affect attainable hardness and ability to anodize. In order to enable an investigation of the described correlations generally used EN AW-7075 wrought alloys (AlZn5,5MgCu) with a standardized content of zinc, magnesium, copper and other accompanying elements are processed by different specific treatments. Before starting the actual anodizing the deliberate variation of main alloy elements within the standard specification by melting and the different solution and precipitation processing are essential for the examination of the material behavior.

At the beginning of this work, there is an overview of properties, application areas and manufacturing ways of EN AW-7075 and a detailed description of the possible methods of treatment with focus on anodizing. In addition, a research on the impact of different microstructures on the current state of knowledge is included. Related alloying elements and different annealing treatments are the most important part. The solution annealing, the cold ageing and especially the artificial ageing at elevated temperatures are the main focus of investigation.

The practical part of the thesis first illustrates the alloy production and sample preparation (cutting, grinding...). Specific computer programs simplify the design of experiments and support all alloying calculations. Analyses by using spectroscopy are additionally used to achieve the required alloy mixture. It should be noted that the samples aren't rolled in any way during the whole process. Finally the hardening takes place. Then the calculated ageing curves of the alloy samples provide information about the structure-related hardening behavior. Afterwards the desired heat treatment conditions can be set more selectively. The anodizing itself takes place in a laboratory-scaled aggregate under steady state conditions. The uniform anodizing of the solution annealed and precipitated sample plates results in the analysis of the surfaces by oxide thickness measurements, optical microscopy and scanning electron microscopy.

The examination of the results shows a direct dependence of maximum achievable oxide layer thickness to existing microstructural condition. Fully dissolved elements contained in the 7075 alloy affect the artificial layer growth of anodizing less critical and the thickest anodic coatings are made possible. The optimal chemical composition for maximum layer thickness lies in the upper level of the allowed copper content. However hardness maxima only occur after precipitation by ageing and at the highest zinc and copper values according to the standard. In summary, the production of dense oxide layers is nevertheless possible.

Inhaltsverzeichnis

1	EINLEITUNG	1
2	MERKMALE VON ALUMINIUM UND DER KNETLEGIERUNG EN AW-7075	2
2.1 2.1.1 2.1.2 2.1.3 2.1.4 2.1.5 2.1.6 2.1.7	Legierungselemente und allgemeiner Gefügeaufbau Zusammensetzung und Charakteristiken der EN AW-7075 Zink und Zn-Mg-Mischphasen als Ausscheidungshärter Magnesium als Mischkristallhärter und Beta-Phasenbildner Kupfer als Ausscheidungshärter und GP-Zonenbildner Eisen und Silizium als Verunreinigungen Mangan und Chrom als Rekristallisationshemmer Titan als Kornfeiner	4 8 9 .11 .13 .14 .15
2.2 2.2.1 2.2.2 2.2.3 2.2.4	Industrielle Herstellung und Anwendungsgebiete Verarbeitung der Schmelze im industriellen Maßstab Unterschiede zu der Herstellung im Labormaßstab Wasserstoffkrankheit und Gegenmaßnahmen Übliche Anwendungsszenarien und spezielle Anpassungen	.16 .17 .18 .18 .19
3	WÄRMEBEHANDLUNGEN, GEFÜGEAUFBAU UND HÄRTEVERLÄUFE	.20
3.1	Homogenisieren und Lösungsglühen "W"	.23
3.2	Lösungsglühen, Abschrecken und Kaltauslagern "T4"	.25
3.3	Lösungsglühen, Abschrecken und Warmauslagern "T6"	.26
3.4	Lösungsglühen, Abschrecken und Überhärten "T7"	.28
3.5	Klassische Anlagen der Wärmebehandlung und weitere Glühverfahren	.29
4	ANODISCHE OXIDATIONSBEHANDLUNG DER OBERFLÄCHE	.31
4.1 4.1.1 4.1.2 4.1.3 4.1.4	Allgemeiner Ablauf bei der Eloxalbehandlung Erste Oberflächenbearbeitung Reinigen und Beizen der Bauteile Anodisierung in der Elektrolysezelle Abschluss durch Färben und Verdichten	.32 .33 .33 .34 .35
4.2 4.2.1 4.2.2 4.2.3	Eigenschaften der Oxidschicht und Einflussnahme Aufbau und Struktur der Eloxalschicht Auswirkungen der Legierungselemente Wärmebehandlungen und Gefügezustand	.36 .36 .37 .39
5	VERSUCHSAUFBAU UND PRAKTISCHE DURCHFÜHRUNG	.41
5.1 5.1.1 5.1.2	Aufgabenstellung und Planung der Versuche Legierungsschema und statistische Versuchsplanung Überblick von sämtlichen Experimenten	.41 .41 .42
5.2	Herstellung der Legierungsproben	.44

5.2.1 5.2.2 5.2.3	Gattierungsrechnung und Einsatz von Vorlegierungen Erschmelzen, Abguss und Homogenisieren der Blöcke Chemische Analyse und Musterzuschnitt der Proben	44 46 49
5.3	Auslagerungsversuche und Ermittlung des Härteverlaufs	50
5.4 5.4.1 5.4.2	Eloxalbehandlung einer EN AW-7075 bei verschiedenen Gefügezuständen Aufbau der Eloxal-Versuchsanlage am Lehrstuhl Alternative Oberflächenvorbereitung durch Sandstahlen	52 54 55
5.5	Anodisierung aller Legierungsvarianten unter identen Bedingungen	57
6	ERGEBNISSE UND AUSWERTUNGEN	58
6.1	Zusammensetzung der verwendeten Legierungsproben	58
6.2	Messergebnisse der Härteprüfung und Kurvenverlauf	59
6.3	Oberflächenbeschaffenheit nach erster Auslagerung und Eloxierung	60
6.4	Analyse der erzeugten Eloxalschichten und Ermittlung der Elementeinflüsse	63
6.5	Lichtmikroskopische Untersuchung	66
6.6	Rasterelektronenmikroskopie und EDX-Analyse	67
7	DISKUSSION DER ERGEBNISSE	73
7.1	Beschaffenheit der erzeugten Legierungen	73
7.2	Härtemessung und Auslagerungskurven	74
7.3	Oberflächeneigenschaften nach Anodisierung	75
8	ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK	77
9	LITERATURVERZEICHNIS	78
10	ABBILDUNGSVERZEICHNIS	82
11	TABELLENVERZEICHNIS	89
12	ANHANG	91

1 Einleitung

Aluminium ist mengenmäßig nach Stahl das zweitwichtigste Gebrauchsmetall. Außergewöhnlich sind seine geringe Dichte und günstigste mechanische Eigenschaften gerade bei Legierungen. Die hohe spezifische Festigkeit ermöglicht Energie- bzw. Treibstoffeinsparung im Verkehrssektor sowie die allgemein geforderte CO₂-Reduktion. Weitere herausragende physikalische Eigenschaften, wie die hohe Leitfähigkeit für elektrischen Strom und Wärme, gestatten den Einsatz im Bereich der industriellen Energietechnik. Auch die Verarbeitung durch Umformung hin zu komplizierten Profilen und Rohren stellt kein Problem dar. [1–3]

Die sich automatisch bildende dichte Passivschicht erlaubt zusätzlich die Verwendung in einem weiten pH-Bereich (4,5 bis 8,5) und gewährleistet Korrosionsbeständigkeit auch ohne nachträgliche Lackierung oder Beschichtung. Reicht diese natürliche Schutzschicht nicht aus, kann sie künstlich über das bekannte Eloxal-Verfahren eine Verstärkung erfahren. Die Schaltung solcher Werkstücke als Anode (Oxidation) stellt dabei einen Sonderfall in der Galvanik dar. Die so erzeugten Oberflächenschichten besitzen einen erhöhten Verschleißwiderstand und gesteigerte chemische Beständigkeit. Dementsprechend ergeben sich Automobil- und Maschinenbausektor als Anwendungsgebiete. [1,2,4,5]

EN AW-7075-Knetlegierungen erreichen durch ihre gute Aushärtbarkeit hohe mechanische Festigkeiten, wobei die typische Nutzung im Flugzeug-, Fahrzeug-, und Werkzeugbau erfolgt. Der erhöhte Anteil an Legierungselementen führt jedoch zu einer Verminderung der Korrosionsbeständigkeit und erschwert in weiterer Folge die reibungslose Eloxierung. Der vorhandene Gefügezustand hat dabei Einfluss auf dieses Verhalten. Eine Glühbehandlung wäre folglich in der Lage, störende Elemente im Mischkristall zu lösen und die Eloxierbarkeit könnte sich so womöglich steigern. [1,3,4,6]

Um diese These für eine entsprechende Legierung auch zu bestätigen, kommt es im Rahmen der vorliegenden Masterarbeit zu einer umfangreichen Literaturrecherche und zur Durchführung praktischer Versuche. Hauptaugenmerk liegt dabei einerseits auf der Variation der Hauptlegierungselemente einer 7075-Legierung (Zn, Mg, Cu) innerhalb der Norm und andererseits auf der Umsetzung verschiedener Wärmebehandlungszustände. Die Lösungsglühbehandlung und das weitere Ausscheidungsverhalten der aushärtbaren Knetlegierung gilt es zu untersuchen, sowie auch die eigentliche Wirkung auf die Bildung möglicher Eloxalschichten. Die gewonnenen Erkenntnisse können anschließend im Bereich der Legierungserzeugung und Oberflächenbehandlung Anwendung finden. [1,3]

1

2 Merkmale von Aluminium und der Knetlegierung EN AW-7075

Aluminium und seine Legierungen zeichnen sich durch ein breites Eigenschafts- und Anwendungsspektrum aus. Einen Überblick von dieser Vielfalt an verschiedenen Charakteristika gibt dabei Abbildung 2-1. Besondere Beachtung findet die Knetlegierung EN AW-7075, welche im warmausgelagerten Zustand T6 eine Zugfestigkeit von mindestens 565 N/mm² und weit darüber (siehe auch Abbildung 3-9) liefern kann. Weitere Wärmebehandlungszustände des AlZnMg(Cu)-Werkstoffs sind jedoch infolge der geforderten Eloxierung ebenso von Bedeutung. [1,2,7,8]



Abbildung 2-1: Vergleich der Zugfestigkeiten R_m (in N/mm²) und wichtigsten Eigenschaften verschiedener Aluminiumwerkstoffe, blaue Markierung zeigt den Bereich von 7xxx-Legierungen [1]

Im Allgemeinen erhöht sich die Festigkeit (R_m , $R_{p0,2}$) durch steigenden Legierungsanteil. Weitere Effekte wie die zunehmende Kaltverfestigung durch Umformung und eine optionale Aushärtung von Phasen über Auslagerungsvorgänge kommen hinzu. Die Dehngrenze $R_{p0,2}$ vergrößert sich im Aushärtungsverlauf ebenso wie beim Verformen rascher als die Zugfestigkeit R_m und führt zu einer Abnahme der Umformbarkeit. Beliebige Steigerungen sind wegen der sich somit verschlechternden Duktilität nicht praktikabel und angedachte Ausscheidungshärtungen sollten im Hinblick auf erhöhte Sprödigkeit erst nach einer abschließenden Umformung erfolgen. [1,9]

Der große Einfluss einer Wärmebehandlung bzw. des vorhandenen Werkstoffzustands (siehe auch Kapitel 3) spiegelt sich im breiten Bereich möglicher Zugfestigkeiten der einzelnen Aluminium-Knetwerkstoffe wider, wobei gerade die stark aushärtbaren 2xxx- und 7xxx-Legierungen diese Aussage untermauern (siehe Abbildung 2-2). Aushärtungsbehandlungen sind dabei generell mit den Legierungen des Typs AlCuMg, AlMgSi, AlZnMg und AlZnMgCu möglich. [1,3,7]



Abbildung 2-2: Zugfestigkeitsbereiche nach DIN EN 573.3 spiegeln großen Einfluss unterschiedlicher Werkstoffzustände wider, die 7075 in rot und die in blau markierten Legierungen gelten als gut aushärtbar [1]

Eine Besonderheit von Aluminium und Al-Legierungen allgemein ist die geringe Dichte. Diese führt gemeinsam mit den bereits genannten mechanischen Eigenschaften (siehe Abbildung 2-2) zu einer hohen spezifischen Festigkeit. Die damit ermöglichte Leichtbauweise und daraus folgende Energieeinsparungen machen den Einsatz als Konstruktionswerkstoff besonders populär. Weitere herausragende physikalische Merkmale sind die hohe elektrische Leitfähigkeit (ca. 60 % von Cu) und Wärmeleitfähigkeit (gewichtsbezogen doppelt so hoch wie bei Cu), sowie die relativ konstante Wärmeausdehnung (siehe Tabelle 2-1). Bei der Konstruktion von Wärmeübertragern gilt Aluminium daher als praktikabler Ersatz für teures Kupfer. Bisher gilt das Metall auch weitgehend als gesundheitlich unbedenklich (in vielen Grundnahrungsmitteln natürlich enthalten) und macht den Gebrauch im Lebensmittelsektor naheliegend. [1,2,9–11]

Material/ Bezeichnung	Dichte kg/dm ³	Erstarrungs -bereich °C	Elektrische Leitfähigkeit m/Ωmm ²	Wärmeleitfähig- keit in W/m·K	Wärmeausdehnung in 10 ⁻⁶ K ⁻¹
Al 99,98/ Reinst-Al.	2,70	660	37,6	232	23,6
Al 99,5/ Rein-Al.	2,70	646-657	34-36	210-220	23,5
EN AW-7075/ AlZn5,5MgCu	2,80	480-640	19-23	130-160	23,4

Tabelle 2-1: Gegenüberstellung von Reinstaluminium, Reinaluminium und EN AW-7075 [1,2,12]

Der unedle Charakter des Aluminiums (Standardelektrodenpotenzial $U_{H} = -1,66$ V laut elektrochemischer Spannungsreihe) ermöglicht die Verwendung als Desoxidationsmittel in der Stahlindustrie, sowie als Reduktionsmittel in der Metallothermie. Die entscheidende Besonderheit für den Einsatz als Konstruktionswerkstoff liegt neben der hohen spezifischen Festigkeit auch in der sich von allein bildenden, dichten Oxidschicht. Aluminium und dessen Legierungen überziehen sich an der Atmosphäre mit einer amorphen Al₂O₃-Schicht (Korund), welche selbst nach einer mechanischen Verletzung durch Selbstpassivierung nachwächst. Dieser dünne, aber undurchlässige Aufbau verhindert eigenständig die weitere Oxidation (Selbsthemmung) und bietet überdies noch erhöhte Korrosionsbeständigkeit (siehe Abbildung 4-1). Die sich natürlich formierende Schichtdicke liegt dabei im Bereich von 5 bis 20 nm. Muss darüber hinaus eine erhöhte Beständigkeit gegen verschiedenste Umgebungsmedien gegeben sein, so bietet sich eine künstliche Verstärkung dieser elektrisch isolierenden Schutzschicht über das Eloxieren an. Die Beschreibung der Eloxalbehandlung, sowie Einfluss und Einbau vorhandener Legierungselemente finden sich dabei in Kapitel 4. [1,2,5]

2.1 Legierungselemente und allgemeiner Gefügeaufbau

Aluminium und seine Legierungen bestehen aus sehr vielen Körnern, welche alle als kubisch-flächenzentrierte Gitter (kfz) auskristallisieren. Die übliche Korngröße beläuft sich um die 35 µm und fallweise auch weniger. Hinzukommende Kristallfehler bilden zusammen mit diesem Aufbau die Grundlage für nahezu alle Eigenschaften des Metalls. Gewünschte Festigkeitssteigerungen können so grundsätzlich über eine Erschwerung oder Blockierung von Gleitrouten für Versetzungen erreicht werden. Bestimmte Gitterfehler führen dabei zu einem höheren Kraftaufwand um das Material umzuformen und teilen sich ein in [1,2,9,13]:

- weitere Versetzungen (Kaltverfestigung durch gegenseitige Blockierung)
- Korngrenzen (Feinkornhärtung über Hall-Petch-Beziehung)
- Fremdatome (Mischkristallhärtung mittels zusätzlicher Spannungsfelder)
- weitere Phasen (Dispersionsverfestigung, oder auch Aushärtung über Zusammenspiel von Orowan- und Schneidemechanismus)

Gerade die letztgenannte Möglichkeit, auch als Teilchenhärtung bekannt, bietet den größten Zugewinn an Festigkeit. Der dabei entscheidende kritische Durchmesser von eingebauten Phasen und Fremdteilchen d_{krit} ergibt sich durch die maximale Zusatzspannung σ_{krit} zwischen den beiden wetteifernden Arten der Versetzungsbewegung (siehe Abbildung 2-3). Für Kupferphasen (Al₂Cu) beispielsweise liegt dieser Durchmesser standardmäßig bei 0,5 bis 5 nm. Für andere Elemente befinden sich die optimale Größe und der bestmögliche Teilchenabstand ebenso im Bereich weniger Nanometer. Ein Vorteil im Vergleich zur Kaltverfestigung ist die hierbei geringere Einbuße an Umformbarkeit. [1,2,9]



Abbildung 2-3: Zusammenhang zwischen den Bewegungsmechanismen für laufende Versetzungen, die maximale Zusatzfestigkeit ist als blauer Punkt dargestellt [1,13]

Aber auch der Phasenübergang hat Bedeutung, so bieten kohärente und teilkohärente Grenzflächen die größte oder zumindest hohe Gitterverspannung und damit theoretisch die meiste Festigkeitssteigerung (Darstellung der Kohärenz unter Abbildung 2-4). Für AlZnMg(Cu)-Legierungen, wie beispielsweise die EN AW-7075, kommt das Härtemaximum praktisch erst durch teilkohärente Übergangsphasen zustande (siehe Abschnitt 3.3). Indes liefern inkohärente, dem Gleichgewicht gleichzusetzende Zustände keinen zusätzlichen Festigkeitsgewinn und finden später unter dem Begriff Überalterung (Abschnitt 3.4) nähere Betrachtung. [1,2,9]



Abbildung 2-4: Schemenhafte Darstellung unterschiedlicher Ausscheidungsarten, je nach Phasenübergang grob einteilbar in kohärent und inkohärent [2,9]

Eine für die Aushärtung notwendige Übersättigung stellt sich erst über das Lösen (Glühbehandlung) und schnelle Abkühlen (Wasserbad) von sich ansonsten schlecht im Aluminium löslichen Legierungselementen ein. Das Ausscheiden und Auslagern der Sekundärphasen erfolgt, im Gegensatz zu den direkt aus der Schmelze gebildeten Primärphasen, über eine anschließende Wärmebehandlung (z. B. im Ölbad oder Umluft-Kammerofen) oder eine Langzeitlagerung bei Raumtemperatur und findet in Kapitel 3 nähere Betrachtung. Die Legierungssysteme mit Verbindungen abnehmender Randlöslichkeit werden in den weiteren Unterkapiteln näher untersucht (siehe z. B. Abschnitt 2.1.2, Abbildung 2-6) und spiegeln sich in der folgenden Zusammensetzung der EN AW-7075 Aluminium-Knetlegierung wider (siehe Abbildung 2-14). [1,2,9,12]

2.1.1 Zusammensetzung und Charakteristiken der EN AW-7075

Eine EN AW-7075-Legierung besteht neben Aluminium im Wesentlichen aus etwa 6 Gew.-% Zink, ca. 2,5 Gew.-% Magnesium und um die 2 Gew.-% Kupfer. Die enthaltenen Verunreinigungen und weiteren Begleitelemente werden laut Norm EN 573-3 begrenzt. Der genaue Umfang der erlaubten Zusammensetzung findet sich in Tabelle 2-2. Die eutektische Temperatur liegt bei 475 bis 489 °C und begrenzt hierdurch die erlaubten respektive technisch sinnvollen Wärmebehandlungstemperaturen nach oben. Das Ausscheidungsverhalten durch verschiedene Behandlungsarten (blau = Kaltauslagerung, rot = Warmauslagerung bis Überhärtung) ist dabei wie folgt gegliedert [2,9,12,14]:

übersättigter α-Mischkristall \rightarrow Cluster \rightarrow kohärente GP-Zonen (I & II) \rightarrow η' (kugelförmig und teilkohärent) \rightarrow η (MgZn₂) / T (~Al₂Mg₃Zn₃) (beides inkohärente Gleichgewichtsphasen)

Die n⁻-Phasen und GP-Zonen sind trotz ihrer geringen Größe per REM-Analyse beobachtbar. Eine solche Aufnahme aus der wissenschaftlichen Literatur ist im Anhang unter Abbildung 12-9 dargestellt.

Tabelle 2-2: Chemische Zusammensetzung einer EN AW-7075 Aluminium-Knetlegierung in Gew.-% nach EN 573-3 (auch "AlZn5,5MgCu"/"AlZnMgCu1,5" mit Werkstoff-Nr. 3.4365) [1,2,12]

Zn	Mg	Cu	Fe	Si	Mn	Cr	Zr + Ti	Ti	Andere
5,1- 6,1	2,1- 2,9	1,2- 2,0	≤ 0,50	≤ 0,40	≤ 0,30	0,18- 0,28	≤ 0,25	≤ 0,20	≤ 0,05

Die so aufgebaute Legierung zeichnet sich durch den festigkeitssteigernden Effekt der Ausscheidungshärtung bei Zink, der unterstützenden Wirkung des Magnesium für höhere Festigkeiten und der zusätzlichen Aushärtbarkeit bei Kupferzugabe (siehe Abbildung 2-5) aus. Magnesium begünstigt jedoch auch den selektiven Angriff durch interkristalline Korrosion (siehe Abschnitt 2.1.3). Nebenbei muss die über Kupfer, unterstützt durch Chrom, verminderte Gefahr der Spannungsrisskorrosion zusätzlich über eine Begrenzung des Summengehalts an Zink und Magnesium (bis 9 Gew.-%) eingedämmt werden. Auf der anderen Seite führt die Cu-Zugabe zu einer erhöhten allgemeine Korrosionsgefahr und zu einer gesteigerten Heißrissempfindlichkeit beim Schweißen (siehe Abschnitt 2.1.4). Elemente wie Mangan und Chrom behindern die Rekristallisation und hemmen ihrerseits die Korrosion (siehe Abschnitt 2.1.6). Eine nicht zu rasche Abkühlung (Kombination von Öl- und Wasserbad) sowie eine darauf folgende Stufenauslagerung oder langsame Aufheizung beim Auslagern (siehe Abschnitt 3.3) können neben erhöhten Festigkeitswerten ebenso eine Steigerung der Korrosionsbeständigkeit nach sich ziehen. Der Einsatz im Bereich des Flugzeug-, Fahrzeug- und Werkzeugbaus erfordert schlussendlich optimierte mechanische Eigenschaften (über Kalt- oder Warmaushärtung) und eine akzeptable chemische Beständigkeit, gepaart mit der geringen Dichte des Materials. [1,2,6,12,15]



Abbildung 2-5: Zink- und Magnesiumeinfluss auf die Zugfestigkeit im warmausgehärteten Zustand bei 1,5 Gew.-% Cu, 0,2 Gew.-% Mn und 0,2 Gew.-% Cr, blaues Dreieck gibt Bereich der Zusammensetzung einer EN AW-7075 an [1]

2.1.2 Zink und Zn-Mg-Mischphasen als Ausscheidungshärter

Zink im Aluminium bildet ein Zn-reiches Eutektikum aus (94,5 Gew.-% Zn bei 382 °C). Die stark von der Temperatur abhängige Löslichkeit im Mischkristall (siehe Abbildung 2-6, blaue Linie) führt zu der später gewünschten Aushärtbarkeit der Legierungen. Das sinkende Lösungsvermögen von Aluminium für Zink bei fallenden Temperaturen kann bei rascher Abkühlung eine Übersättigung bewirken. Bei der darauf folgenden Kalt- oder Warmauslagerung kommt es zur Ausscheidung von eigenen Zonen und damit zu einer Aushärtung von Aluminium. Dieser erwünschte Effekt kann ferner auch bei anderen Legierungselementen (z. B. Al-Cu-System, siehe Abschnitt 2.1.4) oder in Kombination mit diesen auftreten. [1,2]



Abbildung 2-6: Phasensystem Aluminium-Zink mit sinkender Löslichkeit (blaue Linie) im für Aluminiumlegierungen wichtigen, aluminiumreichen (linken) Bereich [1]

Die Festigkeit solcher binären Al-Zn-Phasen ist jedoch recht gering und macht das Zulegieren von Mg notwendig. Aluminium-Zink-Magnesium-Systeme bestehen dabei aus den binären Randphasen Al₈Mg₅ (β -Phase) und MgZn₂ (η , "Eta"), sowie einer magnesium-reichen, ternären Phase "T", die in etwa der Zusammensetzung Al₂Mg₃Zn₃ entspricht und bei unter 475 °C zu MgZn₂ umsetzt. Es ist festzuhalten, dass gerade die Mg-Zulegierung die Aushärtbarkeit des Zinks durch dessen erniedrigte Löslichkeit erhöht (siehe Abbildung 2-7). Grund sind die daraus entstehenden bzw. begünstigten MgZn₂-Verbindungen, sowie der α -

Mischkristall, der im Falle dieser Gefügekomponenten nun über ein vermindertes Lösungsvermögen verfügt (siehe auch Abschnitt 3.1, Abbildung 3-5). [1,2]



Abbildung 2-7: Zinkeinfluss sowie Auswirkungen unterschiedlicher Magnesiumbeigaben auf die mechanischen Eigenschaften in einer warmausgelagerten AlZnMgCu-Legierung (1,5 Gew.-% Cu), der blau markierter Bereich entspricht dem Zn-Gehalt von 5,1 bis 6,1 Gew.-% einer EN AW-7075 [1]

2.1.3 Magnesium als Mischkristallhärter und Beta-Phasenbildner

Magnesium formt mit Aluminium im Teilbereich bis 36 Gew.-% Mg ein eutektisches Phasensystem aus (siehe Abbildung 2-8). Dieses setzt sich aus dem Al-Mischkristall und der intermetallischen Verbindung Al₈Mg₅ (β -Phase) zusammen. Die maximale Randlöslichkeit für Mg liegt im Bereich 17,4 Gew.-% bei 451 °C (eutektischer Punkt) und nimmt beim weiteren Abkühlen ab. Das auch bei niedrigen Temperaturen beträchtliche Lösungsvermögen gestattet eine technisch nutzbare Mischkristallverfestigung (Gitterverzerrung durch Substitution von Aluminiumatomen). Im Gegensatz dazu bleibt die mögliche Phasenausscheidung im Sinne von Ausscheidungsverfestigung bei Binärlegierungen praktisch irrelevant. Die kombinierte Wirkung mit Zink ist dagegen von großer Bedeutung und bereits in Abschnitt 2.1.2 beschrieben. [1–3]

Binäre AlMg-Knetlegierungen besitzen in der Regel 1 bis 5 Gew.-% Mg, wobei eine direkte Steigerung der Zugfestigkeit und Dehngrenze beobachtet werden kann (Abbildung 2-9). Die durch Magnesium bedingte Unterdrückung der dynamischen Entfestigung spiegelt sich in höheren Festigkeitswerten nach einer Kaltumformung wider. Bei tiefen Temperaturen findet überdies auch keine Versprödung des Materials statt. Der zuvor genannte EN AW-7075-Werkstoff profitiert demensprechend ebenso von guten mechanischen Eigenschaften, auch bei kalten Umgebungen. [1–3,16]



Abbildung 2-8: Phasensystem Aluminium-Magnesium, eutektisches System bis 36 Gew.-% Mg, eutektischer Punkt bei 34,5 Gew.-% Magnesium und 451 °C, abnehmende Löslichkeit (blaue Linie) [1]



Abbildung 2-9: Darstellung der Auswirkungen einer Mg-Zulegierung auf die Festigkeitseigenschaften einer entsprechenden Aluminiumlegierung [1]

Mg-Phasenausscheidungen können zwar für die Härtesteigerung nicht genutzt werden, sind aber bei höheren Gehalten nahezu immer vorhanden. Dabei liegt ungelöstes Mg (ab ca. 3 Gew.-%) nach einer Auslagerung um die 25 °C meist als β '-Phase (metastabiles Al₃Mg₂) oder bei erhöhten Temperaturen als β -Phase (stabiles Al₈Mg₅) in zusammenhängenden Bändern an den Korngrenzen der Mischkristalle vor. Diese Gefügeinhomogenität führt zu keiner Verbesserung der mechanischen Eigenschaften, sondern vermindert lediglich die Korrosionsbeständigkeit durch selektiven Angriff der dem Mischkristall gegenüber unedleren Mg-Phasen. Diese interkristalline Korrosion (IK) ist der Hauptnachteil von höheren Magnesiumanteilen im Aluminium bzw. dessen Ausscheidungen und führt zu einer klaren Limitierung bei der Legierungszusammensetzung von EN AW-7075 (≤ 2,9 Gew.-%, siehe Tabelle 2-2). Eine Abschwächung des Problems kann alternativ über eine Stabilisierungsglühung im Bereich um 200 bis 240 °C erfolgen, wobei eine Einformung der geschlossenen Säume hin zu einem "Perlschnurgefüge" anzustreben ist. [1,2,6]

2.1.4 Kupfer als Ausscheidungshärter und GP-Zonenbildner

Kupfer lässt im Gleichgewicht mit Aluminium ein Eutektikum bei 547 °C entstehen (siehe Abbildung 2-10). Dieses besteht aus einem α -Mischkristall mit gelösten Cu-Atomen in der Aluminiummatrix sowie der intermetallischen Verbindung Al₂Cu, welche auch als θ -Phase ("Theta-Phase") bezeichnet wird. Die tetragonale Struktur von θ ist dabei grundlegend unterschiedlich zum kubisch-flächenzentrierten Aluminiumgitter und ergibt eine typische Inkohärenz. Die Löslichkeit des Kupfers liegt bei 500 °C noch um die 4,4 Gew.-% und nimmt mit sinkender Temperatur ebenfalls ab. Bei 200 °C erreicht sie nur mehr 0,2 Gew.-%, und bei Raumtemperatur sogar weniger als 0,1 Gew.-%. Eine Aushärtung durch Übersättigung mit anschließender Auslagerung ist wie schon bei Zink auch hier möglich. [1,2,9]





Nach einer Zwangslösung mittels beschleunigter Abkühlung kommt es bei erhöhten Temperaturen wiederum zu einer Umwandlung von übersättigter α-Grundmatrix über metastabile Gefügebestandteile hin zu stabilen Al₂Cu-Phasen als Gleichgewichtszustand. Gerade die kohärenten und teilkohärenten Phasenübergänge haben dabei einen steigernden Einfluss auf die Festigkeit der Legierung (Einteilung unter Abbildung 2-4), da diese eine deutliche Behinderung der für die Umformung verantwortlichen Versetzungen ergeben. Letztendlich unterscheiden sich diese Ausscheidungen somit nach Beschaffenheit der Phasengrenze und deren Entstehungsart [1,2,9]:

- Metastabile Übergangsphasen, oder auch "Guinier-Preston-Zonen" genannt, erscheinen bereits bei Raumtemperatur bis hin zu 80 °C. Diese werden auch als "GP I"-Phasen bezeichnet und zeichnen sich durch festigkeitssteigernde, kohärente Übergänge aus. Die plattenförmigen Areale entstehen aus strukturlosen Clustern und erreichen trotz zum Teil langer Lagerung nur Ausdehnungen um die 2 bis 5 nm. Solche Felder geringer Größe sind typisch für die Kaltauslagerung (Abschnitt 3.2) und führen ungeachtet der kohärenten Grenzfläche nur zu einem kleinen Festigkeitszuwachs.
- Bei weiterer Erhöhung der Temperatur bis 250 °C (siehe Abschnitt 3.3) vergrößern sich die betreffenden Bereiche und finden als "GP II"-Zonen Bezeichnung (auch "θ"). Diese bewirken einen viel deutlicheren Härteanstieg. An der Kohärenz der nun etwa 150 nm großen Sektoren ändert sich dagegen noch nichts.
- Parallel dazu können bereits ab 150 °C teilkohärente θ'-Phasen ("Theta-Strich-Phasen", siehe Abbildung 2-11) und ab etwa 300 °C stabile, inkohärente Al₂Cu-Verbindungen (θ, "Theta") entstehen. Sie entwickeln sich aus den GP II oder direkt aus übersättigten Mischkristallen und bringen keine nennenswerte Erhöhung bzw. nunmehr eine Verringerung der Festigkeit mit sich. Die sogenannte "Überalterung" steht entgegengesetzt der technischen Forderung nach einer Festigkeitssteigerung und ist häufig unbeabsichtigt. Eine Ausnahme von dieser Konvention bildet gerade die EN AW-7075-Knetlegierung.



Abbildung 2-11: Eutektische Phase (α + Al₂Cu) neben α -Mischkristall in einem untereutektischen Al-Cu-Binärsystem mit 30 Gew.-% Kupfer (links), teilkohärente θ '-Phasen bei 4 Gew.-% Cu (rechts) [1]

Aluminium-Kupfer-Magnesium-Systeme bestehen neben den binären Randphasen AI_8Mg_5 (β) und AI_2Cu (θ) auch noch aus zwei ternären Phasen. Diese S- (AI_2CuMg) und T-Phasen

(Al₆Mg₄Cu) stehen mit dem Al-Mischkristall im Gleichgewicht und wandeln bei unter 450 °C zur β-Phase um. Das Ausscheidungs- und Umwandlungsverhalten noch höhere Systeme ist dagegen sehr kompliziert und noch nicht ausreichend erforscht. Die Auswirkungen sind hingegen besser bekannt. Durch Zusatz von 1 Gew.-% Kupfer und mehr können sich beispielsweise Cu-Atome in MgZn₂- (η) und Al₂Mg₃Zn₃-Verbindungen (siehe Abschnitt 2.1.2) einbauen. Dadurch sinkt die Löslichkeit der betreffenden Verbindungen im Aluminium und es ergeben sich mehr und thermisch stabilere Ausscheidungen, die festigkeitssteigernd wirken. Davon profitiert gerade die EN AW-7075, wie auch andere Knetlegierungen. Indes erniedrigt das Cu zwischen 0,5 und 2,5 Gew.-% die Schweißeignung durch eine erhöhte kritische Abkühlgeschwindigkeit (Abschreckempfindlichkeit, siehe Abschnitt 3.1), vermindert jedoch wiederum die Neigung zur Spannungsrisskorrosion. Kupfer in seiner ausgeschiedenen Form senkt die Korrosionsbeständigkeit hingegen allgemein (Lochkorrosion bzw. selektiver Angriff). Hauptvorteil der gezielten Kupferzugabe als gelöstes Legierungselement liegt zusammenfassend in der Steigerung der Aushärtungsrate über die Bildung der genannten intermetallischen Phasen, welche überdies als Keime für weitere Aushärtungsphasen des Zinks mit Magnesium dienen. [1–3,17]

Anzumerken ist, dass die zuvor genannten "Guinier-Preston-Zonen" häufig allgemein für die Bezeichnung von kohärenten Ausscheidungsphasen stehen und auch noch bei anderen Legierungssystemen entstehen. Die GP-Zonen wurden von ihren Entdeckern (Guinier und Preston) lediglich am Al-Cu-System erstmals röntgenographisch nachgewiesen. [2,9]

2.1.5 Eisen und Silizium als Verunreinigungen

Eisen bildet aufgrund geringster Randlöslichkeit (Maximum bei etwa 0,04 Gew.-%) nach einer Übersättigung oder langsam erfolgten Abkühlung intermetallische Al₃Fe-Phasen aus. Das entartete Eutektikum (stark zu Aluminium verschoben, bei 1,8 Gew.-% Fe und 655 °C) lässt spröde Al₃Fe-Nadeln (siehe Abbildung 2-12) auskristallisieren. Globulare und damit unproblematischere Al₆Fe-Teilchen existieren lediglich bei rascher Abkühlung (z. B. bei Erzeugung über Strangguss) als metastabile Gefügebestandteile und gehen bei weiteren Anlassbehandlungen in die stabile, schädliche Al₃Fe-Form (Dispersionsphase, siehe auch Abschnitt 2.1.6) über. Eine leichte Verbesserung der elektrischen Leitfähigkeit erfolgt hingegen über eine Abbindung von etwaigem Silizium als Verbindung. Fe gilt zusammengefasst dennoch mehr als Verunreinigung und weniger als Legierungselement, wodurch eine Limitierung kleiner 0,5 Gew.-% nach der Norm (Tabelle 2-2) vorgesehen ist. [1,2,8]



Abbildung 2-12: Al₃Fe-Nadeln in Aluminiummatrix, entstanden durch Glühung eines Al99,5-Blechs bei ca. 600 °C, Vergrößerungsfaktor etwa 800:1 [1]

Ähnlich verhält es sich bei Silizium, da auch dort die groben Ausscheidungen schwer löslicher Gefügephasen zur Abnahme von Dauerfestigkeit und Risszähigkeit führen. Das Al-Si-Binärsystem ermöglicht trotz sinkender Löslichkeit somit keine praktische Ausscheidungshärtung und findet eher als Gusslegierung in Form der eutektischen Zusammensetzung (günstige Gießeigenschaften) bei ca. 12,5 Gew.-% Si Anwendung. [1,8,18]

2.1.6 Mangan und Chrom als Rekristallisationshemmer

Mangan besitzt im Aluminium eine sehr geringe Löslichkeit und bildet grundsätzlich intermetallische Phasen (Al₆Mn, AlMnSi-Zonen) im Durchmesser von 0,1 bis 0,5 µm aus. Diese bewirken eine Hemmung der Rekristallisation bei etwaigen Glühbehandlungen, wobei Feinkorn und Keime für feine Ausscheidungen länger erhalten bleiben (siehe Abbildung 2-13). Bei Gehalten größer 2 Gew.-% Mn tritt hingegen eine starke Versprödung auf. Bei der raschen Abkühlung aus der Schmelze vermag das Aluminium mehr Mangan zu lösen, welches jedoch schon bei einer anschließend 30-minütigen Glühbehandlungen ≥ 100 °C als Al₆Mn-Dispersionsphase ausfällt. Überdies kann bei erhöhten Fe-Gehalten eine Substitution von Mn-Atomen erfolgen, wodurch sich die Mischphase Al₆(Mn,Fe) ergibt. Kommt auch noch Magnesium hinzu, so ergeben sich bei Raumtemperatur Al₁₈Mg₃Mn₂- bzw. Al₁₀(Mg, Mn)₃-Phasen. Die genauen Reaktionsabläufe sind allerdings noch unbekannt. [1–3]



Abbildung 2-13: Trend zu höheren Mn/Fe-Anteil (in blau) steigert auch die notwendige Rekristallisationswärme und vermindert folglich voreilige Grobkornbildung, 1...AlFe1Mn, 2...99,5 Al, 3...Rekristallisationsbereiche, ähnliches Verhalten bei Cr, Mn und Ti [1]

Chrom dient ebenfalls wie Mangan der Rekristallisationsbehinderung und führt zu einer leicht erhöhten Festigkeit. Bei der EN AW-7075-Legierung existiert demgemäß ein vorgegebener Mindestgehalt laut Norm (0,18-0,28 Gew.-% Cr, siehe Tabelle 2-2), wobei sich hierdurch die Abschreckempfindlichkeit erhöht. Diese Sekundärphasen unterscheiden sich von den beispielsweise durch Zink, Magnesium und Kupfer gebildeten Ausscheidungen aufgrund ihrer weitgehenden thermischen Stabilität (dispersive Phasen) und bewahren auch bei hohen Temperaturen ihre Wirksamkeit. Solche inkohärenten Dispersoide besitzen üblicherweise eine Größe um die 0,02 bis 0,5 µm und fördern überdies die Keimbildung der aushärtenden Phasen an ihren Grenzflächen. [1,2]

2.1.7 Titan als Kornfeiner

Titan bildet intermetallische Verbindungen mit gegenüber der Al-Grundmatrix deutlich erhöhten Schmelzpunkten. So schmilzt Al₃Ti bei 1340 °C und AlTi sogar erst ab 1460 °C. Die geringe Löslichkeit im Aluminium (peritektisches System) sowie die hohe Beständigkeit bei gesteigerten Temperaturen ermöglichen den Einsatz als potenzielle Keimstellenquelle oder als Kornfeinungsmittel. Die Zugabe als Sonderlegierungselement (Abbildung 2-14) erfolgt dabei meist als Vorlegierung (z. B. AlTi5, TiB₂) in Draht-, Stangen-, oder Masselform und führt zu gewünschten Impfkristallen (dispersive Phasen, thermisch stabil). Der Gehalt sollte dabei um die 0,15 bis 0,25 Gew.-% Ti liegen und diese Werte nicht überschreiten, da ansonsten grobe AlTi-Primärkristalle die Festigkeit stark beeinträchtigen können. [1,2,6]



Abbildung 2-14: Einteilung üblicher Aluminium-Legierungselemente in Funktionsgruppen, Titan (rot) als Kornfeiner, Hauptlegierungselemente bei EN AW-7075: Zn, Mg, Cu (blau) [2]

2.2 Industrielle Herstellung und Anwendungsgebiete

Zur Herstellung von Knetlegierungen wie der EN AW-7075 finden neben dem primär erzeugten Aluminium auch immer mehr Schrotte Verwendung. Die Produktion solcher Werkstoffe über Recyclingmaterial kann über sogenannte Remelter (Umschmelzwerke) erfolgen, wobei Verunreinigungen wie Eisen, Silizium, Mangan etc. laut Norm (Tabelle 2-2) limitiert werden. Der Einsatz von Schmelzbrücken (höherschmelzende Metalle bleiben zurück, Abbildung 2-15) sowie die Salzbehandlung im Drehtrommelofen gegen oxidische, nitridische und karbidische Verunreinigungen sind zur Aufarbeitung von Aluminiumschrott weit verbreitet. Oft erfolgt auch eine Herstellung von Vorlegierungen mit Fremdmetallen. Diese dienen dem erleichterten Zulegieren von jenen Metallen mit ansonsten erhöhten Schmelzpunkten. Aufgrund ihrer leichter zu kontrollierenden Atmosphäre sind die erforderlichen Schmelzaggregate überwiegend als elektrisch beheizte Öfen ausgeführt. Diese lassen sich ferner in widerstandsbeheizte Warmhalteöfen und Induktionsöfen, sowie jene mit Gas- oder Ölfeuerung in unterschiedlicher Bauart einteilen. [1,2,6,12]



Abbildung 2-15: Prinzipskizze einer Abschmelzbrücke (rot) für Schrotte in einem Herdofen [2]

Allgemein zu beachten ist die hohe Empfindlichkeit des flüssigen Aluminiums gegenüber Oxidation und Gasaufnahme. Diese begrenzt sich zum Großteil jedoch durch die Bildung einer dünnen aber dichten, auf der Schmelze schwimmenden Oxidhaut. Eine solche Krätze bietet Schutz bis um die 780 °C. Die Erschmelzung unter Luft ist somit prinzipiell möglich, im Falle des praktisch durchgeführten Versuchs (siehe Abschnitt 5.2) findet allerdings eine Abschirmung über Stickstoffatmosphäre statt. [2,6]

2.2.1 Verarbeitung der Schmelze im industriellen Maßstab

Die Weiterverarbeitung der hergestellten Legierungsschmelzen erfolgt üblicherweise in Stranggießanlagen. Die kalten Kokillenwände, sowie der direkte Kontakt des erstarrten Barrens mit Kühlwasser bieten eine schnelle und damit feinkörnige, dichte Erstarrung. So generierte Halbzeuge (z. B. Rundbarren) erfahren in der Regel noch eine Hochglühung (Homogenisierung) und dienen häufig als Pressbaren für Strangpressanlagen. Die erzeugten Strangpressprofile weisen meist höhere Dauerfestigkeiten als die Bleche oder Schmiedestücke gleicher Zusammensetzung auf ("Presseffekt"). Bevorzugte Legierungssysteme sind AlMg, AlMgSi, AlZnMg, AlZnMgCu (u. a. EN AW-7075), AlMn und AlCuMg. Die Zugfestigkeit einer EN AW-7075-Knetlegierung beispielsweise liegt nach dem Pressen um 275 MPa und verändert sich hin zu ≥ 500 MPa bei fertiger Warmaushärtung. So, oder durch Gesenk-/ Freiformschmieden und Warmwalzen erzeugte Bauteile besitzen überdies noch ein Fasergefüge, welches im Unterschied zu Gussblöcken bessere Festigkeitswerte und eine höhere Beständigkeit gegenüber Spannungsrisskorrosion bietet. Rekristallisation gilt es demnach, trotz einer zuvor erzeugten Anisotropie, z. B. über geeignete Legierungswahl zu vermeiden. [1,2,6–8,12]

Gesenkschmieden erfolgt aus Stangenabschnitten, wobei gerade die genannten AlZnMgCu-Legierungen für höchstbeanspruchte Bauteile Einsatz finden (Flugzeug-, Fahrzeugbau). Formgebung spielt sich bei hydraulischen oder Spindelpressen zwischen den Gesenkhälften (mit Gravur versehen) und durch Unterstützung einer Schmierung (Graphit in Öl suspendiert) ab. Warmumformtemperaturen liegen im Bereich von 300 bis 500 °C und ermöglichen dynamische Erhohlungsvorgänge. Etwaige Rekristallisationsvorgänge, die das Fasergefüge gefährden, sind indes zu vermeiden. [2,6,15]

Gewöhnlich werden hergestellte Halbzeuge in Bleche, Platten, Pressprofile, Gesenk- und Freiform-Schmiedestücke eingeteilt. Die Warmumformtemperatur von einer Bandstraße liegt bei 420 bis 480 °C für EN AW-7075. Wichtig bei Eloxalqualitäten ist grundsätzlich die Vermeidung von Kratzern, Riefen und anderen Oberflächenschäden, welche ansonsten störend auffallen. Zumeist folgt auf die Formgebung noch eine Entspannungsbehandlung über Recken mit nur geringer plastischer Umformung (< 5 %). Bei EN AW-7075-Legierungen findet häufig ein Warmwalzen mit anschließender Wärmebehandlung und einem "Spannungsarm-Recken" hin zum sogenannten Zustand T651 (Eigenspannungen bis zu 95 % abgebaut) statt. [1,6,12,19]

2.2.2 Unterschiede zu der Herstellung im Labormaßstab

Im Vergleich zur besprochenen industriellen Erzeugung von Knetlegierungen unterscheiden sich die gegossenen Legierungen im Labormaßstab (unter Abschnitt 5.2) durch vermehrtes Auftreten von Defekten. Diese Lunker (Volumendefizite durch Schrumpfungen), Risse (Abbildung 2-16) und inneren Spannungen, sowie Einschlüsse und Inhomogenitäten sind übliche Begleiterscheinungen beim Abguss von Aluminium und sofern möglich zu vermeiden. Den Seigerungen und Verspannungen wirkt beispielsweise die nachfolgend durchgeführte Hochglühung (Abschnitt 5.2.2) entgegen. Ebenso kann eine gute Durchmischung bereits während dem Erschmelzen über eine Stickstoffspülung realisiert werden (blaue Markierung bei Abbildung 5-6), welche überdies auch aktiv Wasserstoffporen reduziert. Potenzielle Oxideinschlüsse sind im Vorfeld durch ein gründliches Abkrätzen zu beschränken. Warmrisse, also interkristalline Werkstofftrennungen beim Erstarren, sollten trotz kritischer Si-Konzentration von unter 1 Gew.-% (Tabelle 2-2) aufgrund der günstig geformten und geschlichteten Kokille nicht auftreten (siehe Abbildung 5-7). Eine Warm- oder Kaltumformung findet nicht statt und es kommt zu keiner Faserverlaufsbildung. [1,2,6]



Abbildung 2-16: Schrumpfungsriss mit 2 cm Länge, wie er auch zum Teil bei industriellen Versuchen vorkommt [20]

2.2.3 Wasserstoffkrankheit und Gegenmaßnahmen

Mögliche Wasserstoffversprödung durch im Mischkristall interstitiell gelöste H-Atome geht vorrangig von den Korngrenzen aus. Die Löslichkeit des Gases nimmt bei Erstarrung um das 20-fache auf 0,05 cm³/100 g ab und erlaubt durch eine hohen Beweglichkeit die schädliche Ansammlung bzw. Stabilisierung an Leerstellen und Versetzungen. Ferner erklärt sich damit die Ursache von Mikroporosität und Spannungsrisskorrosion, unter anderem auch in 7xxx-Legierungen. Spülgasbehandlungen bei der Erschmelzung mit inerten oder reaktiven Gasen sind empfehlenswert, langes Stehenlassen oder ein Abguss der Schmelze unter Atmosphäre führen indes zu erneuter H-Aufnahme. Spätere Einwirkungen können ebenso Probleme verursachen. Reagiert die Metalloberfläche beispielsweise mit einer korrosiven Umgebung kann unter Umständen atomarer Wasserstoff gebildet und direkt aufgenommen werden (Oberfläche nach Wasserstoff-Beladung, siehe Abbildung 2-17). Ebenso kritisch sind feuchte

Ofenatmosphären bei etwaigen Glühverfahren. Beim Lagern unter Raumtemperatur und bei längeren Wärmebehandlungen durch z. B. Stufenauslagerung oder Überhärten zersetzten sich allfällige Komplexe allerdings wieder oder "heilen aus". Gerade auch durch Warm- und Kaltumformungen schließen sich solche Poren. [2,21]



Abbildung 2-17: Querschnitt einer EN AW-5083-Aluminiumlegierung nach einer Streckung um 10 %, deutliche Rissbildung im linken Bereich [21]

2.2.4 Übliche Anwendungsszenarien und spezielle Anpassungen

Der Gebrauch der EN AW-7075-Legierung erfolgt üblicherweise im Flugzeug-, Fahrzeugund Werkzeugbau. Als konkretes Beispiel sind hochbelastete Fahrgestelle bei Fliegern zu nennen. In den Gebieten des Leichtbaus bzw. als Walz-, Press- und Schmiedeprodukte für strukturelle Anwendungen ist die Knetlegierung gut etabliert, kann jedoch durch eine Verbesserung der Eloxierbarkeit zusätzlich profitieren. Die möglichen Anwendungsgebiete einer eloxierten Oberfläche sind dabei vielfältig, wie die Applikationen für andere anodisierte Legierungen zeigen. Für dekorative Zwecke findet beispielsweise eine Verwendung als Fassadenteil und Fensterrahmen, sowie als Komponente in Haushaltsgeräten, als Reflektor und Autoteil statt. Für optische Ansprüche der Passivschicht erfolgt dabei häufig eine Einfärbung. Im technischen Bereich ergibt sich der Einsatz als allgemeines Maschinenbauteil (z. B. als Zylinderlauffläche), welches dem jeweiligen chemischen und/oder verschleißtechnischen Angriff gewachsen sein muss. Auch die Nutzung als elektrischer Isolator ist verbreitet (Schichteigenschaften unter Abschnitt 4.2). Bezogen auf EN AW-7075 ermöglicht das Hartanodisieren bis zu 200 µm Schichtdicke und damit auch technisch nutzbare, verschleißfeste Oberflächenschichten (siehe Abschnitt 4.1 und 4.2). Inwieweit sich jedoch die Schichtzusammensetzung bzw. der Aufbau durch Wärmebehandlungszustände verbessern kann, ist im Weiteren das eigentliche Untersuchungsthema. [2,6,11,12,22]

Die EN AW-7075-Knetlegierung erhält statt einer Eloxierung des Öfteren eine PVD-Behandlung (Aufbau einer TiN-Schicht über Gasphasenabscheidung). Dieser Korrosionsund Verschleißschutz ermöglicht beispielsweise den Einsatz der Legierung als Formplatte, Kunststoffblasform, Montagevorrichtung und Steuerkolben. [6]

3 Wärmebehandlungen, Gefügeaufbau und Härteverläufe

Der für die Werkstoffeigenschaften entscheidende "Werkstoffzustand" (Tabelle 3-1) wird über die Zusammensetzung und den Herstellungsweg, sowie die nachfolgende Wärmebehandlung eingestellt. Der Gefügeaufbau bzw. die Größe und Verteilung der Kristallkörner sind demensprechend direkt von der Vorgeschichte des Materials abhängig und beeinflussbar. Von dieser Struktur leiten sich nachfolgend alle Verarbeitungs- und Gebrauchseigenschaften ab. Große Aufmerksamkeit gilt bei der Gefügeveränderung den Zusammenhängen einzelner Eigenschaften untereinander, da sich meist mehrere Charakteristiken gleichzeitig ändern (Festigkeit zu Korrosionsbeständigkeit etc.). [1,2,9]

Tabelle 3-1: Überblick von den Werkstoffzustände bei Aluminium-Knetlegierung, Bezeichnung nach DIN EN 515 [1,2,6,7,23]

Werkstoffzustand	Eigenschaften
Weichgeglüht O	Alle für eine mögliche Aushärtung verantwortlichen Elemente liegen in ausgeschiedener, grober und stabiler Form vor und stehen demnach nicht für eine Auslagerung/Verfestigung bereit
Kaltverfestigt H	Festigkeitszunahme rührt von vorheriger Umformung bzw. damit zunehmender Versetzungsdichte her, Umformbarkeit sink dabei
Lösungsgeglüht W	Bestimmte Legierungselemente sind durch eine Glühung und Abschreckung zwangsgelöst, Gefügezustand selbst ist metastabil
Kaltausgehärtet T4	Steigerung der Festigkeit ähnlich dem Warmaushärten, jedoch schon bei Raumtemperatur und erst ab längeren Verweilzeiten, generell findet vorher eine Lösungsglühung statt
Warmausgehärtet T6	Durch Übersättigung und anschließende Auslagerung bei erhöhten Temperaturen erreichbarer Zustand, anschließend erneute Abnahme der Zugfestigkeit durch "Überalterung" möglich
Überalterung T7	Über eine Glühbehandlung mit erhöhten Temperaturen und/oder längeren Zeiten stellt sich vermehrt der Gleichgewichtszustand ein, die mechanischen Werte sinken zunehmend ab

Verschiedene Arten der Beeinflussungen sind möglich. So kann über eine Aushärtung beispielsweise neben der Erhöhung der Zugfestigkeit und Dehngrenze auch die Dauerfestigkeit im geringeren Maße eine Steigerung erfahren (Abbildung 3-1). Große Körner und grobe intermetallische Phasen sind hingegen zu vermeiden und durch Feinkorn zu ersetzen. Eine demensprechende Begrenzung von schwer löslichen Legierungselementen (Normvorgabe für EN AW-7075 unter Tabelle 2-2) führt bereits zu einer starken Verbesserung des Gefüges. Die potenzielle Rissinduktion über Kerbwirkung vermindert sich auf diese Weise ebenfalls. [1,9]



Abbildung 3-1: Wöhlerkurven bei Wechselbiegung, Verläufe einer naturharten (AW-5019) und der aushärtbaren Legierung EN AW-7075 im ausgelagerten Zustand T6 (horizontal ab 10⁸ Lastspielen) [1]

Das maßgebliche Verfahren unter den hier angeführten Wärmebehandlungen ist die Ausscheidungshärtung. Die für die nötige Übersättigung erforderliche Löslichkeitsabnahme bei verminderten Temperaturen ergibt sich bei bestimmten Phasensystemen (Abschnitt 2.1.1) und wird, neben dem zeitlichen Ablauf der Behandlung, in Abbildung 3-2 dargestellt. Zu den sich übersättigenden Elementen zählen Zink und Kupfer, wie auch Magnesium als Unterstützer, welche bei anschließender Glühbehandlung in Form von Sekundärphasen erneut ausscheiden und so die Festigkeit erhöhen. Silizium und einige weitere Legierungselemente können hingegen trotz abnehmender Randlöslichkeit nicht aushärten. Generell lässt sich die Aushärtung in drei Schritte einteilen (siehe Abbildung 3-3), wobei das Lösungsglühen bei hohen Temperaturen einen homogenen Mischkristallbereich erzeugt, das schnelle Abkühlen (beispielsweise per Wasser) die weitere Zwangslösung fern vom Gleichgewicht ermöglicht und ein längeres Auslagern bei Raum- oder erhöhten Temperaturen eine gezielte Phasenausscheidung bewirkt. [1,2,9,12]





Die so entstehenden Zonen unterscheiden sich in ihrer Kohärenz (Abschnitt 2.1). Dabei liegen die sich zuerst bildenden Felder noch kohärent (annähernd stabil bzw. nur metastabil) vor. Die hierbei auftretende starke Verspannung des Gitters ergibt eine große Festigkeitszunahme. Wichtig für die optimale Wirkung der Sekundärausscheidungen ist aber auch eine gleichmäßige Verteilung mit möglichst kritischem Teilchendurchmesser d_{krit} (siehe Abbildung 2-3), neben den bereits genannten kohärenten und teilkohärenten Grenzflächen. Bei längeren Behandlungszeiten und/oder erhöhten Temperaturen erfolgt aufgrund von Diffusionsvorgängen ein Wechsel von kohärenten zu teilkohärenten Phasenfeldern (Ablauf unter Abbildung 3-3), welche wegen ihrer verminderten Gitterverzerrung nur noch beschränkte Festigkeitszuwächse ermöglichen. Bei weiterer Umwandlung bis hin zu inkohärenten Ausscheidungen vermindert sich der zuvor gewonnene Widerstand gegen die Versetzungsbewegungen mit der Zeit vollständig. Diese sogenannte Überalterung (siehe Abschnitt 3.4) ist ein in der Regel unerwünschter Nebeneffekt des sich stabilisierenden Gefüges, jedoch für manche Legierungssysteme durchaus technisch sinnvoll. So muss die EN AW-7075 bei Forderung nach höherer Zähigkeit stets leicht überhärtet werden. [1,2,9]



Abbildung 3-3: Schematischer Ablauf bei der Aushärtung von geeigneten Aluminiumlegierungen [1,13]

So eingestellte Werkstoffzustände, aber auch die Kaltverfestigung durch Umformen (unter Tabelle 3-1) können bei temporärer Einwirkung höheren Temperaturen (ab ca. 100 °C) erneut ihre gesamte Festigkeit verlieren. Die sogenannte "Anlassbeständigkeit" beschreibt dabei die lokale Festigkeitsverminderung durch z. B. Schweißen oder Löten und ist über Mangan und Chrom verbesserbar. Übrige Gefügebehandlungen, wie etwa die Entfestigung

über Erholung (ab ca. 150 °C), Rekristallisation (bei EN AW-7075 ab T_{Rxx} = 380 °C) oder die Kornvergröberung (> T_{Rxx} /hoher Umformgrad) finden keine weitere Beachtung. [1,2,6]

3.1 Homogenisieren und Lösungsglühen "W"

Das auch als Hochglühen bekannte Homogenisieren führt nach dem Erstarren des Gussblocks zu der anschließend geforderten Gleichverteilung aller im Aluminium enthaltenen Legierungselemente. Diese Streuung dient der Vermeidung von schädlichen Seigerungen, die einerseits von den Korngrenzen ausgehend vorzeitig aufschmelzen und dadurch andererseits die mechanischen Eigenschaften wesentlich verschlechtern. Überdies ergibt sich eine für die Warmumformung günstige Einformung des Zellgefüges (intermetallische Phasen). Einzelne feine Sekundärausscheidungen (Fe, Mn, Cr, Zr, V) bei Übersättigung ≤ T_{solid} treten ebenso auf. Die dafür notwendige Glühbehandlung findet häufig dicht unter der Solidustemperatur statt und bietet somit die größte Diffusionsgeschwindigkeit im festen Zustand. Bei EN AW-7075 erfolgt das Glühen von 470 bis 480 °C (Tabelle 2-1). Die im Vergleich zur Schmelze jedoch deutlich beschränkte Beweglichkeit begründet die langen Behandlungszeiten mit bis zu 12 h und mehr (je nach Element, Abbildung 3-4). Speziell für höherfeste, aushärtbare Legierungen bietet sich aufgrund der Gefahr von sehr niedrig schmelzenden Eutektika die Hochglühung in Stufen an. So kann beispielsweise eine Glühung bei 300 °C für 24 h und danach ein Halten bei 480 °C für 20 h Anwendung finden, ohne dass es zu gefährlichen Überhitzungen kommt. Noch enthaltene eutektische Phasen lassen sich auf diese Weise ohne Formverlust auflösen. [1,2,6,7]



Abbildung 3-4: Diffusionsraten von im festen Aluminium befindlichen Elementen, rote Bereiche geben Stufen beim Homogenisierungsglühen an, doppelte Temperaturskala ist zu beachten [2]

Das häufig nachfolgende Lösungsglühen von Aluminiumlegierungen hat eine andere Zielsetzung. Elemente mit abnehmender Randlöslichkeit bei sinkenden Temperaturen müssen vor einer etwaigen Auslagerungsbehandlung erst im α-Mischkristall eingebaut werden (Abbildung 3-2). Hierbei erfolgt eine Glühung im selben Temperaturbereich wie zuvor (bei EN AW-7075 eng begrenzt, ca. 460 bis maximal 480 °C), jedoch mit stark verminderten Haltezeiten, zumal sich beim reinen Lösen der Legierungselemente weitläufige Diffusionsbewegungen erübrigen. Entscheidend bleibt lediglich die Löslichkeit bei diesen erhöhten Temperaturen (siehe Abbildung 3-5) und eine ausreichende Durchwärmung über den gesamten Querschnitt. Nach einer erfolgreichen Auflösung im Aluminium kommt es zum raschen Abkühlen auf Raumtemperatur, wobei laut Vorschrift das Abschrecken von EN AW-7075 im Wasserbad geschieht. Damit ergibt sich die eingefrorene Übersättigung der zwangsgelösten Legierungselemente, welche für eine spätere Ausscheidungsbildung essentiell ist. [1,2,6,7,9]



Abbildung 3-5: Löslichkeit verschiedener Legierungselemente im festen Aluminium, mit direkte Temperaturabhängigkeit der binären und quasi-binären Systeme [2]

Die Abkühlung zwischen Lösungsglühtemperatur und 200 °C hin zu Raumtemperatur muss möglichst rasch stattfinden (meist ≤ 30 Sekunden, siehe Abbildung 7-1), da ansonsten der übersättigte Zustand nicht erhalten bleibt und es zu einem vorzeitigen Ausscheiden kommt. Verringerte Härtekapazität und Korrosionsbeständigkeit (siehe Gefügevergleich unter Abbildung 3-6) wären die Folge. Je höher der gelöste Legierungsanteil ist, desto größere Abkühlgeschwindigkeiten sind schlussendlich notwendig. Eine EN AW-7075-Legierung beispielsweise bedarf einer außergewöhnlich hohen Kühlrate von etwa 6.000 °C/min, da eine erhebliche Abschreckempfindlichkeit vorliegt. Bei komplizierteren Werkstücken kann dies häufig zu Verzug führen. Das Stufenabschrecken über Öl- (ca. 200 °C) und Wasserbad (RT) ermöglicht dabei eine deutliche Verringerung der ungewünschten Eigenspannungen. [1,2,6]



Abbildung 3-6: Zu langsame (links, a) und richtige Abkühlbedingungen (rechts, b), Gefüge einer EN AW-6060: Korngrenzensäume aus heterogener Keimbildung führen zur Verschlechterung der mechanischen und korrosionstechnischen Eigenschaften [2]

Die so durchgeführten Lösungsglühbehandlungen wirken sich ebenso auf eine nachfolgende Eloxalbehandlung aus (siehe Kapitel 4.2.3). Negative Einflüsse von Cu, Si usw. fallen generell geringer aus, sofern die Elemente homogen im Mischkristall gelöst werden und auch bleiben. Ob ungewollte Strukturabzeichnungen im Endprodukt sowie eine direkte Beeinträchtigung des Schichtwachstums auf diese Weise reduzierbar sind, gilt es im praktischen Teil der Masterarbeit zu überprüfen. [1,4,6]

3.2 Lösungsglühen, Abschrecken und Kaltauslagern "T4"

Der verfestigte Gefügezustand T4 (nach DIN EN 515) stellt sich durch eine Kombination von Lösungsglühen und Abschrecken, sowie dem Auslagern bei Raum- oder mäßig erhöhten Umgebungstemperaturen ein. Durch die stark beschränkten Diffusionsvorgänge bei tiefen Temperaturen bedarf es einer recht langen Lagerung, oder einer geringen Erhöhung der Glühtemperatur, um die gewünschte Wirkung zu erzielen. Ebenso kommt es zu einer leichten Verzögerung des ersten Härteanstiegs, welcher erst nach ca. 30 bis 60 min beginnt. Die Temperaturabhängigkeit dieser Latenz (Inkubationszeit für Keimbildung) ist unter anderem in Abbildung 3-7 dargestellt. [1,2,7,9,13]





Die Festigkeit und Härte strebt dabei einen, je nach Legierung unterschiedlichen, Endwert entgegen. Bei EN AW-7075 beispielsweise erfordert die Kaltauslagerung 90 Tage oder auch bedeutend weniger Zeit, je nach Wärmegrad und geforderten Festigkeitswert. Die ersten metastabilen Cluster, also Ausscheidungen ohne erkennbare Struktur, bilden sich dabei aufgrund der natürlichen Bemühung Übersättigungen so weit wie möglich abzubauen. Der stabile Zustand wird jederzeit angestrebt, indes ist jedoch ein guasi-stabiles Gefüge auf kurze Sicht leichter zu erreichen und auch von technischem Vorteil (kohärente bzw. teilkohärente Grenzflächen, Abbildung 2-4). Nur eine solche Mikrostruktur vermag maximale Verspannungen und damit hohe Festigkeitszuwächse zu bewirken. Als kohärente Phasen mit erkennbarer Struktur scheiden beispielsweise die bereits erläuterten "Guinier-Preston-Zonen" aus (GP I, siehe Abschnitt 2.1.4), welche den Gitteraufbau zwar nicht stören, jedoch zu starken Verzerrungen führen. Eine Verbesserung der mechanischen Werte R_m und R_{00,2} ist so ohne beträchtliche Verringerung der Verformbarkeit machbar, wobei eine verzögerte Auslagerung selbst über mehrere Jahre hinweg zu erwarten ist (wachsende GP-Zonen). Die Ausscheidungsfolge der Kaltaushärtung kann wie folgt zusammengefasst werden [1,2,9,15]:

Übersättigter α -Mischkristall \rightarrow Clusterbildung \rightarrow Kohärente GP(I)-Zonen

Der Kaltaushärtungszustand ist trotz Festigkeitssteigerung bei AlZnMg(Cu)-Legierungen im Allgemeinen nicht empfehlenswert, da dieser zu Spannungsriss- sowie Schichtkorrosion neigt. Für die EN AW-7075-Knetlegierungen erfolgt daher üblicherweise die Warmauslagerung T6 oder Überhärtung T7 (siehe Abschnitt 3.3 und 3.4). [2,3,17]

3.3 Lösungsglühen, Abschrecken und Warmauslagern "T6"

Der alternative Weg zur T4-Behandlung besteht im Warmaushärten von Aluminiumbauteilen. Das Lösungsglühen und Abschrecken bleibt dabei unverändert. Einzig die Auslagerungstemperatur wird deutlich angehoben (siehe Abbildung 3-8) und liegt bei 100 bis 200 °C. [1,2,7,24]

Damit ergeben sich weit geringere Behandlungszeiten sowie teilkohärente Phasen. Theoretisch bedeutet dies eine geringere Verspannung bzw. Verfestigung als beim Endzustand von T4. Praktisch sind diese Phasenbereiche bei T6 (nach DIN EN 515) wesentlich größer und kommen den kritischen Teilchendurchmesser (siehe Abschnitt 2.1) entsprechend näher, womit sie auch größere Festigkeitsgewinne bieten (siehe Abbildung 3-9). Solche Phasenfelder sind unter anderem als GP II-Zonen bekannt und treten mit zunehmender Auslagerungszeit verstärkt anstelle der ebenfalls kohärenten, kleineren GP I auf. Der Energieaufwand steigt demzufolge an, jedoch sind höhere mechanische Maximalwerte mit deutlich vermindertem Zeitaufwand bevorzugt. Zu lange Lagerungen zwischen dem Abschrecken und Warmauslagern gilt es indes zu vermeiden, sind allerdings bei AlZnMg(Cu)-Legierungen laut Literatur bis drei Tage unproblematisch. Die Vorauslagerung hält sich solange in tolerierbaren Grenzen. [1,2,6,9]



Abbildung 3-8: Abhängigkeit von Zeit und Temperatur auf den Härteverlauf einer EN AW-7075 (3 mm dicke Bleche, 30 min bei 460 °C, lösungsgeglüht und im Wasser abgeschreckt) [2]



Abbildung 3-9: Verlauf von Zugfestigkeit R_m und Dehngrenze $R_{p0,2}$, sowie der Bruchdehnung A_5 über die Zeit, bei Warm- (120 °C) und Kaltauslagerung (strichlierte Linie) einer EN AW-7075-Legierung [1]

Zusammenfassend betrachtet sind die genauen Ausscheidungssequenzen überaus komplex, lassen sich aber wie folgend gezeigt mit fortschreitender Vergröberung und dem Kohärenzverlust gut beschreiben [2,9]:

Übersättigter α -Mischkristall \rightarrow Cluster \rightarrow Kohärente GP(II)-Zonen \rightarrow Teil-/Inkohärente Phase

Die für die EN AW-7075 entscheidenden Umwandlungsstufen finden sich genauer in Abschnitt 2.1.1 wieder. Bei AlZnMg(Cu)-Legierungen liefern die Vorgängerphasen überdies die Keime für die nächste Phasenstufe. [2,9]



Abbildung 3-10: Zeitlicher Ablauf und Temperaturprofil einer Aushärtungsbehandlung, Auslagerung bei EN AW-7075-Knetlegierung in einer oder zwei Stufen [2]

Langsame Aufheizgeschwindigkeiten (ca. 30 °C/h) für Auslagerungsbehandlungen sind bei 7xxx-Legierungen empfohlen, da sich auf diese Weise bereits wachstumsfähige GP-Zonen bilden können. Bei EN AW-7075 findet das Auslagern überdies vorzugsweise in zwei Stufen statt (siehe Abbildung 3-10), beispielsweise bei 120 °C für 20 h und danach 170 °C für 6 h. Dabei lassen sich erhöhte Beständigkeiten gegen Spannungsrisskorrosion sowie auch gesteigerte mechanische Eigenschaften erreichen. Grundsätzlich liefern einstufige Verfahren bei Warmauslagerungstemperaturen zwischen 120 und 130 °C die höchsten Festigkeiten (Abbildung 3-8). Sie werden daher in weiterer Folge für die praktische Versuchsdurchführung herangezogen (Abschnitte 5.4 und 5.5). [1,2,6,15,25]

3.4 Lösungsglühen, Abschrecken und Überhärten "T7"

Überhärten, welches auch als Überaltern bekannt ist, führt bei höheren Auslagerungstemperaturen (bis 160 °C) und vor allem -zeiten (grüner Bereich unter Abbildung 3-9) zur Bildung von inkohärenten Gleichgewichtsphasen wie MgZn₂ (" η "), sowie zu deren fortschreitender Vergröberung. Die durch die Umwandlung verschwindenden Kohärenzspannungen bewirken eine erneute Festigkeitsabnahme hin zum stabilen Gleichgewicht, wobei die Grenzen zwischen dem Aus- und Überhärten fließend verlaufen. Im Allgemeinen ermöglicht diese Behandlung eine höhere Beständigkeit gegenüber Spannungsrisskorrosion und eine starke Zunahme der Zähigkeit bei nur leicht verminderten Festigkeitswerten. Dementsprechend erfordert die EN AW-7075-Legierung meist eine leichte Überhärtung. [1,2,7,17,25]

3.5 Klassische Anlagen der Wärmebehandlung und weitere Glühverfahren

Für die genannten Abläufe sind spezielle Anlagen vorgesehen, wie beispielsweise Konvektionsöfen (siehe Abbildung 3-11), welche sich in mit Luft oder Schutzgas betriebene Aggregate einteilen lassen. Weitere geeignete Apparaturen zum Wärmebehandeln sind die sogenannten "Konti-Durchlaufglühöfen", spezielle Salzbäder sowie die für geringere Mengen geeigneten Ölbäder. Öfen die vorrangig mit Wärmestrahlung arbeiten sind gerade wegen dem hohen Reflexionsvermögen von Aluminium ungeeignet [2,6]



Abbildung 3-11: Konvektionsofen "Bauart OTTO JUNKER", verschiedene Regelzonen für Stufenbehandlungen vorhanden [26]

Im Folgenden finden sich weitere Wärmebehandlungsmaßnahmen [1,2,6,7,27]:

Weichglühen "O" und Rekristallisation

Eine solche Behandlung hat bei aushärtbaren Legierungen die Ausscheidung aller ansonst zwangsgelösten Elemente zum Ziel. Diese sollen jedoch im Unterschied zur gezielten Kaltoder Warmauslagerung in grober und inkohärenter Form vorliegen und ermöglichen somit den vollständigen Festigkeitsabbau. Die Haltetemperatur liegt bei EN AW-7075 um die 400 °C (für 3 bis 5 h) und es ist auf eine nicht zu große Abkühlgeschwindigkeit (≤ 30 K/h) zu achten. Im Falle von nicht-aushärtbaren Legierungssystemen ermöglicht zumindest die parallel ablaufende, thermisch aktivierte Rekristallisation eine Erweichung des Materials.

Abschrecken aus Warmumformtemperatur und Warmauslagern "T5"

Definitionsgemäß (nach DIN EN 515) entspricht eine solche Maßnahme einer "thermomechanischen" Behandlung. Die Kombination aus plastischem Umformen und gleichzeitiger Wärmebehandlung erhöht die Anzahl potenzieller Keimstellen und erzeugt so feinere Ausscheidungen. Eine Erhöhung der Festigkeitseigenschaften und eine Steigerung der Dauerfestigkeit sind die Folge. Gerade aushärtbare Legierungen (z. B. EN AW-7075) bieten sich dafür an.

Kaltumformen mit anschließender Warmauslagerung "T8"

Eine Kaltumformung nach dem Lösungsvorgang erhöht, wie zuvor beim T5-Zustand, die Defektdichte. Leerstellen oder andere Gitterfehler dienen der feinen Ausscheidungsbildung und beschleunigen die Aushärtung sowie das Teilchenwachstum gerade bei GP II-Zonen signifikant. Der Effekt an sich ist aber je nach Legierung unterschiedlich und gerade für AlZnMg(Cu) eher negativ (siehe Abbildung 3-12, blaue Linie).



Abbildung 3-12: Einfluss der Kaltumformung auf die Ausscheidungshärtung einer EN AW-7075, blaue Linie zeigt negativen Effekt bezüglich Maximalhärte bei 15 % Stichabnahme [2]

Rückbildung der Kaltauslagerung

Die sogenannte Rückbildung (Schema unter Abbildung 3-3) vollzieht sich, wenn ein kaltausgehärteter Werkstoff eine kurzzeitige Erwärmung (Stoßglühung) auf z. B. 120 bis 180 °C erfährt. Ein Überschreiten der "Solvustemperatur" von GP-Zonen führt zu einer vollständigen Phasenrückbildung und dauert bei einer EN AW-7075 nur wenige Minuten. Die zuvor erreichten mechanischen Eigenschaften fallen auf den lösungsgeglühten und frischabgeschreckten Zustand zurück, können im Anschluss aber durch erneute Kalt- oder Warmauslagerung wieder ansteigen. Dieser Effekt kommt gerade bei der Weiterverarbeitung zur Ausnutzung und ermöglicht einen geringeren Kraftbedarf bei etwaigen Umformschritten.
4 Anodische Oxidationsbehandlung der Oberfläche

Die natürliche Oxidschicht des Aluminiums zeichnet sich durch eine gute Haftung, erhöhte Korrosionsbeständigkeit (Witterungs- und Seewasserresistenz) und eine selbsthemmende Eigenpassivierung aus. Schon nach wenigen Minuten an der Atmosphäre bildet sich eine solche Schutzhülle und erreicht im Verlauf einiger Tage 5 bis 20 nm Enddicke (an feuchter Luft dicker, bis zu etwa 100 nm). Aufgebaut ist diese aus einer porenfreien Grundschicht (Sperrschicht aus Al₂O₃) und einer poröseren Deckschicht (wasserhaltig, Al(OH)₃), wobei der Einbau von Schmutz und Legierungselementen ebenfalls stattfindet. Dieser Oberflächenzustand von Aluminium-Knetlegierungen kann über bestimmte Behandlungen verändert werden und bedarf auch häufig einer solchen Anpassung. Es können schon Kratzer, Bearbeitungsspuren und sonstige Inhomogenitäten die Qualität der Grundfläche und damit die erreichbare Dauerfestigkeit vermindern. Darüber hinaus sind aggressive Medien im Stande, solche schädliche Effekte zu intensivieren. Hingegen macht die Beständigkeit gegen viele Industrieatmosphären (siehe Abbildung 4-1 und 4-3, stabiler pH-Bereich bei ca. 4,5 bis 8,5), spezielle Lösungen wie beispielsweise konzentrierte Salpetersäure, HNO_3 (pH = 1) und Meerwasser die Legierungen recht wartungsfreundlich und beliebt. Korrosion im genannten Passivbereich ist dennoch nicht ausgeschlossen, da es zu sehr lokalen Reaktionserscheinungen kommen kann. Eine solche Lochkorrosion, ausgehend von z. B. Fremdpartikeln im eigentlich beständigen Oxidfilm, ist dabei exemplarisch für alle selbstpassivierenden Metalle. [1,2,4,28]



Abbildung 4-1: Korrosions- bzw. stabiler Bereich je nach pH-Wert des umgebenden Mediums, laut [1,2] gilt Oxidhaut bei pH 4,5 bis 8,5 als allgemein beständig, Grafik aus [1]

Ist Widerstand gegen aggressivere Industrieatmosphären gefordert, bietet sich eine zusätzliche Verstärkung der Schutzschicht über eine künstliche Oxidation der Aluminiumoberfläche per Eloxierung an. Das chemische Gleichgewicht der natürlichen Schichtbildung muss dabei, wie bei der Galvanik gängig, mittels äußerer elektrischer Spannung überwunden werden. Der genaue Ablauf und Aufbau einer solchen Eloxalbehandlung sowie die Beeinflussung durch Legierungselemente findet in den folgenden Abschnitten nähere Ausführung. Im Gegensatz dazu entfällt die Betrachtung rein chemischer Verfahren wie Chromatieren und Phosphatieren, sowie das Beschichten mit organischen Überzügen. [1,4,6]

4.1 Allgemeiner Ablauf bei der Eloxalbehandlung

Der prinzipielle Verlauf einer Anodisierung ist in Abbildung 4-2 dargestellt. Besonders wichtig ist dabei die häufig vorgeschriebene Zwischenspülung der Werkstücke. Nur durch sorgfältiges Abspülen im destillierten Wasser kann eine Verschleppung von Chemikalien bzw. Badkontamination verhindert werden. Längere Standzeiten der Becken sind so möglich. [4,6,29]



Abbildung 4-2: Schematische Darstellung der einzelnen Arbeitsgänge einer Eloxierung, Glanz- und Einfärbe-Behandlung sind optionale Schritte [6]

4.1.1 Erste Oberflächenbearbeitung

Vor der chemischen oder elektrochemischen Behandlung (Entfetten, etc.) erfährt das Bauteil meist eine mechanische Oberflächenbearbeitung. Hierbei kommt es unter anderem zur Entgratung, Abrundung von störenden Kanten und es erfolgt häufig ein Schleifen oder Polieren. Zu berücksichtigen ist dabei der schonende Umgang mit der Oberfläche, da z. B. durch schlechte Kühlung bei Schleifarbeiten eine örtliche Überhitzung nach der Eloxierung unter Umständen sichtbar bleibt. Für dekorative und optische Zwecke bietet sich weiters Mattbürsten oder eine Trommelpolitur an. [4,6,29]

Strahlen von Aluminium-Bauteilen erlaubt eine schnelle Verbesserung des Aussehens. Das verwendete Strahlmittel besteht dabei aus körnigen Feststoffen (Korund, Glasperlen, Granatsand etc.). Die Abwesenheit von jeglichen Eisenpartikeln ist dabei notwendig, um Korrosion zu vermeiden. Eine Verwendung von Quarzsand entfällt aufgrund der gesundheitsschädlichen Wirkung silicogener Stäube. Ein durchgeführtes abrasives Sandstrahlen erzeugt letztendlich eine gleichmäßige, matt-glänzende Oberfläche, welche überdies eine erhöhte Dauerschwingfestigkeit aufweist. [4,6]

4.1.2 Reinigen und Beizen der Bauteile

Die chemische Vorbehandlung laut DIN 17611 ermöglicht das für Eloxieren notwendige Reinigen und Entfetten der Werkstücke. Ohne diesen Schritt wäre die Bildung einer später gut haftenden und einheitlichen Passivschicht ausgeschlossen. Fette, Öle, Staub und sonstigen Schmutz gilt es hierbei zu entfernen, wobei alkalische, saure oder organische Reinigungskombinationen (Tenside und Builder) die einzelnen Arbeitsgänge schließlich in einem Becken vereinigen. Das alternative, elektrolytische Entfetten gestattet eine schonendere Reinigung über die Schaltung des Bauteils als Kathode, ist jedoch nur bei geringen Verschmutzungsgrad empfehlenswert. [4,6,29,30]

Das alkalische Beizen ist eine Oberflächenabtragung, welche Guss- und Walzhäute, sowie die natürlich gewachsene Oxidschicht entfernt. Die gebräuchlichste Beizbehandlung ist das kurze Eintauchen (30 Sekunden bis mehrere Minuten) in eine wässrige 150 g/l NaOH-Lösung mit nachfolgender Spülung im destillierten Wasser. Das Eliminieren von etwaigen Verschmutzungen findet ebenso statt, sollte bei zunehmendem Bedarf aber aus Gründen der verringerten Badbelastung vor allem über den separaten Reinigungsschritt erfolgen. Arbeitstemperaturen der Becken liegen im Bereich um die 70 °C. Eine stetige Kontrolle des gelösten Aluminiums sowie die regelmäßige Baderneuerungen sind dabei unumgänglich. Das anschließende Eintauchen in eine Salpetersäure-Lösung mit ca. 10 bis 15 Gew.-% neutralisiert und entfernt möglichen schwarzen Belag ("Dekapieren"). Das

abschließende Ziel der Behandlungsstufe ist ein gleichmäßiges und mattglänzendes Aussehen ohne Oxidhaut und Schmutz. [4,6,30]



Abbildung 4-3: Korrosionsbereiche, in denen sich durch verschiedene Säuren und Laugen die Oxidschicht auflöst, praktische Bedeutung bei Beizbehandlung (z. B.: NaOH, HNO₃) und im Eloxalbecken (dynamisches Gleichgewicht der Oxidation durch H₂SO₄-Lösung) [2]

4.1.3 Anodisierung in der Elektrolysezelle

Die anodische Oxidation des Aluminiumwerkstücks ist der Kern der gesamten Eloxalbehandlung. Dieses elektrochemische Verfahren ermöglicht die künstliche Verdickung der Oxidschicht auf bis zu 200 µm und ist damit dem Gleichgewicht an Luft (ca. 20 nm) weit überlegen. Die Eigenschaften sind im Speziellen in Abschnitt 4.2 angeführt. Im Fokus des hier präsentierten Prozesses liegt vor allem die technische Funktionalität und praktische Verwendbarkeit. Die dekorative Wirkung rückt gerade bei der EN AW-7075-Legierung in den Hintergrund. [2,4,6,29,31]



Abbildung 4-4: Elektrolysezelle für Eloxierung, Bauteile als Anoden (positiver Pol, rot), Luftzuführung am Boden für ausreichend Badkonvektion, Kathoden für Wasserstoffbildung (am Minuspol) [6]

Das hier angeführte GS-Verfahren (Gleichstrom-Schwefelsäure) gilt als Standardprozess und findet in einer typischen Anodisierzelle (siehe Abbildung 4-4) statt. Abwandlungen wie das GSX-Verfahren (Gleichstrom-Schwefelsäure-Oxalsäure) und andere Varianten werden überwiegend in baugleichen Aggregaten angewendet. Die Verbindungsschienen und Klemmen bestehen meist aus Kupfer und sind direkt mit einem Funktionsgenerator verbunden. Nichtrostender Stahl, Blei oder auch Aluminium bilden das Kathodenmaterial. Die zu behandelnden Werkstücke werden als Anode in das Bad gehängt und überziehen sich anschließend mit einer Oxidschicht. Nach dem Kontaktieren und der Inbetriebnahme des Eloxalbeckens kommt es zu folgenden chemischen Reaktionen [4,6,29–31]:

Oxidationsprozess:	2 AI + 3 $H_2O \rightarrow AI_2O_3 + 6 H^+ + 6 e^-$	(4.1)
Rücklöseprozess:	$AI_2O_3 + 6 H^+ \rightarrow 2 AI^{3+} + 3 H_2O$	(4.2)
Kathodische Reaktion:	$6 \text{ H}^{+} + 6 \text{ e}^{-} \rightarrow 3 \text{ H}_2$	(4.3)

Die im Elektrolyten (15 bis 20 Gew.-% Schwefelsäure-Lösung, H₂SO₄) ablaufende Oxidation der Bauteiloberfläche (Gleichung 4.1) erzeugt die gewünschte Al₂O₃-Schicht, aber auch Hitze, welche ungewollt die Schichtrücklösung (Gleichung 4.2) begünstigt. Demensprechend kommt es zum Einsatz einer aktiven Badkühlung (Badtemperatur bei etwa 0 bis 22 °C ideal). Es gilt ebenso das entweichende Wasserstoffgas abzusaugen (siehe Gleichung 4.3). Die eingestellte Stromdichte liegt bei etwa 1,5 A/dm² (Industriestandard), wogegen sich die Spannung selbst einstellt (ca. 12 bis 18 V üblich). Nach 20 bis 60 Minuten Behandlungszeit sind mit dem GS-Verfahren Schichtdicken im Bereich um die 25 µm zu erreichen. Mit einer Zugabe an Oxalsäure zur Badlösung (GSX) können noch stärkere Schichten entstehen, ein leichter Gelbstich als Begleiterscheinung ist jedoch denkbar. [2,4–6,29–31]

Hartanodisieren wird über besonders niedrige Elektrolyttemperaturen (intensive Kühlung auf ca. 3 °C), höhere Stromdichten (bis 20 A/dm²) und eigene Badzusätze realisiert und gestattet 30 bis 200 µm und mehr an Oxidhautdicke. Es verbessert dabei vor allem die Verschleißbeständigkeit mechanisch belasteter Teile (Abschnitt 4.2). [2,4,6,29,31]

4.1.4 Abschluss durch Färben und Verdichten

Eine Farbgebung kann mittels Tauchfärbung in organischen oder anorganischen wässrigen Farblösungen erfolgen. Eine elektrolytische Färbung über Wechselstrom ist ebenso möglich. Oft erhalten eigentlich ungefärbte Bauteile aufgrund ihrer Zusammensetzung auch eine gewisse Verfärbung (Tabelle 4-1). Mögliche Heterogenitäten im Schichtaufbau vermindern abgesehen davon die Transparenz. [4,6,29] Verdichten ist der letzte Schritt des Eloxalprozesses. Es kommt dabei zu einem Tauchgang in entsalzten, siedenden Wasser (etwa 4 Minuten pro μ m Eloxalschicht, bei > 96 °C und pH = 6 ± 0,5), wobei sich alle zuvor entstandenen Poren (Abbildung 4-5) über die Hydratation von Al₂O₃ verschließen (Gleichung 4.4). Nur auf diese Weise kann bei zuvor mikroporiger Struktur ausreichende Korrosionsbeständigkeit erhalten werden. Diese entspricht bei der Böhmitschicht weiterhin jener von Aluminiumoxid. [2,4,6,29,30]

Hydratation bei > 75 °C:
$$Al_2O_3 + H_2O \rightarrow 2 AlOOH (Böhmit)$$
 (4.4)

Zusätze wie Nickelfluorid können die notwendige Badtemperatur wesentlich senken. Möglichen Oberflächenbelag gilt es abschließend zu entfernen (überschüssiger Böhmit). Hartanodisierte Bauteile bedürfen, aufgrund geringer Porosität, häufig keiner Verdichtung. [6]

4.2 Eigenschaften der Oxidschicht und Einflussnahme

Die natürliche Oxidschicht ist überwiegend farblos und transparent und kann im Allgemeinen von Alkalilaugen (NaOH, KOH) und Halogenwasserstoffsäuren (HF, HCI) gelöst werden. Praktische Anwendung findet dieser Umstand im Beizbecken mit NaOH-Lösung. Die über die Eloxalbehandlung künstlich entstehende Passivschicht zeichnet sich demgegenüber durch folgende Charakteristiken aus [1,2,4,6]:

- Verstärkte Dicke (5 bis 30 µm) gegenüber natürlicher Oxidhaut (5 bis 20 nm)
- Korrosionsschutzwirkung gegen chemischen Angriff wird erhöht
- Feste, strukturelle Verbindung mit dem Grundmaterial, da Aluminiumoxid direkt aus Metall entsteht (siehe Abbildung 4-5)
- Dekorativer Effekt und gute Hitzebeständigkeit, sowie Isolationswirkung
- Schlechte Umformbarkeit, dafür hohe Härte (bis 350 HV bei GS-Verfahren), und Abriebfestigkeit

4.2.1 Aufbau und Struktur der Eloxalschicht

Die durch Eloxierung entstehende Al₂O₃-Hülle besteht aus einer dünnen, nahezu porenfreien Grundschicht, auch Sperrschicht genannt, deren Dicke von der vorliegenden Spannung abhängt (ca. 1,2 nm/V). Auf dieser aufgesetzt befindet sich die feinporige Deckschicht. Schichtwachstum erfolgt im Verhältnis 1/3 aus dem und 2/3 in das Metall hinein und ergibt eine bei maßhaltigen Teilen zu beachtende Volumenzunahme. Beim Hartanodisieren liegt dieser Anteil jedoch lediglich bei 50 % (deutlich weniger Porosität). Dieses Sonderverfahren

gestattet Oxidschichtdicken bis 200 µm (graues bis bräunliches Erscheinungsbild) und erlaubt eine hohe Verschleißbeständigkeit (600 HV möglich). Die hexagonalen Zellen der gewöhnlichen Eloxalschicht (siehe Abbildung 4-5) besitzen um die 10^{10} Poren pro cm² und sorgen beim Einfärben für die notwendige Absorption. Bei Biege- und Schlagbeanspruchung kann es allerdings zu Haarrissen kommen, welche die Beständigkeit gegen Korrosion herabsetzten. Umformarbeiten sind demensprechend vor einer Eloxierung abzuschließen. Die unterschiedliche Wärmeausdehnung von Al₂O₃ bezogen zu Aluminium macht trotz hoher Temperaturbeständigkeit (T_m = 2053 °C) etwaige Wärmebehandlungen nach der Eloxierung ebenso hinfällig. [2,4,6,29–31]



Abbildung 4-5: Hexagonale Struktur der künstlich erzeugten Passivschicht, Poren sorgen für Farbaufnahme bei optionaler Färbung, Modell nach Keller, Hunter und Robinson [5]

4.2.2 Auswirkungen der Legierungselemente

Die Werkstoffwahl spielt vor allem bei dekorativen Ansprüchen eine entscheidende Rolle. Dies spiegelt sich in Legierungen mit sogenannter "Eloxal-Qualität" (EQ) wider, welche ein klares und einheitliches Aussehen ermöglichen. Optische Fehler erfahren durch das Anodisieren meist keine Einebnung, sondern eher ein deutliches Hervorheben (Strukturund Musterbildung). Oberflächenvorbehandlungen nach DIN 17611 (Abschnitt 4.1.2) sind demensprechend selbst für eloxierbare Qualitäten unumgänglich. [1,4,6,30]

Geht es hingegen um Korrosions- und/oder Verschleißbeständigkeit allein, zählt nur die technische Funktionalität der Al₂O₃-Oxidschicht und es werden keine besonderen Anforderungen an die Zusammensetzung gestellt. Eine EN AW-7075-Knetlegierung ist demensprechend noch in der Lage einen ausreichenden Oberflächenschutz über eine

Eloxierung aufzubauen. Die im Aluminium enthaltenen Elemente bauen sich jedoch meist als Oxide in die Eloxalschicht ein und üben meist negativen Einfluss auf das Schichtverhalten aus (siehe Tabelle 4-1). Ebenso sind intermetallische Verbindungen von Aluminium mit Fe, Si, Mn etc. möglich (z. B. spröde Al₃Fe-Nadeln, Abschnitt 2.1.5) und beeinflussen ebenfalls das chemische und mechanische Verhalten. [1,6,12,28]

Element	Gehalt in Gew%	Auswirkungen bei angegebener Konzentration
Fe	> 0,4	Strukturabzeichnungen und Eintrübungen (graue/schwarze Streifen), Gefahr durch versprödente Al ₃ Fe-Nadeln
Si	> 1	Graufärbung/dunkle Wolkenbildung, grobe Ausscheidungen gefährden Dauerfestigkeit
Mg	> 5	Eintrübung (braun/grau bis schwarz), Verminderung der Korrosionsbeständigkeit
Zn	< 5	Nur unwesentliche Trübungen (bräunlich), wirkt auf Schichthärte leicht absenkend
Cu	> 0,2	Steigender Einfluss auf Transparenz, graue oder braune Flecken, Verminderung der Härte und Korrosionsbeständigkeit
Mn	> 0,2	Leichte Eintrübungen und Verfärbungen (gelblich) möglich, gerade bei AIMg
Cr	> 0,1	Gelbliche Färbung ebenso beobachtbar
Ti, Zr	> 0,05	Gelbstich und sinkende Durchsichtigkeit

Tabelle 4-1: Einfluss der Legierungselemente und Verunreinigungen auf die Oxidschicht [1,2,6,30]

Effekte können sich je nach Werkstoffzustand abmildern oder auch bei geringeren Gehalten größer auftreten!

Die in der Aluminiummatrix vorhandenen Elemente wirken sich generell senkend auf die Korrosionsbeständigkeit aus. Da die Legierungsbestandteile meist edler als das umgebende Aluminium (U_{H AI} = -1,66 V, Kapitel 2) sind, beschleunigen sie über die Bildung galvanischer Zellen den Angriff. Eine Ausnahme bilden dabei unedlere magnesium-haltige Legierungen, welche jedoch ebenfalls die Beständigkeit verringern können (interkristalline Korrosion, Abschnitt 2.1.3). Die Verläufe von Polarisationskurven geben das jeweilige Lochfraßpotenzial für die unterschiedlichen Legierungszusammensetzungen an. Für eine EN AW-7075 ergibt sich ein Potenzial von ca. -825 mV (Kalomel-Elektrode), ab dem bei steigender Spannung ungehinderte Korrosion vorliegt. Der "Transpassivbereich" ist bei einer solchen Legierung entsprechend schneller erreichbar, als z. B. bei der gezeigten EN AW-5049 (Vergleich mit roter Linie, siehe Abbildung 4-6) und die unerwünschte Passivschicht-Auflösung tritt eher auf. Es ist zu erwarten, dass neben der hier getesteten natürlichen Al₂O₃-Schicht auch die künstlich verdickte Schutzschicht in ihrer Korrosionsbeständigkeit herabgesetzt wird. Der



Einbau von Elementen findet auf die gleiche Weise statt (siehe Anhang, Abbildung 12-8) und auch das kritische Kupfer neigt dazu sich stark anzureichen. [1,2,4,28,32–34]

Abbildung 4-6: Polarisationskurve mit zyklischer Verletzung der natürlichen Oxidschicht stellt Selbstheilungsvermögen dar, Legierung: EN AW-5049 (AlMg2Mn0,8) [2]

4.2.3 Wärmebehandlungen und Gefügezustand

Wie in Abschnitt 4.2 bereits erörtert, wirken sich die im Aluminium vorhandenen Legierungselemente generell negativ auf die Korrosionsbeständigkeit aus, da diese sich auch überwiegend in die Oxidschicht mit einbauen. Darüber hinaus ist der Gesamtgehalt in Bezug auf die Beständigkeit aber häufig nebensächlich (keine wesentliche Korrosionssteigerung von z. B. 0,2 auf 1,3 Gew.-% Zn) und es zeichnet sich demnach nicht immer ein additiver Zusammenhang ab. [1,2,4,28]

Die Form, in welcher die Komponenten enthalten sind, spielt hingegen eine wesentliche Rolle für die chemische Beständigkeit. Homogen im α-Mischkristall gelöste Legierungselemente könnten so auch geringere negative Auswirkungen auf das Schichtwachstum beim Eloxieren haben. Entsprechende Literaturstellen weisen dabei allgemein auf einen solchen Unterschied hin, geben aber keine konkreten Hinweise bezüglich des zu erwartenden Verhaltens einer EN AW-7075. In Folge wird die entsprechende Knetlegierung untersucht und damit eine Überprüfung der Literaturangaben ermöglicht. Sollten beispielsweise über die mittels Wärmebehandlung eingestellten Werkstoffzustände (Abschnitt 5.3) signifikante Verbesserungen im Schichtaufbau auftreten, wäre damit eine Aufwertung der Beständigkeit und Optik vorstellbar. [1,4,6]

Ein weiterer zu beachtender Aspekt ist die Leitfähigkeitsveränderung des Gefüges nach einer Auslagerungsbehandlung. Die Leitfähigkeit nimmt bei künstlicher Aushärtung zu (siehe Abbildung 4-7), da sich gitterverzerrende Atome auslagern und so weniger widerstandssteigernd auswirken können. Die Oxidschicht solcher Proben sollte dementsprechend bei einer Anodisierung im gleichen Eloxalbecken gegenüber den unausgehärteten Werkstücken dicker ausfallen (weniger Spannungsverlust). Ein gegenteiliges Verhalten würde wiederum nahelegen, dass die zuvor besprochene Beeinflussung des Schichtwachstums über vorhergehendes Lösungsglühen tatsächlich existiert und so die negativen Auswirkungen des höheren Wiederstands ausgleicht oder sogar übertrifft. [24,35,36]



Abbildung 4-7: Zunahme der Leitfähigkeit bei fortschreitender Warmauslagerung und Überhärtung einer AW 7010-Legierung (AlZn6MgCu), Bildausschnitt aus [36]

5 Versuchsaufbau und praktische Durchführung

In diesem Abschnitt finden die Beschreibung der Herstellung von erforderlichen Legierungsproben sowie deren konkrete Gefügeumwandlung mittels Wärmebehandlung statt und eine Eloxierung mit identischen Parametern. Die anschließenden Unterkapitel teilen die einzelnen Vorbereitungsschritte und konkreten Versuche systematisch ein und beschreiben vorrangig das Verhalten der EN AW-7075-Knetlegierung. Weitere Legierungsabwandlungen spielen ebenso eine wesentliche Rolle, da nur durch die Variation der chemischen Zusammensetzung der Einfluss der Elemente aufgezeigt werden kann. Die Analysen mittels Schichtdickenmessung, Licht- und Rasterelektronenmikroskopie liefern schließlich die Ergebnisse (Kapitel 6) für eine abschließende Diskussion (Kapitel 7). Dabei gilt es der zentralen Frage nachzugehen, ob die Änderung des Gefügezustands eine Modifikation in der Eloxierbarkeit bewirkt. [1,2,6]

5.1 Aufgabenstellung und Planung der Versuche

Die Charakteristik des Gefügezustands bestimmt das Verhalten einer Aluminiumlegierung. So kann bei einer EN AW-7075 (Zusammensetzung unter Tabelle 2-2) durch Modifikation des Phasenaufbaus mittels Wärmebehandlung die Härte und Festigkeit eine Steigerung erfahren (Kapitel 3). Das so abgewandelte Gefüge verhält sich bei einer darauf folgenden Eloxalbehandlung laut Literatur [1,4,6] ebenso unterschiedlich. Konträr zu der Aushärtung über Auslagerung könne sich demnach durch vorheriges Auflösen der ansonsten kritischen Legierungselemente eine verbesserte Oxidschicht einstellen, wobei dieser Umstand unter Kapitel 4.2.3 genauere Betrachtung findet. Es gilt diese Behauptung nach entsprechender Gefügeeinstellung der betreffenden Legierungen nun durch gezielte Anodisierung zu validieren. [1,2,4,6]

5.1.1 Legierungsschema und statistische Versuchsplanung

Um den direkten Einfluss der Hauptlegierungselemente (Zn, Mg, Cu) einzeln zu bestimmen, kommen passende binäre Werkstoffe (siehe Tabelle 5-1) zum Einsatz. Da aber gerade auch die Wechselwirkungen bzw. Verbindungsbildung mehrerer Komponenten für eine 7xxx-Knetlegierung entscheidend sind, wird die Zusammensetzung der EN AW-7075 innerhalb der Normvorgabe variiert (siehe Tabelle 5-2). Eine spezielle Software zur statistischen Versuchsplanung (MODDE ® von Umetrics) berechnet und gewichtet dabei die separaten Zusammensetzungen nach ihrer Relevanz (DoE: "design of experiments"). Die Experimente N9, N10 und N11 dienen demnach als sogenannte Zentrumsversuche und erhöhen die Aussagekraft der generierten Modelle. [37–39]

Name	Zn [Gew%]	Mg [Gew%]	Cu [Gew%]
V1	6,1	-	-
V2	-	2,9	-
V3	-	-	2,0
Rest ist Aluminiu	m		

Tabelle 5-1: Angestrebte chemische Zusammensetzung der binären Aluminiumlegierungen

Tabelle 5-2: Geforderte chemische Zusammensetzung der 7075-Aluminiumlegierungen laut MODDE	Ξ®,
mit Minimal- und Maximalzusammensetzungen laut Norm EN 573-3 (siehe Tabelle 2-2),	

Name	Reihenfolge	Zn [Gew%]	Mg [Gew%]	Cu [Gew%]
N1	8	5,1	2,1	1,2
N2	10	6,1	2,1	1,2
N3	7	5,1	2,1	2,0
N4	6	6,1	2,1	2,0
N5	4	5,1	2,9	1,2
N6	1	6,1	2,9	1,2
N7	11	5,1	2,9	2,0
N8	9	6,1	2,9	2,0
N9	3	5,1	2,1	1,2
N10	5	5,1	2,1	1,2
N11	2	5,1	2,1	1,2

Rest ist Aluminium

5.1.2 Überblick von sämtlichen Experimenten

Neben der zu verwendenden EN AW-7075-Knetlegierung der Austria Metall AG (kurz AMAG, siehe Abbildung 5-1), müssen alle weiteren Materialien selbst hergestellt werden. Die entsprechenden Berechnungen und Produktionsschritte sind dabei unter Abschnitt 5.2 angeführt. Ergebnisse der Funkenspektroskopie finden sich in Abschnitt 6.1.



Abbildung 5-1: Aluminiumblock der AMAG aus EN AW-7075, genaue chemische Zusammensetzung unter Tabelle 6-1

Um die verschiedenen Gefügezustände später auch reproduzieren zu können, findet als allererstes Experiment eine Auslagerungsbehandlung mit dazugehöriger Bestimmung der Härtewerte statt (siehe Abschnitt 5.3). Einsatz finden dabei die bereits vorhandene AMAG-7075 als industrieller Standard sowie die dafür eigens doppelt hergestellten Legierungsproben N1 und N8 mit minimalem und maximalem Elementgehalt. Nach Auswertung der Härtekurven (Abschnitt 6.2) ist das jeweilige Auslagerungsverhalten bekannt und die eigentlichen Tests mit nachfolgender Eloxalbehandlung können beginnen.

Der EN AW-7075-Block der AMAG wird zu handlichen Proben zugeschnitten und einheitlich geschliffen oder sandgestrahlt (siehe Abbildung 5-2). Danach erfolgt das Lösungsglühen und ein anschließendes Abschrecken in Wasser. Ein Teil kommt direkt in die Eloxierung, während der Rest der Platten unterschiedlich lang in einem Ölbad warmauslagert wird (siehe Abschnitt 5.4). Es zeigt sich, dass Bauteile mit lösungsgeglühten Gefüge deutlich stärkere Oxidschichten erreichen. Je länger die Auslagerung indes andauert, desto geringere Schichtdicken sind möglich. Die geschliffenen wie gestrahlten Oberflächen unterscheiden sich darin nicht, jedoch verursacht das Sandstrahlen eine unansehnliche Optik und schlechte Schichthaftung (Abschnitt 6.3 bzw. Abbildung 6-6).



Abbildung 5-2: Geschliffene und sandgestrahlte Proben der Legierung EN AW-7075 vor der Eloxierung

Als abschließende Versuchsreihe startet die standardisierte Anodisierung aller vorhandenen Legierungsvarianten, mit jeweils zwei Proben für 35 Minuten bei ca. 16 V. Die Probenstücke besitzen dabei die chemische Zusammensetzung nach Tabelle 6-1 und kommen entweder in lösungsgeglühter oder ausgelagerter Form (70 h bei 120 °C) in das Eloxalbecken. Die Auswirkungen von Zink, Magnesium und Kupfer können dank der statistischen Versuchsplanung separat betrachtet werden (Auswertung durch MODDE ®). Das weitere Eloxieren von Binärlegierungen und die erneute Behandlung einer AMAG-7075 mit gleichen Parametern dienen lediglich der umfassenden Untersuchung. So bietet sich eine direkte

Vergleichbarkeit aller Versuchsteile mit der ursprünglichen EN AW-7075-Knetlegierung der AMAG als Industriestandard an. Messungen der Schichtdicke (Abschnitt 6.4) offenbaren im Anschluss an den Eloxalprozess einen signifikanten Einfluss des Gefügezustands auf das Schichtwachstum. Die weitere Präzisierung der Ergebnisse erfolgt schlussendlich durch eine Lichtmikrokopie von bestimmenden Oberflächenabschnitten, sowie deren Analyse mittels Rasterelektronenmikroskopie und energiedispersiver Röntgenspektroskopie (kurz "EDX", siehe Abschnitt 6.5 und 6.6).

5.2 Herstellung der Legierungsproben

Die zuvor ausgewählten Legierungen (siehe Tabelle 5-1 und 5-2) wurden mittels Umschmelzen hergestellt. Hauptaugenmerk liegt dabei auf der möglichst geringen Abweichung bezüglich der chemischen Zusammensetzung. Um eine repräsentative Untersuchung zu gewährleisten, findet zudem die EN AW-7075 der Firma AMAG Einsatz. Diese Legierung dient zum direkten Vergleich des hier gezeigten Produktionsablaufs mit der ansonsten üblichen industriellen Fertigung (Abschnitt 2.2.1) und stellt auch die Praxistauglichkeit aller behandelten Methoden sicher. Beispielsweise tritt im Gesamtverlauf der Fabrikation und aller weiteren Versuche keinerlei Umformung oder Warmwalzung der Blöcke und Einzelteile auf. Die für Knetlegierungen typischen Texturen aus dem industriellen Herstellungsprozess liegen daher lediglich für die AMAG-7075 vor. [1,6]

5.2.1 Gattierungsrechnung und Einsatz von Vorlegierungen

Die unterschiedlichen Versuchslegierungen erfordern eine genaue Legierungsberechnung (Gattierungsberechnung unter Gleichung 5.1) im Vorfeld zum eigentlichen Erschmelzen. Die so bestimmte notwendige Zugabe an einzelnen Legierungselementen ergibt die Zusammenstellung des notwendigen Schmelzmaterials. Zu beachten ist, dass für die Berechnung der jeweiligen Werte das Tabellenkalkulationsprogramm Microsoft Excel 2010 ® zum Einsatz gekommen ist. Eine schnelle und übersichtliche Aufstellung aller erforderlichen Legierungskomponenten (siehe Abbildung 5-3) konnte so mittels Zellbezugsfunktion dynamisch ermöglicht werden. [6,40,41]

Gattierungsformel:
$$m_{MeX-Zugabe} = \frac{100\%(c_{X-Ende}-c_{X-Anfang})\cdot m_{Schmelze}}{\% X_{MeX}\cdot\% R_X}$$
(5.1) $m_{MeX-Zugabe}$... notwendige Zugabe an Legierungskomponente "MeX" $c_{X-Ende/Anfang}$... gewünschte End-/ vorhandene Anfangskonzentration von X $m_{Schmelze}$... sich ergebende Endmasse der Gesamtschmelze $\% X_{MeX}$... Elementgehalt in verwendeter Legierungskomponente "MeX" $\% R_X$... "Ausbringung" bzw. Zulegierungseffizienz, z. B. durch N2 gesteigert

	D41	•	<i>f_{xc}</i> =E16/1	00*\$I\$5*1000						
	A	В	С	D	E	F	G	Н	I	J
34	Zugabe Reinr	netall: [g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[kg]
35		Zn	Cu	Mg	Fe	Si	Mn	Cr	Ti	Rest Al
36	N1	61,2	14,4	25,2	6,0	4,8	3,6	2,8	2,4	1,080
37	N2	73,2	14,4	25,2	6,0	4,8	3,6	2,8	2,4	1,068
38	N3	61,2	24,0	25,2	6,0	4,8	3,6	2,8	2,4	1,070
39	N4	73,2	24,0	25,2	6,0	4,8	3,6	2,8	2,4	1,058
40	N5	61,2	14,4	34,8	6,0	4,8	3,6	2,8	2,4	1,070
41	N6	73,2	14,4	34,8	6,0	4,8	3,6	2,8	2,4	1,058
42	N7	61,2	24,0	34,8	6,0	4,8	3,6	2,8	2,4	1,060
43	N8	73,2	24,0	34,8	6,0	4,8	3,6	2,8	2,4	1,048
44	N9	61,2	14,4	25,2	6,0	4,8	3,6	2,8	2,4	1,080
45	N10	61,2	14,4	25,2	6,0	4,8	3,6	2,8	2,4	1,080
46	N11	61,2	14,4	25,2	6,0	4,8	3,6	2,8	2,4	1,080
47	Gesamt	721,2	196,8	315,6	66,0	52,8	39,6	30,4	26,4	11,8
48		[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]	[kg]

Abbildung 5-3: Screenshot der vorläufigen Legierungsrechnung in MS Excel ®, Proben N1 bis N11

Nach der theoretischen Aufstellung aller Legierungskomponenten beginnen der Zuschnitt und die Abwaage der Einzelmengen. Titan und Chrom finden dabei als Vorlegierungen (AlTi10 und AlCr10) Einsatz, wogegen die restlichen Legierungselemente in Reinform zugegeben werden. Das Aluminium als eigentliche Legierungsbasis ist beispielsweise in Blockform vorhanden (siehe Abbildung 5-4) und besitzt die Zusammensetzungsklasse "Glanzqualität" mit mindestens 99,8 Gew.-% Al (siehe Tabelle 5-3).



Abbildung 5-4: Reiner Aluminiumblock als Ausgangsmaterial für Legierungen, Masse um die 21 kg, chemische Durchschnittszusammensetzung in Tabelle 5-3

Tabelle 5-3: Durchschnittliche chemische Zusammensetzung der Aluminiumblöcke in Gew%, zu	Jr
Herstellung von weiteren Proben bzw. Legierungen, entspricht "Glanzqualität" Al99,8 [2]	

Zn	Mg	Cu	Fe	Si	Mn	Cr	Ti
0,009	-	0,009	0,014	0,010	-	-	0,003

weitere Elemente liegen unter der Nachweisbarkeitsgrenze

Nach der fertigen Zusammenstellung startet der eigentliche Schmelzprozess. Um dabei eine einheitliche Mischung der identischen Nebenbestanteile bei den Legierungen N1 bis N11 (keine Eisenvariation etc., blaues Feld bei Abbildung 5-3) zu gewährleisten, erfolgt zunächst die Herstellung einer gesonderten Vorlegierung. Das gezielte Verunreinigen der ansonsten reinen Aluminiumblöcke mit den vorgeschriebenen, zum Teil schwer löslichen Begleitelementen Fe, Si, Mn, Cr und Ti (siehe Tabelle 2-2) geschieht in einem Induktionsofen mit hoher Konvektionsleistung (siehe Abbildung 5-5).



Abbildung 5-5: Induktionsofen zur Produktion einer mit Verunreinigungen (Si, Cr und Ti) einheitlich kontaminierten Vorlegierung für spätere Legierungsherstellung in Nabertherm-Öfen

Die so erstellte Basislegierung kommt bis auf Eisen und Mangan der gewünschten Analyse in etwa gleich (siehe Tabelle 5-4). Die genannten Elemente haben sich vermutlich vorerst unzureichend aufgelöst und sind nun eigenständig den Proben N1 bis N11 im eigentlichen Herstellungsschritt nachzulegieren. Dabei ist die Vereinheitlichung des Gehalts an Nebenbestandteilen entscheidend für die spätere Beurteilung der Ergebnisse, da auf diese Weise die Effekte der Mikrolegierungselemente größtenteils ausgeblendet werden können. Die binären Legierungen V1 bis V3 bedürfen grundsätzlich keiner solchen Verunreinigung.

Tabelle 5-4: Durchschnittliche Zusammensetzung der Vorlegierung in Gew.-% mit akzeptablen Gehalten (bis auf Eisen und Mangan, in blau), verwendet zur Herstellung der Proben N1 bis N11

Fe	Si	Mn	Cr	Ti	Al
0,027	0,343	0,001	0,278	0,179	Rest

weitere Elemente liegen unter der Nachweisbarkeitsgrenze

5.2.2 Erschmelzen, Abguss und Homogenisieren der Blöcke

Die Herstellung der zentralen Probenlegierungen N1 bis N11 sowie V1, V2 und V3 beginnt mit dem Verflüssigen eines Teils der entsprechenden Basislegierung (siehe Tabelle 5-3 und 5-4) in einem elektrischen Laborofen (siehe Abbildung 5-6). Das Erschmelzen selbst findet im Inneren des Laborofens in einem geschlichteten Tiegel statt, womit jegliche Aufnahme von Fremdelementen entfallen soll. Zusätzlich kommt eine Stickstofflanze zum Einsatz (siehe Abbildung 5-8), welche eine abschirmende Innertgas-Atmosphäre über dem Schmelzbad gewährleistet. Nach erster Verflüssigung und Halten bei ca. 800 °C erfolgt die Zugabe von Eisen, Mangan und Kupfer, sowie eine 15 Minuten lange Spülbehandlung, ebenfalls mit N₂ zur besseren Auflösung der kritischen Elemente und Absenkung des Wasserstoffgehalts. Diese Legierungselemente lösen sich, trotz viel höherem Schmelzpunkt, durch laufende Diffusionsvorgänge im Aluminium auf. Nach weiterer Zugabe an Al und einer damit einhergehenden Abkühlung auf ca. 680 °C kann Zink und Magnesium chargiert werden. Durch schnelles Einrühren dieser Komponenten unter die Badoberfläche tritt eine hohe Baddurchmischung, aber kaum Abbrand auf. Der kleine Durchmesser des Probentiegels trägt zusätzlich zur Verminderung ungewollter Reaktionen bei. [2,6,21]



Abbildung 5-6: Verwendete Schmelzöfen der Marke "Nabertherm", bis 1000 °C und für 1 Liter-Tiegel, abgedeckt mit weißen Feuerfest-Matten, geschlichteter Schmelztiegel neben dem Ofen (oranger Kreis, linkes Bild), Spülgasvorrichtung (blauer Kreis, rechtes Bild)

Nach Zugabe des letzten Aluminiumblocks und ausreichender Wartedauer für die vollständige Auflösung folgt das Abkrätzen mit einem Schöpflöffel. Dieses abschließende Abziehen der Krätze vor dem Abguss sorgt dafür, dass die Oxide nicht in den späteren Gussblock gelangen und so die mechanischen Eigenschaften verschlechtern. Danach wird die flüssige Legierung in eine Kokille (siehe Abbildung 5-7) gegossen und erstarrt dort zu einem etwa 1,2 kg schweren Barren (Abbildung 5-8). [1,2,6]



Abbildung 5-7: Darstellung der sandgestrahlten Stahlkokille, rechts geschlichtet



Abbildung 5-8: Stickstofflanze zum Verhindern von Metallabbrand (links, Einbau unter Abbildung 5-6, blaue Markierung), fertige Legierungsblöcke vor Homogenisierungsglühen und Zuschnitt (rechts)

Durch voraussichtlich problematische Seigerungseffekte, bedingt durch das Gießverfahren, bedarf es einer gesonderten Homogenisierung. Diese Wärmebehandlung (siehe Abschnitt 3.1) findet bewusst in zwei Stufen statt. Ein Glühen bei 300 °C für 24 h und ein weiteres Halten bei 480 °C für 20 h löst niedrigschmelzende Phasen, ohne etwaigen Formverlust oder andere ungewollte Beschädigungen zu verursachen. Der dazu verwendete Ofen ist in Abbildung 5-9 dargestellt. Die Behandlung selbst geschieht noch vor dem Probenzuschnitt und der chemischen Analyse. [1,2,6]



Abbildung 5-9: Nabertherm Umluft-Kammerofen bis 650 °C, verwendet für das Homogenisierungsglühen in zwei Stufen, zu behandelnde Legierungsblöcke im rechten Bild aufgereiht (geöffneter Ofen)

5.2.3 Chemische Analyse und Musterzuschnitt der Proben

Um eine zufriedenstellende Zusammensetzung der Legierungen sicherzustellen (Vorgaben unter Tabelle 5-1 und 5-2), erfolgt bereits während der Herstellung die Kontrolle der chemischen Analyse. Das dafür eingesetzte Verfahren ist die Funkenspektroskopie (siehe Abbildung 5-10). Die ermittelten Resultate der erzeugten Legierungsproben sowie die Überprüfung der EN AW-7075 der AMAG finden sich unter anderem im Abschnitt 6.1.



Abbildung 5-10: Funkenspektrometer der Marke SPECTROMAXx am Lehrstuhl für Nichteisenmetallurgie

Um für die späteren Versuche geeignete und handliche Proben zur Verfügung zu haben, erfolgt ein genauer Probenzuschnitt, wobei Platten mit den Abmessungen 5x8x0,8 cm (BxHxT) und kleinere Würfel erzeugt werden (siehe Abbildung 5-11). Zum Einsatz kommt dabei eine stationäre Bandsäge (siehe Abbildung 5-12) mit einer integrierten Pumpe für die Kühlflüssigkeitszuführung. Lokale Überhitzungen sind so vermeidbar und mögliche Gefügebeeinflussungen bleiben aus. Das anschließende Bohren von Löchern (Ø 6 mm) im oberen Plattenbereich erfolgt letztlich um die Kontaktierung beim Eloxieren zu ermöglichen.



Abbildung 5-11: Probenzuschnitt aus den vorher erzeugten Legierungsblöcken, Standardplatten für Eloxierung in blau, Würfelproben für erste Auslagerungsversuche in rot



Abbildung 5-12: Stationäre Bandsäge Marke "Shark", Modell 282 (links) mit Sägeblatt für Aluminium-Zuschnitt, fertig geschnittene und gebohrte Probenplatten im rechten Bild

5.3 Auslagerungsversuche und Ermittlung des Härteverlaufs

Um das Verhalten der hergestellten und bereits vorhandenen Legierungen nach einer Auslagerungsbehandlung besser beurteilen zu können, findet ein gesondertes Experiment zur Ermittlung der Härteverläufe statt. Dabei kommen die Legierungen N1 und N8 (minimale oder maximale Elementgehalte, siehe Tabelle 5-2), sowie die EN AW-7075 der AMAG zum Einsatz. Die zuvor erzeugten Legierungswürfel werden bei etwa 480 °C für ca. 36 Minuten lösungsgeglüht (Ofen unter Abbildung 5-13) und anschließend im Wasserbad abgeschreckt. Die vorbereiteten Probenstücke (siehe Abbildung 5-14) lagern nun entweder im Ölbad (LAUDA ECO) bei 120 °C oder im Wärmeschrank (Memmert) bei 25 °C aus. Die so realisierte Warm- oder Kaltauslagerung der Proben ergibt nach Messung über einen Prüfautomaten (EMCO-Universalhärteprüfgerät, siehe Abbildung 5-15) aufschlussreiche Härtewerte und -verläufe, welche in Abschnitt 6.2 zusammengefasst sind. [1,2,6]



Abbildung 5-13: Kleiner Nabertherm Umluft-Kammerofen (bis 650 °C), verwendet zum Lösungsglühen aller weiteren Proben bei etwa 480 °C



Abbildung 5-14: Würfelproben für Auslagerungsversuche (links), direkt nach dem Lösungsglühen ergeben sich leichte Anlassfarben, anschließend erfolgt separate Auslagerung bei 120 °C im Ölbad oder bei 25 °C im Wärmeschrank (mittleres/rechtes Bild)

Anmerkungen zur Messung der Härtewerte mittels EMCO-Prüfautomaten:

Der Vergleich verschieden behandelter Proben und die Unterscheidung ungleicher Gefügezustände gestalten sich bei mechanischen Standarduntersuchungsverfahren (Zugversuch, Kerbschlagbiegeversuch etc.) als durchaus zeitaufwendig. Dementsprechend kommt es im Rahmen dieser Arbeit stattdessen zur Anwendung einer Härteermittlung am Prüfautomaten "EMCO M4C 025 G3M" (Abbildung 5-15). Durch die schnelle und einfache Bestimmung der Härte kann ebenfalls recht genau der Werkstoffzustand vorhergesehen werden (Beispiele in Tabelle 5-5). Dabei findet häufig die Brinellhärte nach EN ISO 6506 aufgrund ihrer unkomplizierten Bestimmbarkeit Einsatz (Verfahren unter Tabelle 5-6). Weiters zu beachten ist, dass bei einer Gefügezustandsbestimmung über die Härtewerte gewisse Unsicherheiten über z. B. Verfestigungs-, Eigenspannungs- und Textur-Effekte gegeben sein können, meist aber vernachlässigbar sind. [1,2,42,43]



Abbildung 5-15: EMCO Universalhärteprüfgerät "M4C 025 G3M" zum Erzeugen von Härteeindrücken nach dem Brinell-Verfahren

Messung\Material	weiches Reinaluminium	warmausgehärtetes EN AW-7075
Härtewert	15 HB	140 bis 160 HB

Tabelle 5-5: Härtewerte von Reinaluminium und 7075 (gehärtet) aus Literatur [1,12]

Tabelle 5-6: Kleine Auswahl geeigneter Verfahren für die Härtebestimmung nach EN ISO 6506, konstante Messkraft ist dabei für 15 Sekunden aufrecht zu erhalten (siehe Prüfkraft) [42,43]

Bezeichnung	Kugeldurchmesser	Prüfkraft	Verwendung
HBW 2,5/31,25	2,5 mm	306,5 N	bei unlegiertem Aluminium oder sehr weichen Legierungen
HBW 2,5/62,50	2,5 mm	612,9 N	bei harten/gehärteten Legierungen → verwendet für eigene Messungen

Weitere etablierte Methoden zur Bestimmung des Gefügezustands sind unter anderem die Messung der elektrischen Leitfähigkeit, sowie die metallographische Untersuchung. Erstere wird in dieser Masterarbeit nicht herangezogen. [2,35,36]

5.4 Eloxalbehandlung einer EN AW-7075 bei verschiedenen Gefügezuständen

Nach der Ermittlung einzelner Auslagerungskurven erfolgt die kombinierte Behandlung mit einer identen Eloxierung. Verwendung findet die AMAG-7075 (Industrielegierung), welche nach dem Probenzuschnitt geschliffen (Körnung von 120) oder sandgestrahlt (siehe Abschnitt 5.4.2) wird. Das nachfolgende Lösungsglühen bei 480 °C für ca. 36 Minuten im Umluft-Kammerofen (siehe Abbildung 5-13 und 5-16) mit nachfolgender Abschreckung im Wasserbad erzeugt schließlich ein aushärtbares Gefüge.



Abbildung 5-16: Ölbad LAUDA ECO und Nabertherm Umluft-Kammerofen nebeneinander (links), geschlichtete Probenplatten (geschliffen/gestrahlt) kurz vor Einsatz in entsprechenden Ofen (rechts)

Der Großteil der Proben lagern anschließend im Ölbad bei 120 °C unterschiedlich lange aus, bevor sie eine Anodisierung erfahren. Die Bevorzugung der Warmaushärtung begründet sich dabei durch die wesentlich schnellere und exaktere Gefügeeinstellung (Abschnitt 6.2). Einzelne Platten werden hingegen direkt im lösungsgeglühten Zustand dem Eloxalprozess zugeführt (Vorgehensweise unter Tabelle 6-2). Die vereinheitlichte Eloxierung dauert ca. 35 Minuten, wobei üblicherweise drei Proben gleichzeitig auf einem Gestell (siehe Abbildung 5-17) bei 15 A eine Endspannung von 18 V anstreben.



Abbildung 5-17: Probengestell aus Titan mit testweiser Belegung der Kontaktstellen (Klammermechanismus)

Eine genauere Beschreibung der einzelnen Verfahrensschritte sowie der verwendeten Laboranlage findet sich in nachfolgenden Unterkapiteln. Die Ergebnisse der Schichtdickenmessung (Apparat unter Abbildung 5-18) und die Darstellung der erzeugten Oberflächen sind unter Abschnitt 6.3 erfasst.



Abbildung 5-18: Schichtdickenmessgerät der Firma Elektrophysik

5.4.1 Aufbau der Eloxal-Versuchsanlage am Lehrstuhl

Der Lehrstuhl für Nichteisenmetallurgie verfügt über eine vollständige Versuchsanlage zur Durchführung von Eloxal- und Harteloxalbehandlungen. Dementsprechend findet diese spezielle Einrichtung als primäres Versuchsaggregat Verwendung. Die Reihung der Becken unter Abbildung 5-19 folgt dabei der Chronologie aller Behandlungsschritte aus Abschnitt 4.1, welche überdies unter Tabelle 5-7 zusammengefasst werden.



Abbildung 5-19: Anlagengrundriss mit schematischer Beschreibung aller Behandlungsbecken

Becken- bezeichnung	Funktion	Behandlungszeit	Zusammensetzung und Temperatur
1	Entfetten	10 Minuten	Reinigerlösung und Builderzusatz von Schwenk (pH ca. 8,3), 60 °C
2:A:B	Spülen	3 Minuten	2 Becken mit destilliertem Wasser, RT
3	Beizen	5 Minuten	175 g/l Natronlauge plus Beizzusatz BH-42 und Al-Puffer (pH bei 14), 55 °C
4:C:D	Spülen	3 Minuten	2 Becken mit destilliertem Wasser, RT
5	Dekapieren	1 Minute	10 % Salpetersäure + EBS-Zusatz, RT
6:E:F	Spülen	3 Minuten	2 Becken mit destilliertem Wasser, RT
7	Eloxieren	35 Minuten	20%-Schwefelsäure mit Netzmittel und Oxalsäure, gekühlt auf etwa 12 °C
8:G:H	Spülen	3 Minuten	2 Becken mit destilliertem Wasser, RT
9	Einfärben	>übersprungen<	>keine Behandlung durchgeführt<
10	Sealing	Mindestens 40 Minuten	Destilliertes Wasser mit Sealingzusatz, nahe Siedepunkt bei ca. 98 °C

Tabelle 5-7: Chemismus und Beckenfolge bei der Eloxalanlage am Lehrstuhl [4,44]

Großbuchstaben bezeichnen zwei Stufen, RT steht für Raumtemperatur, Pufferwirkung bei Beize ideal ab 20 g/l Al und mehr

Die typische Stromstärke einer Eloxal-Elektrolysezelle im industriellen Betrieb liegt bei etwa 1,5 A pro dm² Probenfläche. Dagegen wird im hier gezeigten Labormaßstab eine durch kleinere Losgrößen ermöglichte Intensität von 5 A/dm² angewendet und mittels Funktionsgenerator (siehe Abbildung 5-20) gesteuert. Ein schnelleres Schichtwachstum mit härterer Oberfläche ist die Folge. Nach 20 bis 60 Minuten stellt sich schließlich eine Badspannung von 12-18 V ein. Bei der Eloxalbehandlung unterschiedlicher Legierungen (AMAG, N1 bis N11 etc.) ist dabei auf die Zusammensetzung pro Charge zu achten. Verschiedene Legierungen besitzen bekannter Weise ungleiche Potenzial- und Leitfähigkeitswerte (unter Tabelle 2-1) und können sich in Folge bei direktem Kontakt im Eloxalbecken nur unterschiedlich stark eloxieren. Eine einheitliche Schichtdicke ist bei einer Mischzusammensetzung des Gerüsts bzw. pro Behandlungsdurchgang nicht möglich und muss vermieden werden. [4,6,29–31]



Abbildung 5-20: Versuchsanlage für Eloxalbehandlungen am Lehrstuhl (links), Funktionsgenerator (rote Markierung), 3D-Konstruktion durch CAD-Programm "Solid Edge"® (rechts)

5.4.2 Alternative Oberflächenvorbereitung durch Sandstahlen

Die Behandlung der Oberfläche mittels Sandstrahlung geschieht schnell und unkompliziert. Zum Einsatz kommt eine Druckluftpistole innerhalb einer eigens dafür vorgesehenen Kabine (siehe Abbildung 5-21). Das Verfahren selbst ist dabei zeitsparender als eine vergleichbare mechanische Schleifbehandlung und mehrere Bauteile werden aus Testzwecken noch vor der Wärme- und Eloxalbehandlung sandgestrahlt. Die Ergebnisse sind in Abschnitt 6.3 festgehalten und zeigen die Limitierung dieser Methode auf. Verantwortlich dafür kann das, für die folgende Eloxierung nicht optimale, Strahlmittel sein, welches aus Schlackengranulat mit Eisenoxidanteil besteht. Die genaue Zusammensetzung findet sich unter Tabelle 5-8.



Abbildung 5-21: Sandstrahlkabine arbeitet mit Druckluft und entsprechender Druckluftpistole für Strahlmitteltransport

Tabelle 5-8: Chemische Zusammensetzung des verwendeten	"RUBY" Allroundstrahlmittels RS [45]
--	--------------------------------------

chemische Charakterisierung	CAS Nr.	Inhaltsstoffe (Mittelwert, Gew%)
Siliciumoxid (SiO ₂ , nicht silikogen)	14808-60-7	35,0
Eisenoxid (Fe ₂ O ₃)	1309-37-1	33,0
Aluminiumoxid (Al ₂ O ₃)	1344-28-1	23,0
Magnesiumoxid (MgO)	1309-48-4	7,0
Calciumoxid (CaO)	1305-78-8	1,0
Manganoxid (MnO)	1317-35-7	1,0

Wegen schlechter Ergebnisse (Oberflächenbeschaffenheit unter Abbildung 6-11) findet bei nachfolgenden Testreihen keine Sandstrahlung mehr statt. Zum Zwecke der mechanischen Vorbehandlung kommt demgemäß nur noch die Schleifbehandlung zum Einsatz (direkter Vergleich unter Abbildung 5-2).

5.5 Anodisierung aller Legierungsvarianten unter identen Bedingungen

Probenstücke aller Legierungen der Tabelle 6-1 werden nach einer mechanischen Vorbehandlung (Schleifen bei Körnung 120) bei 480 °C für ca. 36 Minuten lösungsgeglüht und anschließend abgeschreckt. Das allgemeine Vorgehen gleicht dabei dem aus Abschnitt 5.4. Die eine Hälfte der Platten kommt direkt in die vereinheitlichte Eloxierung (zwei Einheiten gleichzeitig, siehe Abbildung 5-22), welche nach 35 Minuten bei 10 A eine Endspannung von ungefähr 16 V erreicht, während die anderen Bauteile erst im Ölbad (Abbildung 5-14, mittleres Bild) für 70 h warmauslagern.



Abbildung 5-22: Chemische Vorbehandlung durch Beizen (links), Bildung einer schwarzen Schicht auf AMAG-7075-Proben (mittleres Bild, entfernt über Dekapieren), Elektrolysezelle im Betrieb (rechts)

Nach Abschluss der Eloxalbehandlung kommt es zur Analyse der Oberfläche mittels Schichtdickenmessung (siehe Abbildung 5-18). Die Ermittlung der Härtewerte findet zur ausführlicheren Betrachtung ebenfalls statt (Rückschluss auf Gefügezustand). Die daraus folgenden Ergebnisse sowie ein optischer Vergleich aller Proben sind unter Abschnitt 6.4 zusammengestellt. Zu beachten ist weiters, dass gerade durch die Legierungsaufstellung nach Vorbild der Versuchsplanung (siehe Abschnitt 5.1.1) die Auswertung über das Statistikprogramm MODDE ® eine Beurteilung der einzelnen Elementeinflüsse zulässt (siehe Abbildung 6-8 und 6-9, sowie Anhang).

6 Ergebnisse und Auswertungen

In diesem Abschnitt kommt es zur Auflistung der Resultate aller relevanten Analysen. Darunter fallen die Ermittlung der chemischen Zusammensetzung, Messung der Härtewerte, Erhebung der Oxidschichtdicke und verschiedene Gefüge- und REM-Aufnahmen, je nach Legierung. Die dazu eingesetzten Analysemethoden werden bereits im Kapitel 5 in den entsprechenden Unterkapiteln näher erläutert.

6.1 Zusammensetzung der verwendeten Legierungsproben

Trotz anfänglicher Probleme im Hinblick auf die Vorlegierung (siehe Tabelle 5-4) gelingt die zufriedenstellende Herstellung aller benötigten Werkstoffe. Die Funkenspektrometrie liefert nach Tabelle 6-1 gute Ergebnisse, welche auch beim direkten Vergleich mit den Vorgaben aus Tabelle 5-1 und 5-2 (Vorlagen laut MODDE ®) überzeugen. Alle nur gering enthaltenen, chemischen Elemente und Verunreinigungen sind überwiegend in mittleren, einheitlichen Konzentrationen vorhanden, wodurch störende Einflüsse von Mikrolegierungselementen ausgeblendet werden können.

Name	Reihenfolge	Zn	Mg	Cu	Fe	Si	Mn	Cr	Ti
N1	8	5,19	2,17	1,43	0,149	0,303	0,109	0,206	0,146
N2	10	6,51	2,14	1,41	0,142	0,303	0,138	0,209	0,153
N3	7	4,89	2,00	2,01	0,068	0,257	0,071	0,214	0,152
N4	6	5,90	2,00	2,17	0,141	0,293	0,144	0,208	0,162
N5	4	5,38	3,09	1,38	0,109	0,302	0,149	0,204	0,143
N6	1	5,82	3,20	1,46	0,178	0,312	0,112	0,200	0,166
N7	11	5,11	3,18	2,38	0,112	0,312	0,156	0,206	0,137
N8	9	6,24	3,08	2,21	0,116	0,306	0,082	0,196	0,141
N9	3	5,23	2,25	1,35	0,110	0,308	0,088	0,209	0,147
N10	5	5,27	2,25	1,44	0,118	0,297	0,147	0,209	0,159
N11	2	5,23	2,24	1,39	0,065	0,308	0,034	0,210	0,147
V1	-	5,89	-	-	0,013	0,012	-	-	-
V2	-	-	2,91	-	0,015	0,013	-	-	-
V3	-	-	-	2,05	0,014	0,015	-	-	-
AMAG	-	5,22	2,48	1,41	0,096	0,063	0,019	0,205	0,047
Dur	chschnitt	5,53	1,7	2,540	0,096	0,227	0,104	0,206	0,142

Tabelle 6-1: Zusammensetzung der hergestellten und bereits vorhandenen Legierungen in Gew.-%, Analyse über Funkenspektroskopie (Durchschnittsberechnung aller Ergebnisse aus drei Messpunkten)

6.2 Messergebnisse der Härteprüfung und Kurvenverlauf

Die ersten Auslagerungsversuche einer EN AW-7075 der AMAG sowie der N1- und N8-Legierungen zeigen die zeitlichen Härteverläufe nach einer unterschiedlich langen Warmund Kaltauslagerung in Abbildung 6-1. Die Ermittlung der einzelnen Härtewerte erfolgte durch ein EMCO-Universalhärteprüfgerät (siehe Abbildung 5-15) und findet sich im Anhang unter Tabelle 12-1.



Abbildung 6-1: Härteverlauf durch Warm- (links) und Kaltauslagerung (rechts) der EN AW-7075 (AMAG) bei 120 und 25 °C, polynomielle Anpassung 3. und 4. Ordnung (rot/blau) durch OriginPro ®

Es ist zu erkennen, dass auch die im Labormaßstab erzeugten Legierungen N1 und N8 dem Auslagerungsverhalten einer EN AW-7075-Knetlegierung aus industrieller Fertigung folgen. Die für die Warmaushärtung bei 120 °C benötigte Zeit wird entsprechend der ermittelten Kurven auf 70 und 200 h festgelegt und für weitere Experimente herangezogen (siehe Abschnitt 5.4 und 5.5)



Abbildung 6-2: Härteverlauf durch Warm- (links) und Kaltauslagerung (rechts) der Proben N1 bei 120 und 25 °C, erneut polynomielle Anpassung 4. Ordnung (rot/blau) durch OriginPro ®



Abbildung 6-3: Härteverlauf durch Warm- (links) und Kaltauslagerung (rechts) der Proben N8 bei 120 und 25 °C, weitere polynomielle Anpassung 4. und 3. Ordnung (rot/blau) durch OriginPro ®

Es ist zu beachten, dass aufgrund teils starker Streuungen bei den Ergebnissen der N1- und N8-Proben eigene Hilfskurven zum Einsatz kommen. Diese ergeben sich aus den jeweiligen Annäherungen über das Analyse- und Darstellungsprogramm "OriginPro ®" (polynomielle Anpassung n-ter Ordnung).

6.3 Oberflächenbeschaffenheit nach erster Auslagerung und Eloxierung

Die verschieden ausgelagerten Standardlegierungsproben der EN AW-7075 aus Abschnitt 5.4 ergeben nach einer weitgehend einheitlichen Anodisierung leicht unterschiedliche Schichtdicken (siehe Tabelle 6-2). Die Optik der eloxierten Bauteile (siehe Abbildung 6-4) variiert dabei ebenso, vor allem aber durch die vorangegangene mechanische Vorbehandlung. Gerade die sandgestrahlten Proben AP1 bis AP5 weisen im Vergleich zu den nur einfach geschliffenen A1 bis A8 ein deutlich matteres Aussehen auf (siehe Abbildung 6-6). Unabhängig davon folgt die Schichtstärke aus beiden Versuchsreihen einem mit der Auslagerungszeit abnehmenden Verlauf, welcher im Falle der geschliffenen Probenstücke unter Abbildung 6-7 dargestellt ist.

Der idealen Aushärtung bei einer 70 und 200 h langen 120 °C-Warmauslagerung (siehe Abbildung 6-1) folgt ein ebenso starker Abfall der erreichbaren Al₂O₃-Schichtdicke. Dies weist auf einen direkten Zusammenhang zwischen Gefügezustand und Schichtwachstum hin. Der positive Effekt des Lösungsglühens, wie auch die ungünstige Wirkung bei entsprechender Aushärtung, werden demnach im nächsten Versuch (Abschnitt 5.5) genauer untersucht.

Probe	Zustand vor Eloxalbehandlung	erreichte Schichtdicke in µm (Durchschnitt aus fünf Werten)		
A1	Kaltauslagert bei 25 °C für 75 h	37,8		
A2	Lösungsgeglüht und ohne Auslagerung	48,9		
A3	Lösungsgeglüht und ohne Auslagerung	53,5		
A4	Warmausgelagert bei 120 °C für 1,5 h	52,0		
A5	Warmausgelagert bei 120 °C für 9 h	38,2		
A6	Warmausgelagert bei 120 °C für 9 h	16,9		
A7	Warmausgelagert bei 120 °C für 70 h	29,1		
A8	Warmausgelagert bei 120 °C für 200 h	19,7		
AP1	Lösungsgeglüht und ohne Auslagerung	47,1		
AP2	Warmausgelagert bei 120 °C für 1,5 h	52,6		
AP3	Warmausgelagert bei 120 °C für 9 h	16,5		
AP4	Warmausgelagert bei 120 °C für 70 h	30,7		
AP5	Warmausgelagert bei 120 °C für 200 h	18,1		

Tabelle 6-2: Überblick von der Beschaffenheit der behandelten Proben A1 bis A8 und AP1 bis AP5

Proben A6 und AP3 dienten nur für ersten Testlauf der Anlage mit kürzerer Eloxierung und Sealing



Abbildung 6-4: AMAG-Proben A1 bis A3 mit unterschiedlichen Gefügezustand (siehe Tabelle 6-2) und nach einheitlicher Eloxierung, leichter Gelbstich mit abweichender Intensität, A2 und A3 mit bester Optik



Abbildung 6-5: AMAG-Proben A4, A5, A7 und A8 (siehe Tabelle 6-2), längere Warmauslagerung bewirkt unansehnlicher werdende Oberflächen mit stärkerer Ausprägung der Schleifriefen



Abbildung 6-6: AMAG-Proben AP4 und AP5 (sandgestrahlt, siehe Tabelle 6-2) mit fleckiger Optik, leichte Abplatzungen bei AP4 (rechts oben) zusätzlich problematisch



Abbildung 6-7: Schichtdickenverlauf der Proben A3 bis A8 bei zunehmender Auslagerungszeit im warmen Ölbad (120 °C), starke Abnahme mit polynomieller Anpassung 2. Ordnung (rot)

6.4 Analyse der erzeugten Eloxalschichten und Ermittlung der Elementeinflüsse

Nach der einheitlichen Eloxalbehandlung der unterschiedlich wärmebehandelten Legierungsvariationen N1 bis N11, V1 bis V3, und AMAG-7075 aus Tabelle 6-1 ergeben sich bei direkter Gegenüberstellung deutliche Unterschiede in der Schichtbildung (siehe Tabelle 6-3). Die zusätzliche Härtemessung dient der weiteren Begutachtung des erreichten Gefügezustands und zeigt ein klar konträres Verhältnis zur möglichen Al₂O₃-Schichdicke auf.

Brobon	Lösungsgeglüht LSG		Warmauslage	ern bei 120 °C	Differenz zu LSG		
bezeichnung	Schichtdicke in µm	Härte in HB	Schichtdicke in µm	Härte in HB	%, bei Dicke	%, bei Härte	
N1 1/2	25,5	110,0	19,0	155,7	-25,4	+41,5	
N2 1/2	21,9	123,3	18,2	165,3	-16,8	+34,1	
N3 1/2	22,4	114,7	16,7	165,3	-25,4	+44,2	
N4 1/2	22,2	125,7	17,5	167,3	-21,2	+33,2	
N5 1/2	23,4	134,0	18,8	172,3	-19,7	+28,6	
N6 1/2	28,6	121,3	20,8	176,3	-27,2	+45,3	
N7 1/2	29,7	132,0	20,8	180,7	-29,9	+36,9	
N8 1/2	38,3	145,0	26,6	179,3	-30,5	+23,7	
N9 1/2	20,6	104,3	16,5	165,3	-20,2	+58,5	
N10 1/2	37,7	98,8	28,8	171,3	-23,7	+73,4	
N11 1/2	28,6	110,0	21,1	165,3	-26,3	+50,3	
V1 1/2	24,2	22,4	22,6	21,9	-6,8	-2,2	
V2 1/2	26,5	48,5	20,7	46,7	-21,7	-3,7	
V3 1/2	28,0	39,3	21,7	38,4	-22,4	-2,3	
AMAG 1/2	28,4	145,3	22,2	192,7	-22,1	+32,6	

Tabelle 6-3: Überblick von allen gemessenen Oxidstärken und Härtewerte nach der Eloxalbehandlung, Analyse durch Schichtdickenmessgerät und EMCO-Prüfautomat (Abschnitt 5.3)

Nx 1 lösungsgeglüht, Nx 2 für 70 h bei 120 °C warmausgelagert, Schichtdicke aus fünf Werten und Härte aus drei gemittelt

Um die einzelnen Probenstücke auch optisch direkt zu vergleichen, findet sich in Tabelle 6-4 eine Betrachtung aller eloxierten Oberflächen. Die Auswertung etwaiger Elementeinflüsse über die Variation der Hauptlegierungselemente (Zn, Mg und Cu) ist durch das Analyseprogramm MODDE ® wiederum in Abbildung 6-8 und 6-9 gegeben (größere Darstellung im Anhang). Zu beachten ist die hohe Aussagekraft und Reproduzierbarkeit der ermittelten Modelle (Abbildung 12-7) sowie die eindeutige Abhängigkeit von Gefügezustand, Legierungszusammensetzung, Härte und erreichbarer Dicke der Oxidschicht zueinander.

Proben- bezeichnung	Lösungsgeglüht	Warmauslagern bei 120 °C
N1 1/2		
N2 1/2		
N3 1/2		
N4 1/2		
N5 1/2		
N6 1/2		- in the state of the
N7 1/2		
N8 1/2		
N9 1/2		
N10 1/2		
N11 1/2		
V1 1/2		
V2 1/2		
V3 1/2		
AMAG 1/2		

Tabelle 6-4: Erscheinungsbild aller produzierten Eloxalschichten im direkten Vergleich, tendenziell sind mehr Inhomogenitäten im warmausgelagerten (ausgeschiedenen) Zustand zu beobachten

Probe 1/_ ist lösungsgeglüht, Probe _/2 wurde 70 h lang bei 120 °C warmausgelagert, anschließend idente Eloxierung



Abbildung 6-8: Schichtdicke in µm bei Veränderung der Zusammensetzung (Cu-/Zn-Diagramme mit Mg-Grundgehalten, Werte in Gew.-%) und Variation im Gefügezustand (ausgelagert/lösungsgeglüht)



Abbildung 6-9: Probenhärte in HB bei Veränderung der Zusammensetzung (Cu-/Zn-Diagramme mit Mg-Grundgehalten, Werte in Gew.-%) und Variation im Gefügezustand (ausgelagert/lösungsgeglüht)

6.5 Lichtmikroskopische Untersuchung

Um einen Eindruck über das Aussehen der erzeugten Oxidschicht zu gewinnen, erfolgt eine Untersuchung mittels Lichtmikroskop "Zeiss-AXIO" (siehe Abbildung 6-10). Die Bildaufnahme findet dabei über ein eigenes Kamerasystem statt. Zuvor wurden die eloxierten Probenstücke aus Abschnitt 5.4 und 5.5 in Epoxidharz eingebettet und weiter präpariert (Politur über Diamantsuspension mit \emptyset 1 µm) bis sie schlussendlich eine optische Auswertung erfahren (ab Abbildung 6-11).



Abbildung 6-10: Auflichtmikroskop "AXIO" von Zeiss, mit Kameraobjektiv und für bis zu 1000-fache Vergrößerung



Abbildung 6-11: Proben A5, A8 und AP5 aus Abschnitt 5.4 zeigen starke Unterschiede beim Aufbau der Oxidschicht (rot angedeutet), gerade längere Auslagerungen (A8) und das Sandstrahlen (AP5) wirken sich für den anschließenden Aufbau der Al₂O₃-Schicht negativ aus (siehe auch Tabelle 6-2)



Abbildung 6-12: Vergleich der AMAG-7075-Proben 1 und 2 nach einer Eloxierung im lösungsgeglühten (1, links) oder ausgelagerten Zustand (2, rechts), siehe Tabelle 6-3


Abbildung 6-13: Selbst hergestellte AW-7075-Legierungen N1.1 (links) und N1.2 (rechts) zeigen wie auch die AMAG-Proben zuvor (Abbildung 6-12) eine geringere Schichtdicke nach der Auslagerung



Abbildung 6-14: Bei den binären Zinklegierungen V1.1 (links) und V1.2 (rechts) zeigt sich trotz unterschiedlichem Gefüge eine recht einheitliche Oxidhaut (genaue Messung unter Tabelle 6-3)

6.6 Rasterelektronenmikroskopie und EDX-Analyse

Für die detailliertere Betrachtung der Eloxalschichten kommt ein Rasterelektronenmikroskop (siehe Abbildung 6-15) zum Einsatz. Um dabei auch chemische Zusammensetzungen zu ermitteln, wird überdies eine energiedispersive Röntgenspektroskopie angewendet. Die untersuchten Querschliffe der behandelten Probenplatten finden sich dabei ab Tabelle 6-5 und Abbildung 6-16.



Abbildung 6-15: Rasterelektronenmikroskop der Firma JEOL Ltd. mit integrierter EDX-Einheit für chemische Analysen



Tabelle 6-5: Produzierte Eloxalschichten von verschiedenen 7075-Legierungen unter REM, Oxidschichtzusammensetzung in Gew.-% (= Massen%) per EDX-Analyse erstellt (roter Bereich)

Probe 1/_ ist lösungsgeglüht, Probe _/2 wurde 70 h lang bei 120 °C warmausgelagert, anschließend idente Eloxierung



Tabelle 6-6: Erscheinungsbild der Oxidschichten von binären Legierungen (Al-Zn/-Mg/-Cu) unter REM, Oxidschichtzusammensetzung erneut per EDX-Analyse erstellt (roter Bereich)

Probe 1/_ ist lösungsgeglüht, Probe _/2 wurde 70 h lang bei 120 °C warmausgelagert, anschließend idente Eloxierung

Die gezeigten Proben weisen Oxidschichtdicken entsprechend Tabelle 6-3 auf und die EN AW-7075-Legierungen in Tabelle 6-5 zeichnen sich vor allem durch viele inhomogene Gefügebestandteile aus. Auch die AMAG-Proben verfügen über einen sichtbaren Anteil störender Ausscheidungen (Al-Phasen mit Fe und Cu, siehe Abbildung 6-16), welche das Schichtwachstum negativ beeinflussen können. Trotzdem besitzt die AMAG-7075 die höchste Homogenität aller hier analysierten EN AW-7075-Legierungen.



Abbildung 6-16: REM-Aufnahme einer Gefügeinhomogenität bei der EN AW-7075 der AMAG (lösungsgeglüht und eloxiert), EDX liefert Zusammensetzung der Messpunkte

Die in Abbildung 6-16 untersuchten Partikel finden sich in nahezu gleicher Zusammensetzung (Spektrum 11, 12) und Häufigkeit auch in der ausgelagerten AMAG-2-Probe wieder. Der Einbau solcher Phasen in die Oxidschicht scheint nicht ohne die Ausbildung von Randinhomogenitäten zu erfolgen und eine Beeinträchtigung mechanischer und korrosionstechnischer Eigenschaften ist somit naheliegend.



Abbildung 6-17: REM-Aufnahme der Probe N1.1 (lösungsgeglüht und eloxiert) mit länglicher Al-Fe-Phase, die den Schichtaufbau stört (womöglich schlechte Haftung trotz teilweiser Oxidation)

Probe N1.1 enthält trotz verminderten Elementgehalt an Zn, Mg und Cu (siehe Tabelle 6-1) viele längliche Ausscheidungen. Diese können sich entsprechend der Aufnahmen nicht gut in die Al₂O₃-Schicht einbauen und sorgen für deutliche Lücken im ansonsten geschlossenen Oxidfilm. Im ausgelagerten Zustand (N1.2, Abbildung 6-18) zeigt sich dabei eine noch stärkere Fragmentierung (siehe Tabelle 6-5), wobei auch nadelförmige Si-Phasen im Gefüge sichtbar werden (Spektrum 44). Solche Nadeln finden sich in gleicher Weise auch bei anderen 7075-Proben (N1.1 / N6.1 etc.) und beeinträchtigen die einheitliche Schichtbildung maßgeblich.



Abbildung 6-18: REM-Aufnahme der Probe N1.2 (ausgelagert und eloxiert) mit nadelförmiger, oxidischer Al-Si-Phase, eine Beeinträchtigung der Schichthaftung ist denkbar



Abbildung 6-19: REM-Aufnahme der Probe N8.2 (ausgelagert und eloxiert) mit vielen Gefügeinhomogenität, EDX liefert Zusammensetzung der Messpunkte

In der selbst-erschmolzenen N8-Legierung finden sich grobe Einschlüsse (N8.2 unter Abbildung 6-19). Vor allem Eisen, Kupfer und Silizium sind in angereicherter Form erneut vorhanden (Spektrum 7 bis 9) und haben eine fehlerbehaftete Oxidschicht zur Folge. Die erreichten Schichtdicken übersteigen dabei dennoch jene der AMAG-7075 (Tabelle 6-3).



Abbildung 6-20: REM-Aufnahme der Probe V2.1 (lösungsgeglüht und eloxiert) mit einer zentralen Pore und Verdickung in der Eloxalschicht (EDX an Messpunkten)

Die Al-Mg-Legierung V2.1 weist an einer Stelle der Oxidschicht eine deutliche Pore auf. Diese verursacht offenbar eine lokal stärkere Oxidation des Aluminiums und erzeugt eine sichtbare Mulde in der Grundschicht (Abbildung 6-20). Eine mögliche Erklärung dieses Phänomens wäre die Auswaschung einer vorangegangenen Mg-Phase bei laufender Eloxierung und der damit einhergehender Abfall des elektrischen Widerstands. Dieser Mechanismus bewirkt jedoch offenbar keine maßgebliche Beeinträchtigung und verändert auch die chemische Zusammensetzung der Oxidschicht nicht (Spektrum 26 und 27).



Abbildung 6-21: REM-Aufnahme der Probe V3.1 (lösungsgeglüht und eloxiert) mit einer an Cu und Fe angereicherten Phase (rot), EDX liefert Zusammensetzung der Messpunkte

Die Binärlegierung V3 (ca. 2 Gew.-% Cu in Aluminium) bietet einzelne Bereiche erhöhter Kupfer- und Eisenkonzentration (Spektrum 36). Gerade diese Zonen scheinen bei der Oxidation die darüber liegende Schichtstruktur leicht negativ zu beeinflussen (roter Bereich unter Abbildung 6-21). Vereinzelt zeigen sich auch kleinere, auf bis zu 10 Gew.-% Kupfer angereicherte Phasen, welche jedoch bei V3.2 (ausgelagerter Zustand) nicht auftreten.

Bei der bisherigen Analyse der Oxidschicht entfällt die weitere Kontrastierung der Proben per Ätzmittel und die an Mg, Si und Al, sowie mit geringen Mengen an Zn angereicherten Korngrenzen sind nicht direkt sichtbar. Der Vollständigkeit halber findet sich allerdings im Anhang unter Abbildung 12-9 eine solche Aufnahme aus der Literatur, wobei auch η '-Phasen und GP-Zonen erkennbar sind. Die Feinheit und große Anzahl an η '-Ausscheidungen führt bei dieser EN AW-7075 schließlich zu der gewünschten Festigkeit. [15,25]

7 Diskussion der Ergebnisse

Die untersuchten EN AW-7075-Legierungen zeigen klare Zusammenhänge zwischen variierender chemischer Zusammensetzung, unterschiedlichen Gefügezuständen und den sich bildenden Oxidschichten. Weitere Einflussfaktoren wie der richtige Herstellungsweg, mechanische Vorbehandlungsschritte und vorhandene Prozessparameter während dem Auslagern und Eloxieren beeinflussen ebenfalls die Resultate. Um daher den gegebenen Sachverhalt entsprechend neutral darstellen zu können, findet die Betrachtung der einzelnen Ergebnisse in drei Abschnitten statt. Merkmale der Legierungsprobenherstellung werden dabei im ersten Teil beschrieben. Im zweiten Bereich erfolgt die Auswertung der durchgeführten Auslagerungsversuche, unterdessen kommt es im letzten Segment zur Analyse aller erzeugten Eloxalschichten. Mögliche Empfehlungen für besseren Schichtaufbau finden sich schlussendlich in Kapitel 8.

7.1 Beschaffenheit der erzeugten Legierungen

Um schädliche Gefügebestandteile, wie z. B. Al₃Fe-Nadeln, auf ein Minimum zu reduzieren, basiert die Zusammenstellung der 7075-Legierungsproben auf der Normvorgabe EN 573-3 (Tabelle 2-2). Im Gegensatz zur industriellen Erschmelzung erfolgt die praktische Herstellung in weit geringeren Mengen (1,2 kg pro Barren, Abbildung 5-8), was jedoch die Gefahr von Schwankungen in der Endzusammensetzung erhöht. Demensprechend gilt es die Gattierung möglichst genau zu gestalten (Abschnitt 5.2) und eventuellen Abbrand per Stickstoffatmosphäre (eingebaute Lanze unter Abbildung 5-6) zu unterbinden. Die N₂-Spülgasbehandlung beschleunigt darüber hinaus die Auflösung zulegierter Elemente im Schmelzbad spürbar. Der darauffolgende Abguss in geschlichteten Stahlkokillen führt im Gegensatz zum ansonsten üblichen Strangguss zu stärkeren Defekterscheinungen. Lunker und teils poröse Oberflächenstrukturen sind die Folge (siehe Abbildung 6-21), welche durch den Probenzuschnitt entfernt werden. Eine ansonsten typische Warmwalzung fällt aus. [1,2]



Abbildung 6 21: Abgegossene Barren mit teilweise einfallender Oberflächenstruktur, chemische Analyse durch Funkenspektroskopie der abgetrennten Probenenden

Das Hochglühen der Barren in zwei Stufen (300 und 480 °C für je ca. 20 h) homogenisiert das Gefüge und eventuell vorhandene, niedrigschmelzende Seigerungen lösen sich daraufhin auf. Die anschließend durchgeführte Funkenspektroskopie ergibt eine gute Übereinstimmung zwischen geforderten Elementvariationen nach MODDE ® (siehe Tabelle 5-1 und 5-2) und der tatsächlichen Zusammensetzung aller vorhandenen Legierungsproben laut Tabelle 6-1. Etwaige Abweichungen finden in der späteren Auswertung dennoch Beachtung. Vermutlich unterdrückt der recht einheitliche Gehalt an Mikrolegierungselementen ungewollte Nebeneffekte zusätzlich. [1,2,6]

Um gleiche Voraussetzungen für alle Probenplatten zu schaffen, findet eine identische mechanische Vorbehandlung statt. Generell sind hierbei Kratzer, Riefen und sonstige Fehler der Oberfläche zu entfernen, da diese sich nach einer Eloxalbehandlung noch intensiver hervortreten. Das Schleifen mit einer Körnung von 120 bietet reproduzierbare Ergebnisse (siehe Abbildung 5-2) und hat in der Praxis den Vorzug. Sandstrahlen lieferte dagegen im ersten Durchgang zu schlechte Endoberflächen (siehe Abbildung 6-6) und eine weitere Analyse des Verfahrens erübrigte sich. Die fleckige Optik wird dabei auf erhöhte Eisenanteile im Strahlmittel (siehe Tabelle 5-8) zurückgeführt. Das Kugelstrahlen (z. B. mit Glaskörpern) könnte sich für zukünftige Versuche hingegen als bessere Alternative erweisen. [1,6]

7.2 Härtemessung und Auslagerungskurven

Bevor die eigentliche Eloxierung der Probenplatten starten kann, muss zuallererst der jeweils geforderte Wärmebehandlungszustand reproduzierbar sein. Um dies auch bei den selbsterschmolzenen Legierungen zu gewährleisten, kommt es zur Auslagerungsbehandlung einer AMAG-7075, der N1- und N8-Proben. Die genaue Regelung der Ofentemperatur auf 480 °C ermöglicht im Zuge des Lösungsglühens eine maximale Phasenzersetzung. Trotz Nähe zur eutektischen Temperatur entwickeln sich so dennoch keinerlei sichtbare Anschmelzungen. Aufgrund hoher Abschreckempfindlichkeit (siehe Abbildung 7-1) erfolgt die anschließende Abkühlung in einem Wasserbad. Vorzeitige Ausscheidungen sind so verhinderbar. [1,2,6]

Das nachfolgende Auslagern vollzieht sich bei Raum- oder erhöhter Temperatur (120 °C im Ölbad), während in logarithmischen Zeitabständen die Härtewerte gemessen werden. Die daraus abgeleiteten Auslagerungskurven ergeben für die EN AW-7075 der AMAG sowie für die Werkstoffe N1 und N8 ähnliche Verläufe (siehe Abbildung 6-1 bis 6-3), wobei die Legierung der Austria Metall AG hierbei als Vergleich zum Industriestandard dient. Die ermittelten Kurven zeigen, dass gerade durch 70 und 200 h langes Warmauslagern ein Zustand entsprechend T6 (Abschnitt 3.3) entstehen kann. Elementgehalte am unteren Ende der Normvorgabe (N1, Tabelle 2-2) erzeugen dabei letztendlich die geringste Aushärtung, wogegen erhöhte Anteile (N8) auch die höchsten Härtewerte verursachen. Diese Tendenzen bestätigen sich auch in den Literaturangaben (siehe Abbildung 2-5). [1,2,7,17]



Abbildung 7-1: Zeit-Temperaturkurve für Abschreckbehandlung, blaue Linie für EN AW-7075, ergibt Grenze für eine 5% ige Abnahme der Dehngrenze aufgrund unvollständiger Zwangslösung [2]

7.3 Oberflächeneigenschaften nach Anodisierung

Um vergleichbare Ergebnisse zu gewährleisten, findet ein standardisiertes Eloxieren unter einheitlichen Bedingungen statt (Abschnitt 5.4 und 5.5). Die so erzeugten Eloxalschichten zeigen eine direkte Abhängigkeit von maximal erreichbarer Oxidschichtdicke zu vorliegendem Werkstoffzustand. Die Resultate aus Tabelle 6-3 weisen darauf hin, das gerade bei lösungsgeglühten, nicht-ausgelagerten 7075-Proben die dicksten Eloxalschichten produziert werden können. Auswirkungen geringerer elektrischer Leitfähigkeit (Abschnitt 4.2.3) sind demnach überwunden. Längere Warmauslagerungen erzeugen lediglich eine unansehnlichere Optik (siehe Abbildung 6-5 und Tabelle 6-4) bei abnehmender Schichtdicke (siehe Abbildung 6-7), wobei dieser Effekt bereits nach der Beizbehandlung unter Abbildung 7-2 zu erkennen ist. Die Experimente bestätigen in Folge die allgemeinen Lehrsätze, auch für eine EN AW-7075-Knetlegierung. [1,2,6]

Die Auswertung per MODDE ® ab Abbildung 6-8 stellt die Verknüpfung zwischen erreichter Oxidschichtdicke und Probenhärte und der vorliegenden chemischen Analyse dar. Die optimale Zusammensetzung für maximales Schichtwachstum liegt demzufolge im oberen Bereich des zulässigen Kupfergehalts bei ca. 1,8 Gew.-%. und mittleren Mg- und Zn-Werten nach Norm. Dies gilt sowohl für rein lösungsgeglühte, wie auch zusätzlich ausgelagerte

Proben. Härtemaxima entstehen hingegen nur nach Auslagerung und bei höchsten Zink- und Kupferwerten. Das gegensätzliche Verhalten gilt es folglich gerade bei realen Anwendungen genau abzuwiegen.



Abbildung 7-2: Proben A3 und A7 (Abschnitt 5.4) zeigen schon nach der Beizung ausgeprägte Schleifriefen, hingegen ist die rein lösungsgeglühte A1-Probe einwandfrei

Die Untersuchung per Lichtmikroskop zeigt allgemein einen dichten Schichtaufbau, wobei dessen Profil dem Verlauf des Untergrunds folgt (siehe Abbildung 6-11). Die sandgestrahlte AMAG-7075-Probeplatte AP5 bietet dabei eine ungünstig hohe Fragmentierung und die binäre Zinklegierung V1 bildet trotz vieler Ausscheidungen im ausgelagerten Zustand eine nahezu einheitlich dicke Oxidschicht (siehe Abbildung 6-14). Die V2- und V3-Werkstoffe weisen hingegen nach der Warmauslagerung wesentlich dünnere Al₂O₃-Lagen auf und folgen demgemäß der Tendenz der restlichen Proben. Einfache Zinkphasen scheinen demnach keinen negativen Effekt auf das Schichtwachstum auszuüben. Alle Aufnahmen bestätigt überdies die Werte der zuvor durchgeführten Schichtdickenmessung (Tabelle 6-3).

Die Aufnahmen per Rasterelektronenmikroskop unterstreichen die bisher getätigten Aussagen. So liefert die AMAG-7075 (AMAG 1/2) wie erwartet die homogensten Strukturen, während die N8.1/2-Proben trotz höherem Legierungsanteil an Zn, Mg und Cu (Tabelle 6-1) dickere Eloxalschichten produzieren (Tabelle 6-5 und 6-6). Inwieweit die Korrosionsbeständigkeit jedoch beeinträchtigt wird, ist indes nicht explizit untersucht. Erneut bildet sich aber ein direkter Zusammenhang zwischen ausgelagertem Gefüge und der abnehmenden Oxidschichtdicke nach einheitlicher Eloxierung heraus. Die chemische Analyse über die energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX) ergibt andererseits keine signifikanten Unterschiede im allgemeinen Schichtaufbau. Vereinzelte an Eisen, Kupfer und/oder Silizium angereicherte Phasen zeigen beim Übergang in die Oxidschicht (siehe Abbildung 6-16 bis 6-19) deutliche Lücken und teilweise Haftungsprobleme, welche zudem auch im lösungsgeglühten Zustand bestehen. Im Falle der binären Cu-Legierung V3.1 entstehen Zonen, welche die darüber liegende Schichtstruktur deutlich verschlechtern (siehe Abbildung 6-21).

8 Zusammenfassung und Ausblick

Durch die Variation der chemischen Zusammensetzung und des Gefügezustands kann das Schichtwachstum bei einer Eloxalbehandlung von EN AW-7075 aktiv beeinflusst werden. Dies ergibt sich aus den durchgeführten Untersuchungen mittels Funkenspektroskopie, Härte- und Schichtdickenmessung, sowie durch die Licht- und Rasterelektronenmikroskopie.

Die überwiegend eigene Zusammenstellung der Aluminiumproben orientiert sich an der Normvorgabe EN 573-3, wobei neben der AMAG-7075 auch binäre Legierungen zum Einsatz kommen. Das ermittelte Auslagerungsverhalten entspricht dabei in etwa dem aus der Literatur. Strangguss oder eine etwaige Warmwalzung finden indes keine statt. Die identische Anodisierung über das GSX-Verfahren zeigt schließlich die Abhängigkeit der Eloxalschicht vom Probenmaterial. So ergeben mittlere Gehalte an Magnesium und Zink, sowie ein leicht gesteigerter Anteil an Kupfer gegenüber der Durchschnittszusammensetzung die größten Schichtdicken. Dies gilt unabhängig vom Werkstoffzustand, lösungsgeglühte Werkstücke führen jedoch im Vergleich zu ausgelagerten Probenplatten gleicher Zusammensetzung zu einer noch dickeren Oxidschicht, mit einem Zuwachs von ca. 20 % bei leicht erhöhten Zn-Gehalten.

Es ist offensichtlich, dass inhomogene Wärmebehandlungszustände sowie geringe Elementvariationen zu deutlichen Unterschieden führen können. Eine gezielte und gleichmäßige Wärmebehandlung ist daher für das finale Eloxalergebnis und dessen Reproduzierbarkeit von entscheidender Bedeutung. Zudem zeigt die vorliegende Arbeit die Notwendigkeit, das Wissen über Wärmebehandlungsvorgänge mit jenen über die Anodisierung zu verknüpfen, da eine gesonderte Betrachtung zu fehlerhaften Interpretationen verleiten kann. Weitere Experimente für zukünftige Untersuchungen bieten sich an:

- Korrosionstests (z. B. Salzsprühtest)
- Messungen der Schichthärte
- Analyse der Eigenspannungen in der Schicht
- Versuche mit umgeformten Material
- Variationen der Stromstärke, Elektrolytzusammensetzung usw.

Auf diese Weise könnte das Optimum der Behandlungsparameter noch klarer eingegrenzt werden und so wesentliche Verbesserungen im Eloxalverfahren bewirken.

9 Literaturverzeichnis

- [1] Kammer, C.: Aluminium Taschenbuch, Beuth, Berlin, Auflage 16., ISBN: 978-3-410-22028-2, (2011)
- [2] Ostermann, F.: Anwendungstechnologie Aluminium, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, Auflage 3., ISBN: 978-3-662-43806-0, (2014)
- [3] Davis, J.R.: Aluminum and aluminum alloys, ASM International, Materials Park, OH, Auflage 1., ISBN: 978-0-87170-496-2, (1993)
- [4] Hübner, W. und C.T. Speiser: Die Praxis der anodischen Oxidation des Aluminiums, Aluminium-Verl., Düsseldorf, Auflage 4., ISBN: 9783870171940, (1988)
- [5] Hofmann, H. und J. Spindler: Verfahren der Oberflächentechnik, Fachbuchverl. Leipzig im Hanser-Verl., München [u.a.], Auflage 1, ISBN: 3-446-22228-6, (2004)
- [6] Drossel, G. et al.: Aluminium Taschenbuch, Beuth, Berlin, Auflage 16., ISBN: 978-3-410-22029-9, (2011)
- [7] Rossow, C.-C.: Handbuch der Luftfahrzeugtechnik, Hanser, München, ISBN: 9783446436046, (2014)
- [8] Soboyejo, W.O. und T.S. Srivatsan: Advanced structural materials, CRC Press, Boca Raton, FL, ISBN: 9781420017465, (2007)
- [9] Weissbach, W.: Werkstoffkunde, Vieweg + Teubner, Wiesbaden, Auflage 17., ISBN: 9783834807397, (2010)
- [10] Ilschner, B. und R.F. Singer: Werkstoffwissenschaften und Fertigungstechnik, Springer, Berlin, Auflage 5., ISBN: 3642017347, (2010)
- [11] Friedrich, H.E.: Leichtbau in der Fahrzeugtechnik, Imprint: Springer Vieweg, Wiesbaden, ISBN: 9783834821102, (2013)
- [12] Vetsch, R.und C. Leppin: Aluminium ZnMg-Knetleg. EN AW-7075, http://www.materialarchiv.ch, Abruf: 29.06.2015
- [13] Gottstein, G.: Physikalische Grundlagen der Materialkunde, Springer, Berlin, Heidelberg, ISBN: 9783662222966, (2013)
- [14] SCHMOLZ + BICKENBACH GmbH: Datenblätter, http://www.schmolz-bickenbach.de/, Abruf: 06.03.2015

- [15] Arabi Jeshvaghani, R. et al.: Influence of multi-step heat treatments in creep age forming of 7075 aluminum alloy: Optimization for springback, strength and exfoliation corrosion, Materials Characterization 73 (2012), 8–15
- [16] Key to Metals AG: Properties of Aluminum Alloys at Cryogenic and Elevated Temperatures, http://www.totalmateria.com, Abruf: 20.10.2015
- [17] Birol, Y.: Heat treatment of twin-belt cast EN AW 7075 alloy, Materials Characterization 63 (2012), 1–8
- [18] Makhlouf, M.M. und H.V. Guthy: The aluminum–silicon eutectic reaction: mechanisms and crystallography, Journal of Light Metals 22 (2002), 1-20
- [19] Guo, L. et al.: Processing map of as-cast 7075 aluminum alloy for hot working, Chinese Journal of Aeronautics (2015), 1-10
- [20] American Foundry Society: Identifying Casting Defects, http://www.afsinc.org, Abruf: 20.10.2015
- [21] Pouillier, E. et al.: A study of intergranular fracture in an aluminium alloy due to hydrogen embrittlement, International Journal of Plasticity 34 (2012), 139–153
- [22] Infante, V.L. Reis und M. de Freitas: Failure analysis of landing gears trunnions due to service, Engineering Failure Analysis 41 (2014), 118–123
- [23] Alumeco Deutschland GmbH: Zustandsbezeichnungen EN 515, http://www.alumeco.de/Technische_Informationen/Zustandsbezeichnungen.aspx, Abruf: 06.03.2015
- [24] Clark, R. et al.: On the correlation of mechanical and physical properties of 7075-T6 Al alloy, Engineering Failure Analysis 12 (2005) 4, 520–526
- [25] Ibrahim, M.F.A.M. Samuel und F.H. Samuel: A preliminary study on optimizing the heat treatment of high strength Al–Cu–Mg–Zn alloys, Materials & Design 57 (2014), 342– 350
- [26] Valder, G.: Hocheffiziente gasbeheizte Bolzenerwärmungsanlage für Aluminium, http://www.otto-junker.de/de/produkte-technologien/, Abruf: 08.10.2015
- [27] El-Baradie, Z.M. und M. El-Sayed: Effect of double thermomechanical treatments on the properties of 7075 Al alloy, Journal of Materials Processing Technology 62 (1996) 1-3, 76–80

- [28] Mizuno, K.A. Nylund und I. Olefjord: Surface reactions during pickling of an aluminiummagnesium-silicon alloy in phosphoric acid, Corrosion Science 43 (2001) 2, 381–396
- [29] Drube, C.: Electronic Thingks Eloxieranleitung, http://www.electronicthingks.de/de/eloxieranleitung.html, Abruf: 19.03.2013
- [30] Surtec GmbH: ELOXAL-Verfahren, Surtec Technischer Brief (2008), 18
- [31] Alwitt, R.S.: ANODIZING Electrochemistry Encyclopedia, http://electrochem.cwru.edu/encycl/art-a02-anodizing.htm, Abruf: 19.03.2013
- [32] Bailey, P. et al.: Composition and structure of enriched alloy layers in filmed Al alloys studied by medium-energy ion scattering, Surface and Interface Analysis 31 (2001) 6, 480–483
- [33] Gentile, M. et al.: Influence of pre-treatment on the surface composition of Al–Zn alloys, Corrosion Science 52 (2010) 3, 688–694
- [34] Ma, Y. et al.: Surface texture formed on AA2099 Al–Li–Cu alloy during alkaline etching, Corrosion Science 66 (2013), 292–299
- [35] Chong, C.und F. Zhang: Electromagnetic testing EMT chapter 13 Material Identifications, http://chemical-biological.tpub.com, Abruf: 24.10.2015
- [36] Salazar-Guapuriche, M.A. et al.: Correlation of Strength with Hardness and Electrical Conductivity for Aluminium Alloy 7010, Materials Science Forum 519-521 (2006), 853– 858
- [37] MKS Umetrics: MODDE Pro Design of Experiments, http://umetrics.com/products/modde, Abruf: 21.10.2015
- [38] Trottenberg, U.und M. Kapitza: Design of Experiments: Seminar "Robust Design", http://www.scai.fraunhofer.de, Abruf: 21.10.2015
- [39] Eriksson, L.: Design of experiments, Umetrics Academy, Umeå, Sweden, Auflage 3rd rev. and enl. ed, ISBN: 9789197373043, (2008)
- [40] Fruehan, R.J.: The making, shaping, and treating of steel, AISE Steel Foundation, Pittsburgh, PA, Auflage 11., ISBN: 0-930767-02-0, (1998)
- [41] Turkdogan, E.T.: Fundamentals of steelmaking, Institute of Materials, London, ISBN: 1861250045, (1996)

- [42] NP Laboratory: Brinell Hardness, http://www.npl.co.uk/science-technology/mass-andforce/hardness/brinell-hardness, Abruf: 28.10.2015
- [43] Nayar, A.: Testing of metals, McGraw-Hill Education LLC., New York, N.Y, ISBN: 9780070581647, (2005)
- [44] Wernick, S.: Die Oberflächenbehandlung von Aluminium, Leuze Verlag, Saulgau -Deutschland, Auflage 2, ISBN: kein ISBN, (1977)
- [45] RUBY GmbH: Stoff-Informationsblatt JS_Ashes, Substance Information Sheet (2013), 1–9
- [46] Bredner, B.: NOT-Statistik, Monsenstein und Vannerdat, Münster, ISBN: 9783956455414, (2015)

10 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2-1:	Vergleich der Zugfestigkeiten R _m (in N/mm ²) und wichtigsten Eigenschaften verschiedener Aluminiumwerkstoffe, blaue Markierung zeigt den Bereich von 7xxx-Legierungen [1]
Abbildung 2-2:	Zugfestigkeitsbereiche nach DIN EN 573.3 spiegeln großen Einfluss unterschiedlicher Werkstoffzustände wider, die 7075 in rot und die in blau markierten Legierungen gelten als gut aushärtbar [1]
Abbildung 2-3:	Zusammenhang zwischen den Bewegungsmechanismen für laufende Versetzungen, die maximale Zusatzfestigkeit ist als blauer Punkt dargestellt [1,13]
Abbildung 2-4:	Schemenhafte Darstellung unterschiedlicher Ausscheidungsarten, je nach Phasenübergang grob einteilbar in kohärent und inkohärent [2,9] 6
Abbildung 2-5:	Zink und Magnesiumeinfluss auf die Zugfestigkeit im warm- ausgehärteten Zustand bei 1,5 Gew% Cu, 0,2 Gew% Mn und 0,2 Gew% Cr, blaues Dreieck gibt Bereich der Zusammensetzung einer EN AW-7075 an [1]
Abbildung 2-6:	Phasensystem Aluminium-Zink mit sinkender Löslichkeit (blaue Linie) im für Aluminiumlegierungen wichtigen, aluminiumreichen (linken) Bereich [1]
Abbildung 2-7:	Zinkeinfluss sowie Auswirkungen unterschiedlicher Magnesium- beigaben auf die mechanischen Eigenschaften in einer warmaus- gelagerten AlZnMgCu-Legierung (1,5 Gew% Cu), der blau markierter Bereich entspricht dem Zn-Gehalt von 5,1 bis 6,1 Gew% einer EN AW-7075 [1]
Abbildung 2-8:	Phasensystem Aluminium-Magnesium, eutektisches System bis 36 Gew% Mg, eutektischer Punkt bei 34,5 Gew% Magnesium und 451 °C, abnehmende Löslichkeit (blaue Linie) [1]10
Abbildung 2-9:	Darstellung der Auswirkungen einer Mg-Zulegierung auf die Festigkeitseigenschaften einer entsprechenden Aluminium- legierung [1]10
Abbildung 2-10:	Phasensystem Aluminium-Kupfer mit Eutektikum bei 547 °C und 33,2 Gew% Cu, blaue Linie entspricht schnell abnehmender Löslichkeit für Kupfer bei fallender Temperatur [1]11
Abbildung 2-11:	Eutektische Phase (α + Al ₂ Cu) neben α -Mischkristall in einem untereutektischen Al-Cu-Binärsystem mit 30 Gew% Kupfer (links), teilkohärente θ '-Phasen bei 4 Gew% Cu (rechts) [1]12
Abbildung 2-12:	Al ₃ Fe-Nadeln in Aluminiummatrix, entstanden durch Glühung eines Al99,5-Blechs bei ca. 600 °C, Vergrößerungsfaktor etwa 800:1 [1]14

Abbildung 2-13:	Trend zu höheren Mn/Fe-Anteil (in blau) steigert auch die notwendige Rekristallisationswärme und vermindert folglich voreilige Grobkorn- bildung, 1AlFe1Mn, 299,5 Al, 3Rekristallisationsbereiche, ähnliches Verhalten bei Cr, Mn und Ti [1]14
Abbildung 2-14:	Einteilung üblicher Aluminium-Legierungselemente in FktGruppen, Titan (rot) als Kornfeiner, Hauptlegierungselemente bei EN AW-7075: Zn, Mg, Cu (blau) [2]15
Abbildung 2-15:	Prinzipskizze einer Abschmelzbrücke (rot) für Schrotte in einem Herdofen [2]16
Abbildung 2-16:	Schrumpfungsriss mit 2 cm Länge, wie er auch z. T. bei industriellen Versuchen vorkommt [20]18
Abbildung 2-17:	Querschnitt einer EN AW-5083-Aluminiumlegierung nach einer Streckung um 10 %, deutliche Rissbildung im linken Bereich [21]19
Abbildung 3-1:	Wöhlerkurven bei Wechselbiegung, Verläufe einer naturharten (AW-5019) und der aushärtbaren Legierung EN AW-7075 im aus- gelagerten Zustand T6 (horizontal ab 10 ⁸ Lastspielen) [1]21
Abbildung 3-2:	Schematisches Zweistoffsystem (z. B. Al-Cu) mit der für die Aushärtung notwendigen Löslichkeitsabnahme (grün), sowie dem Ablauf und Temperaturprofil einer Aushärtungsbehandlung: LLösungsglühen, AAbkühlen, K/WKalt-/Warmauslagern [1]21
Abbildung 3-3:	Schematischer Ablauf bei der Aushärtung von geeigneten Aluminiumlegierungen [1,13]22
Abbildung 3-4:	Diffusionsraten von im festen Aluminium befindlichen Elementen, rote Bereiche geben Stufen beim Homogenisierungsglühen an, doppelte Temperaturskala ist zu beachten [2]23
Abbildung 3-5:	Löslichkeit verschiedener Legierungselemente im festen Aluminium, mit direkte Temperaturabhängigkeit der binären und quasi-binären Systeme [2]
Abbildung 3-6:	Zu langsame (links, a) und richtige Abkühlbedingungen (rechts, b), Gefüge einer EN AW-6060: Korngrenzensäume aus heterogener Keimbildung führen zur Verschlechterung der mechanischen und korrosionstechnischen Eigenschaften [2]25
Abbildung 3-7:	Abhängigkeit des Härteverlaufs einer EN AW-7075 von Zeit und Temperatur (3 mm dicke Bleche, 30 min bei 460 °C, lösungsgeglüht und im Wasser abgeschreckt) [2]25
Abbildung 3-8:	Abhängigkeit von Zeit und Temperatur auf den Härteverlauf einer EN AW-7075 (3 mm dicke Bleche, 30 min bei 460 °C, lösungsgeglüht und im Wasser abgeschreckt) [2]27
Abbildung 3-9:	Verlauf von Zugfestigkeit R_m und Dehngrenze $R_{p0,2}$, sowie der Bruch- dehnung A_5 über die Zeit, bei Warm- (120 °C) und Kaltauslagerung (strichlierte Linie) einer EN AW-7075-Legierung [1]27

Abbildung 3-10:	Zeitlicher Ablauf und Temperaturprofil einer Aushärtungsbehandlung, Auslagerung bei EN AW-7075-Knetlegierung in einer oder zwei Stufen [2]2		
Abbildung 3-11:	Konvektionsofen "Bauart OTTO JUNKER", verschiedene Regelzonen für Stufenbehandlungen vorhanden [26]29		
Abbildung 3-12:	Einfluss der Kaltumformung auf die Ausscheidungshärtung einer EN AW-7075, blaue Linie zeigt negativen Effekt bezüglich Maximal- härte bei 15 % Stichabnahme [2]		
Abbildung 4-1:	Korrosions- bzw. stabiler Bereich je nach pH-Wert des umgebenden Mediums, laut [!,2] gilt Oxidhaut bei pH 4,5 bis 8,5 als allgemein beständig, Grafik aus [1]		
Abbildung 4-2:	Schematische Darstellung der einzelnen Arbeitsgänge einer Eloxierung, Glanz- und Einfärbe-Behandlung sind optionale Schritte [6]		
Abbildung 4-3:	Korrosionsbereiche, in denen sich durch verschiedene Säuren und Laugen die Oxidschicht auflöst, praktische Bedeutung bei Beiz- behandlung (z. B.: NaOH, HNO ₃) und im Eloxalbecken (dynamisches Gleichgewicht der Oxidation durch H ₂ SO ₄ -Lösung)34		
Abbildung 4-4:	Elektrolysezelle für Eloxierung, Bauteile als Anoden (positiver Pol, rot), Luftzuführung am Boden für ausreichend Badkonvektion, Kathoden für Wasserstoffbildung (am Minuspol) [6]		
Abbildung 4-5:	Hexagonale Struktur der künstlich erzeugten Passivschicht, Poren sorgen für Farbaufnahme bei optionaler Färbung, Modell nach Keller, Hunter und Robinson [5]		
Abbildung 4-6:	Polarisationskurve mit zyklischer Verletzung der natürlichen Oxid- schicht stellt Selbstheilungsvermögen dar, Legierung: EN AW-5049 (AlMg2Mn0,8) [2]		
Abbildung 4-7:	Zunahme der Leitfähigkeit bei fortschreitender Warmauslagerung und Überhärtung einer AW 7010-Legierung (AlZn6MgCu), Bildausschnitt aus [36]40		
Abbildung 5-1:	Aluminiumblock der AMAG aus EN AW-7075, genaue chemische Zusammensetzung unter Tabelle 6-142		
Abbildung 5-2:	Geschliffene und sandgestrahlte Proben der Legierung EN AW-707543		
Abbildung 5-3:	Screenshot der vorläufigen Legierungsrechnung in MS Excel ®, Proben N1 bis N1145		
Abbildung 5-4:	Reiner Aluminiumblock als Ausgangsmaterial für Legierungen, Masse um die 21 kg, chemische Durchschnittszusammensetzung in Tabelle 5-3		

Abbildung 5-5:	Induktionsofen zur Produktion einer mit Verunreinigungen (Si, Cr und Ti) einheitlich kontaminierten Vorlegierung für spätere Legierungs- herstellung in Nabertherm-Öfen			
Abbildung 5-6:	Verwendete Schmelzöfen der Marke "Nabertherm", bis 1000 °C und für 1 Liter-Tiegel, abgedeckt mit weißen Feuerfest-Matten, geschlichteter Schmelztiegel neben Ofen (oranger Kreis, linkes Bild), Spülgas- vorrichtung (blauer Kreis, rechtes Bild)	47		
Abbildung 5-7:	Darstellung einer sandgestrahlten Stahlkokille, rechts geschlichtet	47		
Abbildung 5-8:	Stickstofflanze zum Verhindern von Metallabbrand (links, Einbau unter Abbildung 5-6, blaue Markierung), fertige Legierungsblöcke vor Homogenisierungsglühen und Zuschnitt (rechts)	48		
Abbildung 5-9:	Nabertherm Umluft-Kammerofen bis 650 °C, verwendet für das Homogenisierungsglühen in zwei Stufen, zu behandelnde Legierungsblöcke im rechten Bild aufgereiht (geöffneter Ofen)	48		
Abbildung 5-10:	Funkenspektrometer der Marke SPECTROMAXx am Lehrstuhl für Nichteisenmetallurgie	49		
Abbildung 5-11:	Probenzuschnitt aus den vorher erzeugten Legierungsblöcken, Standardplatten für Eloxierung in blau, Würfelproben für erste Auslagerungsversuche in rot	49		
Abbildung 5-12:	Stationäre Bandsäge Marke "Shark", Modell 282 (links) mit Sägeblatt für Aluminium-Zuschnitt, fertig geschnittene und gebohrte Proben- platten im rechten Bild	50		
Abbildung 5-13:	Kleiner Nabertherm Umluft-Kammerofen (bis 650 °C), verwendet zum Lösungsglühen aller weiteren Proben bei etwa 480 °C	50		
Abbildung 5-14:	Würfelproben für Auslagerungsversuche (links), direkt nach dem Lösungsglühen ergeben sich Anlassfarben, anschließend erfolgt separate Auslagerung bei 120 °C im Ölbad oder bei 25 °C im Wärmeschrank (mittleres/rechtes Bild)	51		
Abbildung 5-15:	EMCO Universalhärteprüfgerät "M4C 025 G3M" zum Erzeugen von Härteeindrücken nach dem Brinell-Verfahren	51		
Abbildung 5-16:	Ölbad LAUDA ECO und Nabertherm Umluft-Kammerofen neben- einander (links), geschlichtete Probenplatten (geschliffen/gestrahlt) kurz vor Einsatz in entsprechenden Ofen (rechts)	52		
Abbildung 5-17:	Probengestell aus Titan mit testweiser Belegung der Kontaktstellen (Klammermechanismus)	53		
Abbildung 5-18:	Schichtdickenmessgerät der Firma Elektrophysik	53		
Abbildung 5-19:	Anlagengrundriss mit schematischer Beschreibung aller Behandlungsbecken	54		

Abbildung 5-20:	Versuchsanlage für Eloxalbehandlungen am Lerhtuhl (links), Funktionsgenerator (rote Markierung), 3D-Konstruktion durch Programm "Solid Edge"® (rechts)	.55
Abbildung 5-21:	Sandstrahlkabine arbeitet mit Druckluft und entsprechender Druckluftpistole für Strahlmitteltransport	.56
Abbildung 5-22:	Chemische Vorbehandlung durch Beizen (links), Bildung einer schwarzen Schicht auf AMAG-7075-Proben (mittleres Bild, entfernt über Dekapieren), Elektrolysezelle im Betrieb (rechts)	.57
Abbildung 6-1:	Härteverlauf durch Warm- (links) und Kaltauslagerung (rechts) der EN AW-7075 (AMAG) bei 120 und 25 °C, polynomielle Anpassung 3. und 4.Ordnung (rot/blau) durch OriginPro ®	.59
Abbildung 6-2:	Härteverlauf durch Warm- (links) und Kaltauslagerung (rechts) der Proben N1 bei 120 und 25 °C, erneut polynomielle Anpassung 4.Ordnung (rot/blau) durch OriginPro ®	.59
Abbildung 6-3:	Härteverlauf durch Warm- (links) und Kaltauslagerung (rechts) der Proben N8 bei 120 und 25 °C, weitere polynomielle Anpassung 4. und 3.Ordnung (rot/blau) durch OriginPro ®	.60
Abbildung 6-4:	AMAG-Proben A1 bis A3 mit unterschiedlichen Gefügezustand (siehe Tabelle 6-2) und nach einheitlicher Eloxierung, leichter Gelbstich mit abweichender Intensität, A2/3 mit bester Optik	.61
Abbildung 6-5:	AMAG-Proben A4, A5, A7 und A8 (siehe Tabelle 6-2), längere Warmauslagerung bewirkt unansehnlicher werdende Oberflächen mit stärkerer Ausprägung der Schleifriefen	.61
Abbildung 6-6:	AMAG-Proben AP4 und AP5 (sandgestrahlt, siehe Tabelle 6-2) mit fleckiger Optik, leichte Abplatzungen bei AP4 (rechts oben) zusätzlich problematisch	.62
Abbildung 6-7:	Schichtdickenverlauf der Proben A3 bis A8 bei zunehmender Auslagerungszeit im warmen Ölbad (120 °C), starke Abnahme mit polynomieller Anpassung 2.Ordnung (rot)	.62
Abbildung 6-8:	Schichtdicke in µm bei Veränderung der Zusammensetzung (Cu-/Zn- Diagramme mit Mg-Grundgehalten, Werte in Gew%) und Variation im Gefügezustand (ausgelagert/lösungsgeglüht)	.65
Abbildung 6-9:	Probenhärte in HB bei Veränderung der Zusammensetzung (Cu-/Zn- Diagramme mit Mg-Grundgehalten, Werte in Gew%) und Variation im Gefügezustand (ausgelagert/lösungsgeglüht)	.65
Abbildung 6-10:	Auflichtmikroskop "AXIO" von Zeiss, mit Kameraobjektiv und für bis zu 1000-fache Vergrößerung	.66
Abbildung 6-11:	Proben A5, A8 und AP5 aus Abschnitt 5.4 zeigen starke Unterschiede beim Aufbau der Oxidschicht (rot angedeutet), gerade längere Aus- lagerungen (A8) und das Sandstrahlen (AP5) wirken sich für den anschließenden Aufbau der Schicht negativ aus (siehe Tabelle 6-2)	.66

Abbildung 6-12:	Vergleich der AMAG-7075-Proben 1 und 2 nach einer Eloxierung im lösungsgeglühten (1, links) oder ausgelagerten Zustand (2, rechts), siehe Tabelle 6-3
Abbildung 6-13:	Selbst hergestellte AW-7075-Legierungen N1.1 (links) und N1.2 (rechts) zeigen wie auch die AMAG-Proben zuvor (Abbildung 6-12) eine schwächere Schichtdicke nach der Auslagerung
Abbildung 6-14:	Bei den binären Zinklegierungen V1.1 (links) und V1.2 (rechts) zeigt sich trotz unterschiedlichem Gefüge eine recht einheitliche Oxidhaut (genaue Messung unter Tabelle 6-3)
Abbildung 6-15:	Rasterelektronenmikroskop der Firma JEOL Ltd. mit integrierter EDX- Einheit für chemische Analysen67
Abbildung 6-16:	REM-Aufnahme einer Gefügeinhomogenität bei der EN AW-7075 der AMAG (lösungsgeglüht und eloxiert), EDX liefert Zusammensetzung der Messpunkte
Abbildung 6-17:	REM-Aufnahme der Probe N1.1 (lösungsgeglüht und eloxiert) mit länglicher AI-Fe-Phase, die den Schichtaufbau stört (womöglich schlechte Haftung trotz teilweiser Oxidation)70
Abbildung 6-18:	REM-Aufnahme der Probe N1.2 (ausgelagert und eloxiert) mit nadel- förmiger, oxidischer Al-Si-Phase, eine Beeinträchtigung der Schicht- haftung ist denkbar
Abbildung 6-19:	REM-Aufnahme der Probe N8.2 (ausgelagert und eloxiert) mit vielen Gefügeinhomogenität, EDX liefert Zusammensetzung der Messpunkte71
Abbildung 6-20:	REM-Aufnahme der Probe V2.1 (lösungsgeglüht und eloxiert) mit einer zentralen Pore und Verdickung in der Eloxalschicht (EDX an Messpunkten)
Abbildung 6-21:	REM-Aufnahme der Probe V3.1 (lösungsgeglüht und eloxiert) mit einer an Cu und Fe angereicherten Phase, EDX liefert Zusammen- setzung der Messpunkte
Abbildung 7-1:	Zeit-Temperaturkurve für Abschreckbehandlung, blaue Linie für EN AW-7075, ergibt Grenze für eine 5%ige Abnahme der Dehngrenze aufgrund unvollständiger Zwangslösung [2]
Abbildung 7-2:	Proben A3 und A7 (Abschnitt 5.4) zeigen schon nach der Beizung ausgeprägte Schleifriefen, hingegen ist die rein lösungsgeglühte A1-Probe einwandfrei
Abbildung 12-1:	Schichtdicke in µm bei Veränderung der Zusammensetzung (Cu-/Zn- Diagramme mit Mg-Grundgehalten, Werte in Gew%) und aus- gelagertem Gefüge
Abbildung 12-2:	Schichtdicke in µm bei Veränderung der Zusammensetzung (Cu-/Zn-Diagramme mit Mg-Grundgehalten, Werte in Gew%) und lösungsgeglühtem Gefügezustand94

Abbildung 12-3:	Probenhärte in HB bei Veränderung der Zusammensetzung (Cu-/Zn-Diagramme mit Mg-Grundgehalten, Werte in Gew%) und ausgelagertem Gefüge95
Abbildung 12-4:	Probenhärte in HB bei Veränderung der Zusammensetzung (Cu-/Zn-Diagramme mit Mg-Grundgehalten, Werte in Gew%) und lösungsgeglühtem Gefüge96
Abbildung 12-5:	Ergänzende Diagramme zur Darstellung der Schichtdicken- entwicklung im ausgelagerten Zustand (70 h bei 120 °C), bezogen auf den einzelnen Elementeinfluss, grüne und blaue Linien geben Maximal- und Minimalwerte an, schwarze Linie entspricht mittlerem Verlauf97
Abbildung 12-6:	Ergänzende Diagramme zur Darstellung der Härteentwicklung im lösungsgeglühten und ausgelagerten Zustand, farbige Zonen grenzen jeweiliges Härteniveau ein (HB als Einheit)
Abbildung 12-7:	Statistikkennzahlen wie die Anpassungsgüte R2, Güte der Vorhersage Q2, die Modell-Aussagekraft und Reproduzierbarkeit weisen hohe Werte auf, womit die durch MODDE ® ermittelten Modelle als entsprechend brauchbar einzustufen sind
Abbildung 12-8:	Aufbau der natürlichen Oxidschicht (ca. 10 nm) sowie schematischer Einbau von Fremdphasen als Oxide, künstliche Verdickung durch Eloxierung folgt gleichem Aufbau [2]98
Abbildung 12-9:	Aufnahme einer EN AW-7075-Probe nach Warmauslagerung bei 150 °C für 24 h durch ein Transmissionselektronenmikroskop, chemische Analyse per SAED bestätigt fein verteilte GP-Zonen, sowie η ⁻ Ausscheidungen in der Matrix, η -Phasen (MgZn ₂) zeigen sich an Korngrenze [15]

11 Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-1:	Gegenüberstellung von Reinstaluminium, Reinaluminium und EN AW-7075 [1,2,12]4
Tabelle 2-2:	Chemische Zusammensetzung einer EN AW-7075 Aluminium- Knetlegierung in Gew% nach EN 573-3 (auch "AlZn5,5MgCu"/ "AlZnMgCu1,5" mit Werkstoff-Nr. 3.4365) [1,2,12]
Tabelle 3-1:	Überblick über Werkstoffzustände bei Aluminium-Knetlegierung, Bezeichnung nach DIN EN 515 [1,2,6,7,23]20
Tabelle 4-1:	Einfluss der Legierungselemente und Verunreinigungen auf die Oxidschicht [1,2,6,30]
Tabelle 5-1:	Angestrebte chemische Zusammensetzung der binären Aluminium- legierungen42
Tabelle 5-2:	Geforderte chemische Zusammensetzung der 7075-Aluminium- legierungen laut MODDE ®, mit Minimal- und Maximalzusammen- setzungen laut Norm EN 573-3 (siehe Tabelle 2-2),42
Tabelle 5-3:	Durchschnittliche chemische Zusammensetzung der Aluminiumblöcke in Gew%, zur Herstellung von weiteren Proben bzw. Legierungen, entspricht "Glanzqualität" Al99,8 [2]45
Tabelle 5-4:	Durchschnittliche Zusammensetzung der Vorlegierung in Gew% mit akzeptablen Gehalten (bis auf Eisen und Mangan, in blau), verwendet zur Herstellung der Proben N1 bis N1146
Tabelle 5-5:	Härtewerte von Reinaluminium und 7075 (gehärtet) aus Literatur [1,12]52
Tabelle 5-6:	Kleine Auswahl geeigneter Verfahren für die Härtebestimmung nach EN ISO 6506, konstante Messkraft ist dabei für 15 Sekunden aufrecht zu erhalten (siehe Prüfkraft) [42,43]52
Tabelle 5-7:	Chemismus und Beckenfolge bei der Eloxalanlage am Lehrstuhl [4,44]54
Tabelle 5-8:	Chemische Zusammensetzung des verwendeten "RUBY" Allroundstrahl- mittels RS [45]
Tabelle 6-1:	Zusammensetzung der hergestellten und bereits vorhandenen Legierungen in Gew%, Analyse über Funkenspektroskopie (Durchschnittsberechnung aller Ergebnisse aus drei Messpunkten)58
Tabelle 6-2:	Überblick von der Beschaffenheit der behandelten Proben A1 bis A8 und AP1 bis AP561
Tabelle 6-3:	Überblick von allen gemessenen Oxidstärken und Härtewerte nach der Eloxalbehandlung, Analyse durch Schichtdickenmessgerät und EMCO- Prüfautomat (Abschnitt 5.3)63

Tabelle 6-4:	Erscheinungsbild aller produzierten Eloxalschichten im direkten Vergleich, tendenziell sind mehr Unreinheiten im warmausgelagerten (aus- geschiedenen) Zustand zu beobachten	.64
Tabelle 6-5:	Produzierte Eloxalschichten von verschiedenen 7075-Legierungen unter REM, Oxidschichtzusammensetzung in Gew% (= Massen%) per EDX- Analyse erstellt (roter Bereich)	.68
Tabelle 6-6:	Erscheinungsbild der Oxidschichten von binären Legierungen (Al-Zn/-Mg/ -Cu) unter REM, Oxidschichtzusammensetzung erneut per EDX-Analyse erstellt (rot)	.69
Tabelle 12-1:	Zusammenfassung aller ermittelten Härtewerte bei erster Warm- und Kaltauslagerung	.91

12 Anhang

Proben- Warmauslagern bei 120 °C Kaltauslagern bei 25 °C	Kaltauslagern bei 25 °C	
bezeichnung Auslagerungszeit Härte in HB Auslagerungszeit Härte in	HB	
in h:min (Ø aus 3 Werten) in h:min (Ø aus 3 W	erten)	
A01 W/K 0:09 110,3 0:02 84,6		
A02 W/K 0:15 121,0 0:24 86,3		
A03 W/K 0:20 127,0 0:54 90,2		
A04 W/K 0:40 132,3 1:26 91,1		
A05 W/K 0:50 134,0 3:08 97,7		
A06 W/K 0:58 134,3 9:04 108,0		
A07 W/K 1:22 136,0 17:35 114,7		
A08 W/K 2:03 141,7 31:52 122,7		
A09 W/K 3:04 145,0 43:42 125,0		
A10 W/K 6:47 162,3 65:32 127,0		
A11 W/K 9:00 161,7 114:22 129,3		
A12 W/K 17:27 171,0 186:32 137,7		
A13 W/K 22:12 171,3 313:42 141,7		
A14 W/K 31:42 175,7 425:50 139,7		
A15 W/K 43:37 177,3 625:48 135,7		
A16 W 66:02 177,3		
A17 W 96:22 180,0		
A18 W 140:12 179,3		
A19 W 218:27 174,7		
A20 W 313:47 177,3		
A21 W 357:12 173,3		
A22 W 425:54 173,0		
N1 01 W/K 0:02 74,2 0:02 74,2		
N1 02 W/K 0:09 80,8 0:24 80,7		
N1 03 W/K 0:15 95,9 0:54 76,2		
N1 04 W/K 0:20 98,1 1:26 74,3		
N1 05 W/K 0:28 96,2 3:20 77,0		
N1 06 W/K 0:33 102,0 9:15 84,2		
N1 07 W/K 0:50 100,8 14:10 90,3		
N1 08 W/K 1:15 100,7 26:07 100,7		
N1 09 W/K 5:40 116,7 32:05 110,7		
N1 10 W/K 9:35 132,7 48:00 119,7		
N1 11 W/K 26:03 138,0 76:40 121,3		

Tabelle 12-1: Zusammenfassung aller ermittelten Härtewerte bei erster Warm- und Kaltauslagerung

Proben- bezeichnung	Warmauslagern bei 120 °C		Kaltauslagern bei 25 °C	
	Auslagerungszeit in h:min	Härte in HB (Ø aus 3 Werten)	Auslagerungszei in h:min	t Härte in HB (Ø aus 3 Werten)
N1 13 W/K	47:55	128,3	200:20	111,3
N1 14 W/K	73:39	155,3	296:10	122,0
N1 15 W/K	96:45	150,0	407:59	112,0
N1 16 W/K	145:35	133,3	607:57	132,0
N1 17 W	200:25	157,7	-	-
N1 18 W	296:05	166,0	-	-
N1 19 W	339:35	155,0	-	-
N1 20 W	408:20	157,0	-	-
N8 01 W/K	0:02	98,0	0:02	98,0
N8 02 W/K	0:09	124,7	0:24	91,4
N8 03 W/K	0:15	132,3	0:50	92,0
N8 04 W/K	0:20	126,7	1:26	97,0
N8 05 W/K	0:28	124,7	3:20	106,3
N8 06 W/K	0:33	136,3	7:15	118,0
N8 07 W/K	0:40	122,3	12:07	115,0
N8 08 W/K	0:45	124,0	24:05	124,3
N8 09 W/K	0:58	147,3	30:05	127,3
N8 10 W/K	1:15	123,3	46:00	131,3
N8 11 W/K	2:10	139,3	74:30	122,7
N8 12 W/K	3:05	129,7	120:25	120,7
N8 13 W/K	7:10	135,7	198:20	119,3
N8 14 W/K	7:20	162,3	294:10	124,0
N8 15 W/K	12:15	151,0	405:46	153,0
N8 16 W/K	24:00	144,7	605:55	140,3
N8 17 W	30:00	169,0	-	-
N8 18 W	45:55	165,7	-	-
N8 19 W	74:25	165,3	-	-
N8 20 W	94:30	172,7	-	-
N8 21 W	143:45	146,3	-	-
N8 22 W	198:25	172,7	-	-
N8 23 W	294:05	175,7	-	-
N8 24 W	337:35	155,3	-	-
N8 25 W	406:16	176,7	-	-

Axx-Legierung entspricht EN AW-7075 der Austria Metall AG, chemische Zusammensetzungen unter Tabelle 6-1



Abbildung 12-1: Schichtdicke in µm bei Veränderung der Zusammensetzung (Cu-/Zn-Diagramme mit Mg-Grundgehalten, Werte in Gew.-%) und ausgelagertem Gefügezustand



Abbildung 12-2: Schichtdicke in µm bei Veränderung der Zusammensetzung (Cu-/Zn-Diagramme mit Mg-Grundgehalten, Werte in Gew.-%) und lösungsgeglühtem Gefügezustand



Abbildung 12-3: Probenhärte in HB bei Veränderung der Zusammensetzung (Cu-/Zn-Diagramme mit Mg-Grundgehalten, Werte in Gew.-%) und ausgelagertem Gefügezustand



Abbildung 12-4: Probenhärte in HB bei Veränderung der Zusammensetzung (Cu-/Zn-Diagramme mit Mg-Grundgehalten, Werte in Gew.-%) und lösungsgeglühtem Gefügezustand



Abbildung 12-5: Ergänzende Diagramme zur Darstellung der Schichtdickenentwicklung im ausgelagerten Zustand (70 h bei 120 °C), bezogen auf den einzelnen Elementeinfluss, grüne und blaue Linien geben Maximal- und Minimalwerte an, schwarze Linie entspricht mittlerem Verlauf



Abbildung 12-6: Ergänzende Diagramme zur Darstellung der Härteentwicklung im lösungsgeglühten und ausgelagerten Zustand, farbige Zonen grenzen jeweiliges Härteniveau ein (HB als Einheit)



Abbildung 12-7: Statistikkennzahlen wie die Anpassungsgüte R2, Güte der Vorhersage Q2, die Modell-Aussagekraft und Reproduzierbarkeit weisen hohe Werte auf, womit die durch MODDE ® ermittelten Modelle als entsprechend brauchbar einzustufen sind [39,46]



Abbildung 12-8: Aufbau der natürlichen Oxidschicht (ca. 10 nm) sowie schematischer Einbau von Fremdphasen als Oxide, künstliche Verdickung durch Eloxierung folgt gleichem Aufbau [2]



Abbildung 12-9: Aufnahme einer EN AW-7075-Probe nach Warmauslagerung bei 150 °C für 24 h durch ein Transmissionselektronenmikroskop, chemische Analyse per SAED bestätigt fein verteilte GP-Zonen, sowie η'-Ausscheidungen in der Matrix, η-Phasen (MgZn₂) zeigen sich an Korngrenze [15]