

Diplomarbeit

# Oxidstabilisierte nanokristalline Metalle

Reinhard G. Fritz



Department Materialphysik an der  
Montanuniversität Leoben

# 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.

---

Datum

---

Unterschrift

# Danksagung

Besonderer Dank geht an meinem Betreuer Univ. Prof. Dr. Reinhard Pippan. Er war für die Themenauswahl sowie die Betreuung während der Durchführung der Arbeit verantwortlich. Durch sein freundliches und äußerst kompetentes Auftreten sowie seine langjährige Erfahrung im Bereich der Hochverformung war es für mich möglich, sehr selbstständig an meiner Arbeit zu forschen und viel Neues zu erlernen.

Bei Herrn DI Oliver Renk möchte ich mich im Besonderen bedanken. Ein immer offenes Ohr bei auftretenden Fragen, die Durchführung diverser Einschulungen sowie Diskussionen wurden mit ihm im lockeren Umfeld immer zielführend aufbereitet, durchgeführt und gelöst.

Ein besonderer Dank ergeht auch an Herrn DI Peter Kutleša. Ohne seine Hilfestellungen bei der Versuchsdurchführung sowie seiner langjährigen Erfahrung, die bei einigen Diskussionen zu neuen Erkenntnissen führten, wäre die Durchführung der Arbeit nicht möglich gewesen.

Ebenso möchte ich mich bei den Herren Franz Hubner und Robin Neubauer bedanken, die stets termingerecht und mit gutem Rat zur Seite standen, wenn es um die Fertigung unterschiedlicher Konstruktionen oder die Änderung von Bauteilen ging. Frau Silke Modritsch gilt mein Dank für die durchgeführten Probenpräparationen sowie bei Hilfestellungen am Lichtmikroskop. Bei allen anderen Kollegen des Erich Schmid Institutes möchte ich für die stets freundliche Zusammenarbeit sowie für die ein oder andere Unternehmung bedanken.

Zu guter Letzt bedanke ich mich auch bei meiner Familie. Ohne Unterstützung meiner Eltern wäre ein Studium an der Montanuniversität nicht möglich gewesen. Ebenso bedanke ich mich sehr herzlich bei meinem Zwillingbruder. Durch Diskussionen mit ihm entstanden zu vielen Dingen andere Sichtweisen, die mir nicht nur in meiner universitären Laufbahn weiterhelfen konnten.

Leoben, im Februar 2014

# Kurzfassung

Oxidstabilisierte, nanokristalline Metalle entstehen durch die Konsolidierung und Hochdruck-torsionsverformung (HPT) von pulverförmigen Ausgangsmaterialien. Dabei wird die natürliche Oxidschicht auf der Oberfläche der Pulverkörner als Zweitphase genutzt, um die Matrix des nanokristallinen Materials zu stabilisieren. Im HPT-Prozess werden die spröden Oxide durch die hohen Umformgrade aufgebrochen und verbleiben als Partikel in der Größenordnung weniger Nanometer an der Korngrenze. Dadurch können Korngrenzen festgehalten werden und die Materialien erreichen exzellente Festigkeiten bei geringer Duktilität sowie eine gute thermische Stabilität.

Es besteht nun die Idee, durch einen Glühvorgang die Oxidteilchen in das Korninnere zu bringen. Dadurch wird angenommen, dass eine noch höhere Festigkeit und eine verbesserte Duktilität erzielt werden kann. Ein Problem bei der Verarbeitung sowie beim Einsatz von pulverkonsolidierten und oxidstabilisierten Metallen besteht in der Bildung von Poren und Rissen durch unvollständige Kompaktierung oder durch den Glühvorgang nach der Verformung. Verantwortlich dafür kann Feuchtigkeit an der Pulveroberfläche sein, die durch Lagerung des Ausgangspulvers in Luftatmosphäre entsteht.

Ziel der Arbeit war es, Prozessschritte und Prozesse zu evaluieren, die Riss- beziehungsweise Porenbildung verhindern können und das bestmögliche Ergebnis liefern. Dazu wurde ein Versuchsplan aufgestellt und eine statistische Versuchsplanung mit Hilfe einer vollfaktoriellen Versuchsreihe durchgeführt. Es wurden verschiedene Prozessschritte mit Nickelpulver mit natürlicher Oxidschicht durchgeführt und deren Ergebnisse aufgezeichnet und miteinander verglichen.

Das Pulver wurde vakuumgeglüht, in Vakuum und bei erhöhten Temperaturen verpresst sowie bei erhöhten Temperaturen in der HPT-Anlage umgeformt. Anschließend wurden die Proben unter Druck geblüht. Mit Hilfe des Qualitätsmanagementansatzes der vollfaktoriellen Versuchsplanung konnte eine geschickte Kombination der Versuche ausgewählt werden, die nun

nur mehr zu einer geringen Restporosität führt.

Das Ergebnis der Untersuchungen zeigt, dass ein Vakuumglühen des Pulvers mit anschließender HPT-Umformung sowie darauf folgender Druckglühung in der HPT-Anlage die Proben mit geringster Porosität liefert. Um die Prozessoptimierung nicht nur für Nickelpulver anwenden zu können, wurde Aluminiumpulver mit natürlicher Oxidschicht sowie Nickelpulver mit künstlich erzeugter, dickerer Oxidschicht ebenso auf dessen thermische Stabilität geprüft.

Die Versuche zeigen, dass die Porenbildung zu höheren Temperaturen verschoben werden konnte. Des Weiteren konnte der starke Härteabfall bei höheren Glühtemperaturen verringert werden.

# Abstract

Oxide-stabilized nanocrystalline metals are made by consolidation of powders and high pressure torsion (HPT). The naturally formed oxide layer on the surface is used as second phase to stabilize the nanocrystalline matrix.

During HPT deformation the oxides get fragmented to nanometer sized particles and remain along the grain boundaries. Thus, grain boundaries are pinned against thermally induced grain growth. Such materials show excellent strength but only moderate ductility.

Annealing at relatively large homologous temperatures leads to growth of the grains, whereby the oxide particles get into the grain interior. These dispersion strengthened materials would combine high strength levels with good ductility. However cracks and porosities were formed during the annealing process. Due to entrapped moisture during storage in air or imperfect compaction can be responsible for outgassing.

The aim of this work was to find and to evaluate processes which can prevent the forming of porosity and cracks. Therefore an experimental plan was established and with statistical design of experiments factorial tests were performed.

As-prepared Nickel powder was annealed in vacuum, consolidated in vacuum and also annealed at different temperatures. After consolidation, the powder was HPT-deformed at elevated temperatures and subsequently annealed under hydrostatic pressure. Of the above mentioned processing possibilities, the porosity could be minimized.

The achievement of the investigation is that an annealing process of the as-prepared powder in a vacuum furnace with subsequent HPT-forming at elevated temperatures and subsequent annealing under hydrostatic pressure leads to samples with minimized porosity. Furthermore the formation of pores can be postponed to higher annealing temperatures.

# Inhaltsverzeichnis

<b>Eidesstattliche Erklärung</b>	<b>i</b>
<b>Danksagung</b>	<b>ii</b>
<b>Kurzfassung</b>	<b>iii</b>
<b>Abstract</b>	<b>v</b>
<b>1 Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2 Methodik</b>	<b>3</b>
2.1 Herstellung . . . . .	3
2.1.1 Das Hochdrucktorsionsverfahren (HPT) . . . . .	4
2.2 Hochdruckverformung metallischer Pulver . . . . .	9
2.3 Mechanismen der Festigkeitssteigerung . . . . .	11
2.3.1 Plastische Verformung . . . . .	11
2.3.2 Feinkornhärtung . . . . .	11
2.3.3 Mischkristallhärtung . . . . .	12
2.3.4 Teilchenhärtung . . . . .	12
2.4 Mechanismus der Oxidstabilisierung . . . . .	13
2.5 Struktur und Eigenschaften nanokristalliner Materialien . . . . .	15
<b>3 Versuchsplanung und Versuchsdurchführung</b>	<b>20</b>
3.1 Systemanalyse . . . . .	21
3.2 Vollfaktorielle Versuchsplanung . . . . .	22
3.2.1 Haupteffekte . . . . .	23
3.2.2 Wechselwirkungseffekte . . . . .	27
3.3 Versuchsdurchführung . . . . .	31

3.4	Versuchsauswertung . . . . .	36
3.4.1	Ergebnisinterpretation . . . . .	41
<b>4</b>	<b>Anwendung der Prozessoptimierung</b>	<b>49</b>
<b>5</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>53</b>
<b>6</b>	<b>Anhang</b>	<b>55</b>
	<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>viii</b>
	<b>Tabellenverzeichnis</b>	<b>xiv</b>
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>xvi</b>



# Kapitel 1

## Einleitung

Nanokristalline Metalle gelangen seit einigen Jahrzehnten aufgrund ihrer interessanten Eigenschaften immer mehr in den Fokus der Materialwissenschaft. Aus vielen Publikationen [1–4] ist ersichtlich, dass beispielsweise hohe Festigkeiten sowie die Möglichkeit der superplastischen Umformung zu neuen Anwendungsfeldern führen können [3]. Es ist ebenso bekannt, dass die Duktilität sowie die thermische Stabilität dieser Werkstoffgruppe durch geschickte Anwendung werkstoffwissenschaftlicher Kenntnisse verbessert werden kann. So kann beispielsweise die thermische Stabilität durch Legieren oder Einbringen einer zweiten Phase deutlich erhöht werden, die Duktilität der Proben bleibt allerdings vielfach gering.

Es besteht nun die Idee, mit Hilfe von pulverförmigen Ausgangsmaterialien Oxide als Zweitphase in das Material einzubringen und somit die mechanischen Eigenschaften weiter zu verbessern. Während des Umformprozesses wird die Oxidschicht fragmentiert und die Oxidpartikel bleiben an den Korngrenzen erhalten. Durch eine Glühbehandlung und daraus resultierender Rekristallisation kommt es zu Kornwachstum und die Oxide können ins Korninnere gelangen, was zu einer sogenannten Dispersionshärtung führen kann. Das Problem bei der Konsolidierung von Pulvern besteht darin, dass bei der Glühung des nanokristallinen Gefüges Blasen und Risse durch Feuchtigkeit oder eingeschlossene Gase entstehen. Diese Probleme wurden durch unterschiedliche Prozessführung bereits zu lösen versucht [5].

Seit Beginn der Herstellung von nanokristallinen Materialien über Pulverkonsolidierung ist die Probenporosität ein limitierender Faktor. Laufende Verbesserungen und Entwicklungen von Verfahren der Hochverformung, den sogenannten top-down-Prozessen, sowie neuer Methoden mit hoher plastischer Verformung (engl. severe plastic deformation, SPD) führten

zu höheren Probendichten [1]. Durch Hochverformung können im Vergleich zu bottom-up-Herstellungsverfahren einfach relativ große Probenmengen ohne Porosität hergestellt werden. Durch die anschließende Glühbehandlung der Proben kommt es allerdings zu erneuten Poren- und Risswachstum.

In dieser Arbeit wird versucht, mit Hilfe eines Qualitätsmanagementansatzes gezielt die Ursache für die Entstehung von Poren und Rissen zu finden sowie Prozesse zu entwickeln, um die Entstehung von Poren und Rissen zu vermeiden. Als Modellmaterialien dienten SPD-verformte Nickelpulver und Aluminiumpulver.

Zur vereinfachten Versuchsdurchführung wurde ein vollfaktorieller Versuchsplan mit Versuchsmatrix erstellt, um gezielt Einflussparameter zu variieren und um signifikante Vorteile einzelner Prozessschritte zu erkennen. Die Proben wurden mittels HPT-Verfahren hergestellt und gegläht. Ein optimaler Prozess, um Poren und die Bildung von Rissen in HPT-verformten Proben zu vermeiden, wurde ausgewählt und anhand eines zweiten Modellmaterials auf dessen Wirkung und Gültigkeit überprüft, da nur Materialien mit hoher Dichte zur Charakterisierung der Eigenschaften sowie als Strukturbauteile herangezogen werden können [1].

# Kapitel 2

## Methodik

Um die Mechanismen in nanokristallinen Metallen zu verstehen, wird im folgenden Kapitel die Herstellung, die Struktur und die Eigenschaften dieser Materialien erklärt.

### 2.1 Herstellung

Unter nanokristallinen und ultrafeinkörnigen (engl. ultrafine-grained, UFG) Materialien versteht man Materialien, die einen polykristallinen Aufbau und eine hohe Grenzflächendichte aufweisen. Man unterscheidet zwischen nanokristallinen Materialien mit Korngrößen kleiner 100 nm und ultrafeinkörnigen Materialien mit Korngrößen zwischen 1  $\mu\text{m}$  und 100 nm. Sind eine oder mehrere Dimensionen im Schnitt kleiner als 100 nm, so wird das Material als nanostrukturiert bezeichnet [1].

Um nanokristalline oder UFG Materialien herstellen zu können, müssen bestimmte Anforderungen erfüllt werden:

- Produktion von submikrometer- oder nanometer- Korngrößen mit Großwinkelkorngrenzen, damit qualitative Änderungen der Eigenschaften stattfinden,
- gleichmäßige Nanostrukturierung über das gesamte Volumen,
- Risse oder sonstige mechanische Schäden dürfen nicht auftreten [3].

In den letzten Jahrzehnten wurden viele verschiedene Herstellungsmethoden und Prozessrouten entwickelt, die die oben genannten Anforderungen erfüllen. Man unterteilt sie in bottom-up-Herstellungsverfahren sowie top-down-Herstellungsverfahren, die im Wesentlichen die Verfahren der Hochverformung beinhalten. Zu den bottom-up-Herstellungsprozessen gehören beispielsweise die Gasphasenkondensation, die Elektroabscheidung oder die Rascherstarrung. Dabei wird Atom für Atom und Schicht für Schicht aufgebaut, was allerdings eine geringe Materialausbeute zur Folge hat [1, 6, 7].

Den zweiten Ansatz zur Produktion nanokristalliner Materialien stellen Verfahren mit hoher plastischer Verformung dar. Sie werden als top-down-Herstellungsverfahren zusammengefasst. Bei diesen Verfahren werden sehr hohe Dehnungen aufgebracht, wobei es zu keinen signifikanten Änderungen der Probenabmessungen kommt. Grundsätzlich weisen top-down-Verfahren den Vorteil auf, dass durch sie massive Materialien mit hoher theoretischer Dichte hergestellt werden können. Des Weiteren sind größere Materialmengen herstellbar und die Kontamination der Proben während der Herstellung kann vermieden werden [8]. Zu den SPD- Verfahren zählen das Equal-Channel Angular Pressing (ECAP), das Accumulative Roll-Bonding (ARB), Cyclic Extrusion and Compression (CEC) sowie Repetitive Corrugation and Straightening (RCS). Des Weiteren zählen das Multi-Directional Forging Verfahren (MDF), die Twist Extrusion (TE) sowie das HPT-Verfahren zu den SPD- Verfahren, um nur einige zu nennen [9].

Im Anschluss wird nun auf das in der vorliegenden Arbeit verwendete HPT-Verfahren eingegangen.

### **2.1.1 Das Hochdrucktorsionsverfahren (HPT)**

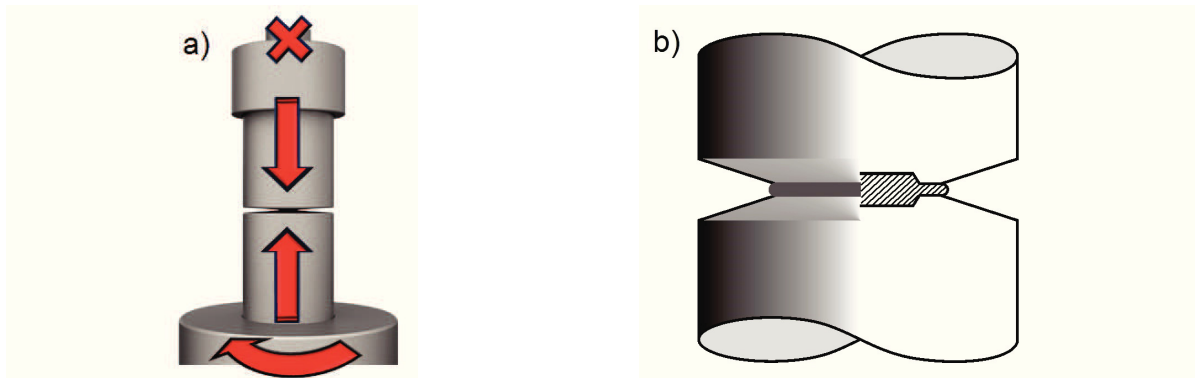
Beim Hochdrucktorsionsverfahren werden scheibenähnliche Proben unter hohem Druck torsionsverformt. Das Verfahren weist gegenüber anderen top-down-Verfahren einige Vorteile auf:

- Sehr hohe Dehnungen sind mit einer relativ einfachen Apparatur möglich.
- Eine kontinuierliche Dehnungsaufbringung ist möglich.
- Durch den hohen aufgebrauchten hydrostatischen Druck können hochfeste und spröde Materialien ohne Bruch verformt werden. So ist zum Beispiel die Verformung von

Chrom oder Wolfram möglich.

- Zusatzvorrichtungen, wie eine Vakuumkammer oder eine induktive Heizung, können an die Anlage angebracht werden [9].

Bei der kontinuierlichen Umformung mittels HPT-Verfahren wird in die Kavität zweier Matrizen das zu verformende Material eingefügt. Danach werden die Matrizen mit hohem Druck zusammengepresst. Eine Matrize ist dabei torsionsgesichert und fest und die zweite, untere Matrize ist mit einem Zahnkranz verbunden, welcher durch einen Motor angetrieben wird, um die Torsion zu ermöglichen. Die torsionsgesicherte Matrize ist in Abbildung 2.1a schematisch durch ein rotes X gekennzeichnet. Durch diese Vorgehensweise wird das in den Kavitäten der Matrizen vorhandene Probenmaterial tordiert. Um die Torsion des Materials zu gewährleisten und um die Reibung zwischen Probe und Kavität zu erhöhen, werden die Auflageflächen der Kavitäten sandgestrahlt. Dadurch entsteht ein hoher Reibungskoeffizient, Materialreste von vorhergehenden Versuchen werden entfernt und eine saubere Oberfläche kann gewährleistet werden [3].



**Abbildung 2.1** Schematische Darstellung des HPT-Verfahrens a) und b) die Matrizen mit angelegter Geometrie der Kavität und der Probe [10].

Aufgrund der Form der Kavitäten und durch den Gegendruck von austretendem Probenmaterial, wie in Abbildung 2.1b dargestellt, entsteht ein hoher hydrostatischer Druck, wodurch das Probenvolumen in der Kavität nahezu konstant bleibt. Riss- beziehungsweise Porenentstehung kann somit weitestgehend vermieden werden. Radiales Austreten von Probenmaterial verhindert das gegenseitige Berühren der beiden Matrizen und führt zu einem gut definierten Druckbereich. Als minimaler Druck kann dabei die dreifache Fließspannung des umzuförmenden Materials angegeben werden [4]. Um nun die Scherdehnung  $\gamma$  zu berechnen, dient Gleichung (1):

$$\gamma = \frac{2 \cdot \pi \cdot n}{t} \cdot r \quad (1)$$

Dabei stellt  $r$  den Probenradius,  $n$  die Anzahl der Umdrehungen und  $t$  die Probendicke dar. Um die äquivalente Dehnung  $\epsilon$  nach von Mises zu berechnen, wird Gleichung (2) verwendet [4]:

$$\epsilon = \frac{\gamma}{\sqrt{3}} = \frac{2 \cdot \pi \cdot n}{\sqrt{3} \cdot t} \cdot r \quad (2)$$

Mit der äquivalenten Dehnung  $\epsilon$  können Dehnungen unterschiedlicher SPD-Verfahren untereinander verglichen werden [9]. Aus Gleichung (2) ist ersichtlich, dass die Dehnung mit dem Radius  $r$  linear zunimmt. Somit ist ein Festigkeitsanstieg über den Probenradius die Folge. Anfänglich wird die Festigkeitssteigerung durch Erhöhung der Versetzungsdichte und dann in weiterer Folge durch Subkornbildung und Umwandlung dieser Subkorn Grenzen zu Großwinkelkorn Grenzen verursacht. Dies kann man auch als Korneinigungsprozess ansehen.

Wird das Probenmaterial weiter verformt kommt es zur Sättigung in der Festigkeit und es kommt zu keiner weiteren Kornfeinung mehr. Die Körner im zentrumsnahen Bereich werden weiter gefeint, bis sie ebenfalls die Sättigungskorngröße erreichen. Somit kann beinahe über den gesamten Probenquerschnitt eine einheitliche Korngröße, die sogenannte Sättigungskorngröße, erzielt werden. Diese wird von der Temperatur, dem Legierungsgehalt, der Dehnrates und dem Verformungsweg bestimmt. Sobald die Sättigungskorngröße erreicht ist, kommt es weder zur Kornfeinung noch zu einer weiteren Festigkeitssteigerung [10].

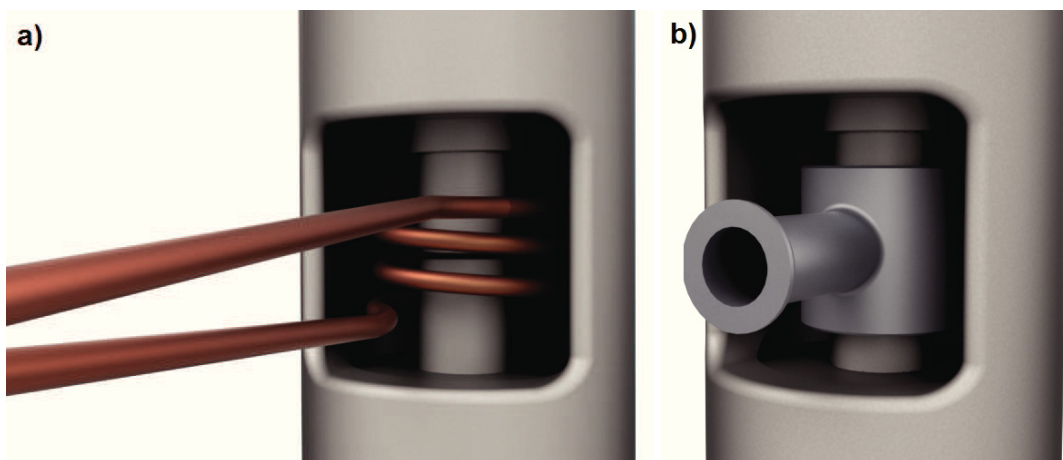
## **Erweiterung des Hochdrucktorsionsverfahrens**

Die HPT-Anlage des Erich Schmid Institutes für Materialwissenschaft kann einfach adaptiert werden um durch Änderung der Prozessparameter die Materialeigenschaften, wie zum Beispiel die Korngröße, zu variieren. Dabei stehen folgende Möglichkeiten zur Verfügung:

- Änderung der Torsionsgeschwindigkeit und somit der Dehnrates:  
Stufenlos regelbar von 0 - 0,6 U/min.
- Variation der Druckaufbringung:  
Stufenlos regelbar von 0 - 390 kN; 390 kN entsprechen bei einem Probendurchmesser von 8 mm einem nominellen Druck von 0 - 7,76 GPa.
- Umformung bei erhöhter Temperatur:

Dabei werden die Matrizen mittels induktiver Heizung bis maximal 700°C, wie in Abbildung 2.2a dargestellt, aufgeheizt.

- Umformmöglichkeit bei Siedetemperatur des flüssigen Stickstoffs.
- Kompaktieren im Vakuum:  
Durch die Vorrichtung, wie in Abbildung 2.2b dargestellt, können Drücke bis  $1 \cdot 10^{-6}$  bar erreicht werden. Das Kompaktieren des Ausgangspulvers im Vakuum wird dadurch möglich.



**Abbildung 2.2** Das HPT-Verfahren adaptiert mit induktiver Heizung a) und b) das HPT-Verfahren adaptiert mit Vakuumkammer.

Die Konsolidierung des Pulvers erfolgt direkt in der HPT-Anlage. Dabei wird die Form durch einen an den Rand der Kavitäten angeklebten Kupferring dargestellt, in welchen das Pulver gefüllt und vorkompaktiert wird. Der Kupferring wird beim Aufbringen des hydrostatischen Drucks gequetscht und nach außen gedrückt. Dadurch reißt der zerquetschte Kupferring auf und kann Risse bis in den Grünling abbilden, da der Grünling allein durch Aufbringen des hydrostatischen Druckes meist keine ausreichende Festigkeit aufweist. Deshalb wird die kompaktierte Probe für 0,1 Umdrehungen vortordiert, um eine Mindestfestigkeit zu erhalten. Nun kann der hydrostatische Druck entfernt, die Probe entnommen und der zerquetschte Kupferring vom Grünling entfernt werden. Wird dieser Schritt nicht durchgeführt, kann sich bei hoher Verformung Kupfer in das vorkompaktierte Material einmischen, was zu einer unerwünschten Vermischung führen würde. Nun kann der vorkompaktierte Grünling bis in den Sättigungsbereich tordiert werden. Um Verformungswärme von den Proben abzuführen, werden die beiden Matrizen mit Luft gekühlt. Die Verdrehgeschwindigkeit beziehungsweise die Dehnrates hat auf das Erlangen des Sättigungsbereiches keinen Einfluss, die Sättigungskorngröße würde bei

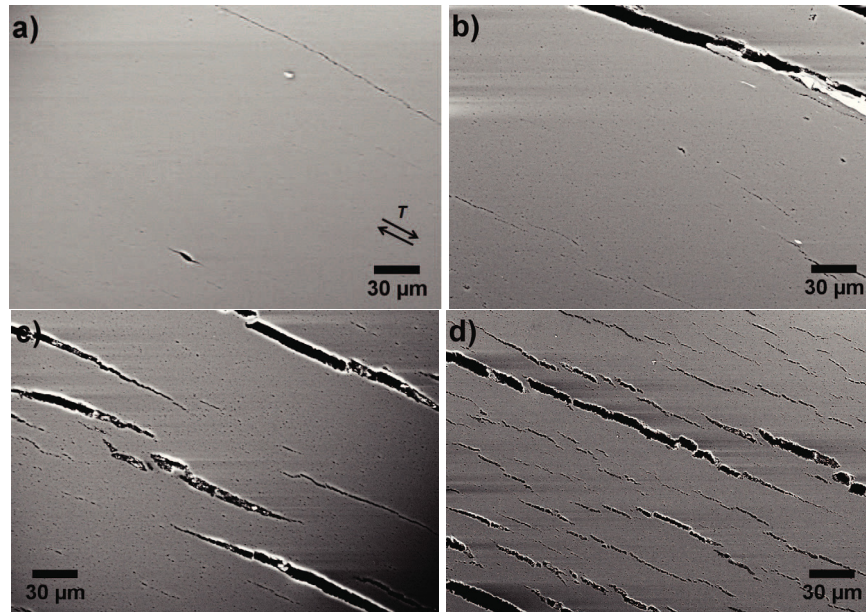
höheren Temperaturen allerdings mit größer werdender Dehnratesinken [10].

Im Anschluss an die HPT-Umformung wurden die verformten Proben bei unterschiedlichen Temperaturen gegläht. Dabei kam es zur Porenbildung beziehungsweise zur Rissentstehung. Die Glühbehandlung wurde bei Nickel mit 200°C, 300°C, 400°C, 500°C, 600°C und 700°C für 30 min durchgeführt. Die Aluminiumproben wurden bei 120°C, 170°C, 220°C, 270°C, 320°C, 370°C, 420°C, 470°C und 520°C, wie in der Abbildung 2.8 dargestellt, gegläht.

Grundsätzlich entstehen in den Proben zwei unterschiedliche Rissarten. Zum einen sind dies Risse, die senkrecht von der Oberfläche in das Materialinnere eintreten. Diese Risse entstehen meist durch Kräfte und Spannungen, die beim unsachgemäßen Hantieren mit der Probe entstehen und sind einfach vermeidbar. Deshalb werden sie hier nicht näher betrachtet. Die zweite Form der Rissbildung betrifft Risse, die sich in Scherrichtung bilden. Diese entstehen beim Glühen der Proben. Dafür wurden folgende Theorien aufgestellt: Zum einen kann Feuchtigkeit durch die Lagerung des Pulvers bei Luftatmosphäre und zum anderen können aber auch Verunreinigungen aus dem Pulver verantwortlich sein, die in die Metallmatrix eingemischt werden und beim Glühen Gase bilden. Aufgrund der Kornform und der daraus folgenden Schüttdichte entstehen zwischen den Körnern viele Lufteinschlüsse, die den Prozess beeinflussen können. Es sei darauf hingewiesen, dass die Untersuchung, welcher Faktor ausschlaggebend für die Bildung von Poren und Rissen ist, in einer weiteren Arbeit durchgeführt werden sollte.

Ein Nachteil bei der Konsolidierung von Pulvern entsteht durch Poren- und Rissentstehung bei den Glühbehandlungen der Proben. Dabei ist bei Nickel- und bei Aluminiumproben zu erkennen, dass sich bei Glühtemperaturen zwischen 300°C und 400°C die ersten Poren und in weiterer Folge Risse in Scherrichtung bilden, wie in Abbildung 2.3 zu erkennen ist. Abbildung 2.3a zeigt eine rasterelektronenmikroskopische Aufnahme einer Aluminiumprobe, die bei 320°C für 30 min in Luftatmosphäre gegläht wurde. Die eingezeichnete Scherrichtung gilt auch für die Abbildungen b bis d. Bei dieser Temperatur entstehen erste Poren. In Abbildung 2.3b wurde die Aluminiumprobe bei 370°C gegläht, es entstehen bereits Risse in Scherrichtung. Die Abbildungen 2.3c und 2.3d zeigen Abbildungen von Aluminiumproben, die bei 420°C und 470°C gegläht wurden. Die Risse entstehen, indem die Poren in den Scherebenen zusammenwachsen können. Das Rissnetzwerk sowie der Porenanteil werden immer größer, je höher die Glühtemperatur gewählt wird. Die Nickelproben zeigten ähnliches Verhalten. Alle rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen wurden mit einem Rasterelektronenmikroskop des Typs LEO 1525 mit einer 120 µm Blende und mit Sekundärelektronen erzeugt.





**Abbildung 2.3** Entwicklung von Poren und Rissen durch Glühen der Proben bei a) 320°C, b) 370°C, c) 420°C und d) 470°C.

Da Nickeloxid (NiO) und Aluminiumoxid ( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) sehr hohe Schmelzpunkte, die Metalle Nickel und Aluminium aber deutlich unterschiedliche Schmelzpunkte aufweisen, kann die Poren- und Rissentstehung auf Verunreinigungen des Pulvers, die Pulverlagerung sowie Pulverherstellung eingeschränkt werden. Würde es zur Bildung von Gasen durch die Zersetzung der Oxidverbindungen kommen, würde dies bei beiden Materialien bei unterschiedlichen Temperaturen geschehen. Vergleicht man die Proben mit natürlicher Oxidschicht und die Proben mit zusätzlicher Oxidschicht, so ist zu erkennen, dass bei den Proben mit zusätzlicher Oxidschicht die Poren- und Rissentstehung erst bei höheren Temperaturen einsetzt. Dies kann auf die kurz vor der HPT- Verdichtung vorangegangene Glühung des Pulvers zurückgeführt werden, da dadurch Feuchtigkeit aus dem Pulver entfernt und somit die Entstehung von Gasen vermieden, sowie die Porenentstehung zu höheren Temperaturen verschoben werden konnte. Die Glühung wird durchgeführt, um eine dickere Oxidschicht zu erhalten und um damit im späteren Verbundmaterial den Oxidpartikelgehalt zu erhöhen.

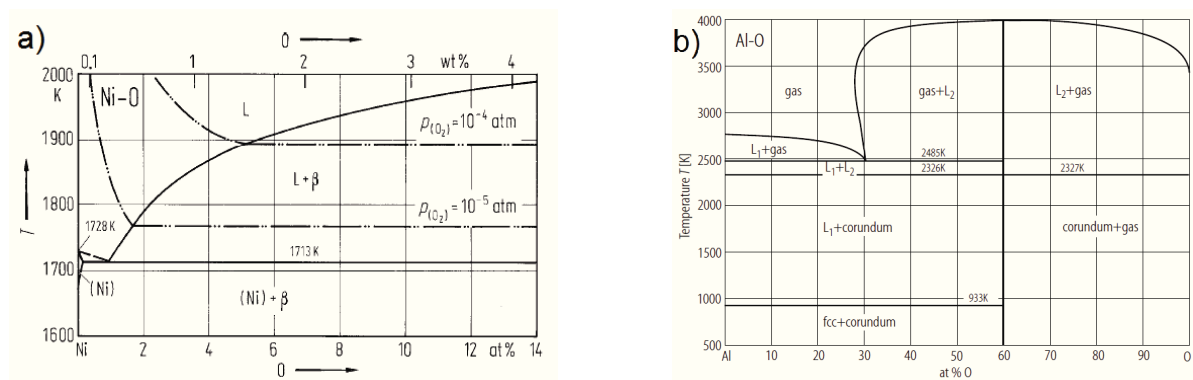
## 2.2 Hochdruckverformung metallischer Pulver

Durch die Konsolidierung von Pulvern lassen sich auf sehr einfache Weise Verbundmaterialien herstellen. Der Mischung verschiedener Materialien sind dabei nur wenige Grenzen ge-

setzt [10]. Es sind zum Beispiel auch schmelzmetallurgisch unmischbare Systeme wie Eisen und Kupfer mischbar, was sonst nicht möglich wäre.

Bei Pulvern ergeben sich Zweitphasen durch die natürlichen Oxidschichten, die an Luftatmosphäre auf der Pulverkornoberfläche entstehen. Bei der Verformung von Pulvern sind demnach deutlich kleinere Sättigungskorngrößen möglich, als dies bei der Verformung des selben bulk-Materials möglich wäre.

In Abbildung 2.4a ist das binäre Phasendiagramm Nickel - Sauerstoff dargestellt. Die durchgezogenen Linien sind Phasengrenzen bei einem Sauerstoffpartialdruck von 1 atm. Die gepunkteten Linien stellen Phasengrenzen bei einem Sauerstoffpartialdruck von  $10^{-4}$  und  $10^{-5}$  atm dar. Der Schmelzpunkt des kubisch flächenzentrierten Nickels beträgt  $1455^{\circ}\text{C}$ . In Verbindung mit Sauerstoff entsteht ein Eutektikum mit einem Schmelzpunkt von  $1440^{\circ}\text{C}$ . Der Schmelzpunkt von Nickeloxid (NiO) beträgt  $1957^{\circ}\text{C}$  [11–14]. Nickeloxid weist eine kubische NaCl-Struktur mit einem Gitterabstand von  $a = 0,4177$  nm auf. Höherwertige Oxide sind nur bei höherem Sauerstoffpartialdruck stabil [11–14]. Das erhaltene Ausgangspulver ist grau, durch zehnmütiges Glühen des Pulvers unter Luftatmosphäre bei  $400^{\circ}\text{C}$  verfärbt sich das Pulver schwarz. Durch diesen Prozess entsteht eine dickere Oxidschicht aus NiO an der Oberfläche. Härtewerte, wie in Abbildung 2.6a dargestellt, zeigen den Unterschied der verwendeten Pulvervarianten.



**Abbildung 2.4** Binäre Phasendiagramme von a) Ni - O [11–14] und b) Al - O [15–17].

In Abbildung 2.4b ist das binäre Phasendiagramm Aluminium - Sauerstoff dargestellt. Corundum steht dabei für  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , die einzige stabile Komponente des Systems.  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  schmilzt kongruent, besitzt eine hexagonale Struktur, einen Gitterabstand von 0,476 nm und weist einen Schmelzpunkt von  $2054^{\circ}\text{C}$  auf. Aluminium besitzt eine kubisch flächenzentrierte Raumstruktur und schmilzt bei  $660^{\circ}\text{C}$ . Das  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  bildet auf dem Aluminiumpulver einen amorphen Oxidfilm mit circa 4 nm Dicke bei Raumtemperatur [10, 15–17].

## 2.3 Mechanismen der Festigkeitssteigerung

Um die besonderen Eigenschaften von nanokristallinen Materialien zu verstehen, werden die Mechanismen der Festigkeitssteigerung kurz erklärt. Ziel der Materialentwicklung ist in vieler Hinsicht die Steigerung der Festigkeit. Dabei gibt es verschiedene Möglichkeiten um die Streckgrenze beziehungsweise Dehngrenze eines Materials zu erhöhen: die Kaltverfestigung durch plastische Verformung, die Feinkornhärtung, die Mischkristallhärtung und die Teilchenhärtung. Von diesen vier Mechanismen ist für das Verständnis nanokristalliner Materialien im Sättigungsbereich die Feinkornhärtung am wichtigsten. Teilchen im Material haben nur dann eine festigkeitssteigernde Wirkung, wenn sie im Korninneren vorhanden sind. Dieser Zustand wird durch eine Glühbehandlung nach der Umformung des Probenmaterials erreicht. Teilchen an der Korngrenze sind für die Erhöhung der thermischen Stabilität von Vorteil, da dadurch Korngrenzen gepinnt werden können.

### 2.3.1 Plastische Verformung

Durch große plastische Verformung werden in Materialien mit relativ großen Körnern Versetzungen erzeugt. Diese Versetzungen behindern teilweise die weitere Verformung und erhöhen die Festigkeit. In hochverformten Metallen bilden sich hingegen Zellstrukturen aus, die durch weitere Umformung zu Einzelkörnern zerfallen. Somit ist die Versetzungsdichte in den feinen Körnern relativ gering. Versetzungen sind damit vermehrt an Korngrenzen zu finden und Kaltverfestigung beziehungsweise eine weitere plastische Verformung spielt bei hochverformten Metallen damit keine große Rolle mehr. Als Folge stellen die Korngrenzen Quellen und Senken von Versetzungen dar. Die Änderungen der Mikrostruktur sowie die Bildung von Zellstrukturen und Subkörnern wird in [4] ausführlich beschrieben.

### 2.3.2 Feinkornhärtung

Die Verfestigung von Metallen durch Verringerung der Korngrößen wird durch die Hall-Petch-Gleichung beschrieben. Die Gleichung ist bis Korngrößen von etwa 15 bis 20 nm gültig und beschreibt den nötigen Aufstau von Versetzungen an Korngrenzen um eine plastische Verformung des Kristallverbundes zu realisieren.

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{D}} \quad (3)$$

Dabei stellt  $\sigma$  die Streckgrenze,  $\sigma_0$  die Reibungsspannung der Körner,  $k_y$  die Hall-Petch-Konstante und  $D$  den Korndurchmesser dar. Die Hall-Petch-Konstante stellt dabei den Korngrenzenwiderstand, welcher für jedes Material unterschiedliche Werte annimmt und vom Gittertyp abhängt, dar [18].

Die Hall-Petch-Beziehung beschreibt eine Streckgrenzenerhöhung bei kleiner werdenden Korngrößen. Wenn die Korngröße auf unter 15 nm sinkt, werden Prozesse an den Korngrenzen, wie zum Beispiel Korngrenzengleiten, immer stärker gewichtet und die Hall-Petch-Gleichung verliert ihre Gültigkeit. Wichtig für die Erklärung der Phänomene bei so kleinen Korngrößen ist, dass die Korngrenzen ebenso Quellen und Senken von Leerstellen darstellen [1, 6].

### 2.3.3 Mischkristallhärtung

Einen wesentlich stärkeren Verfestigungsmechanismus stellt die Mischkristallhärtung dar. Dazu werden zum Matrixmaterial Elemente hinzulegiert, die im Gitter einen substitutionellen oder einen interstitiellen Gitterplatz einnehmen können. Durch den Größenunterschied der legierten Atome kommt es zu einer Gitterverzerrung und damit zu einer Festigkeitssteigerung. Durch Zulegieren von Elementen in nanokristallinen Materialien werden die Festigkeit und die thermische Stabilität erhöht [18]. Für oxidstabilisierte Metalle hat dieser Verfestigungsmechanismus allerdings keine große Bedeutung.

### 2.3.4 Teilchenhärtung

Um eine Teilchenhärtung zu erhalten, müssen die fragmentierten Oxidteilchen in das Korninnere gelangen, was durch eine Glühbehandlung möglich wird. Eine weitere Möglichkeit besteht durch Einbringen von Zweitphasen oder klassisch durch Ausscheidungen. Die Versetzungen haben nun die Möglichkeit, das Hindernis zu durchschneiden oder zu umgehen. Liegt die Ausscheidung beispielsweise als kohärente oder teilkohärente Ausscheidung vor, so wird die Erhöhung der Streckgrenze durch Gleichung (4) beschrieben. Die Gitterebenen in der Matrix setzen sich dabei zumindest in einer Raumrichtung in der Ausscheidung fort und ein

Durchschneiden wird möglich [18].

$$\tau \approx \sqrt{r_T f_T} \quad (4)$$

$\tau$  stellt die Erhöhung der Streck- und Dehngrenze,  $r_T$  den Teilchenradius und  $f_T$  den Volumenbruchteil der Teilchen dar [19, 20].

Das Umgehen der Teilchen wird durch den Orowan-Mechanismus beschrieben. Umgehen ist bei inkohärenten Hindernissen möglich. Die Gitterebenen setzen sich dabei nicht mehr stetig in die Matrix fort. Eine Versetzung muss sich um das Hindernis krümmen und bildet einen Versetzungsring. Dieser Vorgang der Festigkeitssteigerung wird durch Gleichung (5) beschrieben.

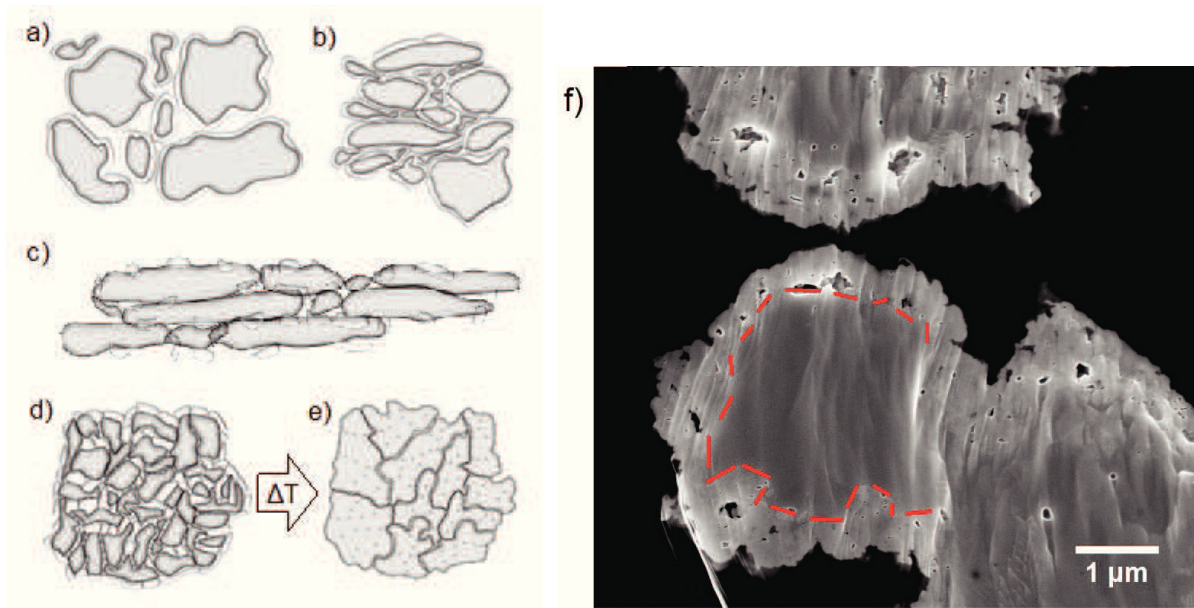
$$\tau \approx \frac{\sqrt{f_T}}{r_T} \quad (5)$$

Um eine Festigkeitssteigerung zu erhalten, sollen viele feine Oxidteilchen in geringem Abstand im Korn verteilt sein. Diese Idee ist durch die Glühbehandlung des Nanoverbundwerkstoffes realisierbar, da damit die Oxide von den ehemaligen Korngrenzen im Materialinneren erhalten bleiben. Durch Schneiden und Umgehen ist eine erhöhte Spannung nötig, welche zur weiteren Festigkeitssteigerung führt [18].

Um die thermische Stabilität von nanokristallinen Metallen zu erklären, kann kein Verfestigungsmechanismus herangezogen werden. Grundsätzlich weisen SPD- Materialien eine geringe thermische Stabilität auf, da aufgrund der hohen Energieeinbringung eine große Anzahl von Defekten, wie Versetzungen und Nichtgleichgewichtskorngrenzen, entstehen [10]. Die thermische Stabilität des Gefüges wird nun anschließend durch die Oxidstabilisierung erklärt.

## 2.4 Mechanismus der Oxidstabilisierung

Das Ausgangspulver weist je nach Korngröße eine dementsprechend große Oberfläche auf, an der die Oxide unter Luftatmosphäre entstehen. Durch Umformung gelangen die Oxide in das konsolidierte Material. Abbildung 2.5 zeigt den Vorgang der Oxidstabilisierung der Korngröße.



**Abbildung 2.5** Mechanismus der Oxidstabilisierung mit a) Ausgangsform des Pulvers, b) Kompaktierung und Beginn der Scherung der Körner, c) Scherung der Körner und beginnende Fragmentierung der Oxidschicht, d) Sättigungszustand, e) nach der Glühbehandlung und f) oxidiertes Nickelkorn mit fehlerbehafteter Oxidschicht durch Glühen des Pulvers.

In Abbildung 2.5a ist schematisch das Ausgangspulver mit der natürlich anhaftenden Oxidschicht zu sehen. In Bild 2.5b wurde das Pulver bereits kompaktiert und die Scherverformung durch die HPT-Anlage setzt ein. Dies wird durch die leicht gestreckten Körner dargestellt. Durch weitere Verformung kommt es, wie in Bild 2.5c dargestellt, zu einer starken Verlängerung der Körner und die anhaftende Oxidschicht fragmentiert aufgrund ihrer Sprödigkeit im Vergleich zum Matrixmaterial. Wird die Sättigungskorngröße in Bild 2.5d erreicht, ist auch durch weitere Verformung keine Kornfeinung mehr möglich. Die Sättigungskorngröße ist materialspezifisch und kann durch die Oxidpartikel, die sich an der Korngrenze befinden, herabgesetzt werden [4]. Um nun ein oxidstabilisiertes Gefüge zu erhalten, wird die Probe geblüht. Dabei stellt sich ein Gefüge ein, wie in Bild 2.5e dargestellt. Es kommt zu einer Verringerung des Korngrenzenvolumens sowie zur Erholung, Rekristallisation und Kornwachstum [7]. Die fragmentierten Oxide bleiben an ihrer Position und befinden sich dadurch im Korninneren. Dies führt zu einem Festigkeitsanstieg durch Teilchenhärtung. Dieser Vorgang stellt den einfachsten Weg dar, um Metall-Matrix-Verbundwerkstoffe herzustellen [8, 21]. Durch Glühen des Pulvers unter Luftatmosphäre bei 400°C für 10 min kann die Oxidschichtdicke wie in Abbildung 2.5f vergrößert werden. Die roten Linien stellen dabei die Grenze der Oxidschicht dar. Eine 300 nm dicke Oxidschicht führt bei Pulverausgangskorngrößen von 5 µm zu circa 19 Vol% Oxidanteil. Da bei den gleich großen Aluminiumkörnern die natürliche Oxidschicht

nur 4 nm beträgt, beträgt der Oxidanteil nur 0,3 Vol%. Um die Verfestigung zu beschreiben, wird Gleichung (6) verwendet:

$$\lambda = a \left( \frac{1}{f^{\frac{1}{3}}} - 1 \right) \quad (6)$$

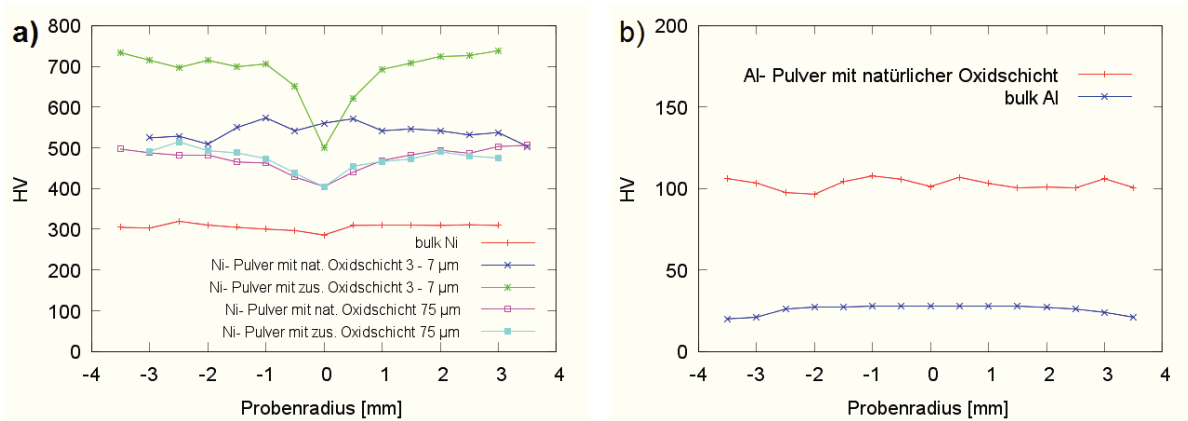
$\lambda$  stellt den Abstand zwischen den verstärkenden Oxidteilchen,  $f$  den Volumenanteil der Oxidteilchen und  $a$  den Partikelradius dar. Wenn nun der Abstand zwischen den Partikeln sinkt, kommt es zu einer stärkeren Verfestigung im Material. Ein größerer Härteanstieg bei Nickelpulver im Gegensatz zu Aluminiumpulver kann somit erwartet werden [5].

## 2.5 Struktur und Eigenschaften nanokristalliner Materialien

Die besonderen Eigenschaften von nanokristallinen Materialien sind nicht allein durch das feinkörnige Gefüge zu erklären. Im folgenden werden die Struktur und die Eigenschaften nanokristalliner Materialien mit Hilfe der gewählten Modellmaterialien erläutert. Als Modellmaterialien diente Nickelpulver der Firma Alfa Aesar, APS 3-7  $\mu\text{m}$ , 99,9 % (metals basis) und Aluminiumpulver der Firma ecka granules, 5  $\mu\text{m}$ .

Abbildung 2.6a zeigt Härteprofile von HPT-verformten Nickelproben, über deren Querschnitt ein Härteprofil erstellt wurde. Die Härtemessungen wurden alle mit einem Buehler Micro-met 5100 Microhärtemessgerät durchgeführt. In der Abbildung 2.6a ist ersichtlich, dass HPT-verformtes bulk-Nickel eine Härte von circa 300 HV 1 und HPT-verformtes Nickelpulver mit einer natürlichen Oxid-schicht und einer Ausgangskorngröße von 3-7  $\mu\text{m}$  Härteprofile bis 570 HV 1 erreicht. Wird dem Nickelpulver durch eine Glühbehandlung eine zusätzliche Oxidschicht hinzugefügt, so lässt sich die Härte auf bis zu 740 HV 1 erhöhen. Dies ist auf die größere Anzahl von Oxidteilchen in der Matrix zurückzuführen, die die Korngrenzenmobilität verringern und so zu einer kleineren Sättigungskorngröße führen [5].

Die Härteprofile der Proben, die mit Pulver der Ausgangskorngröße von 75  $\mu\text{m}$  verformt wurden, zeigen keinen zusätzlichen Härteanstieg, auch wenn durch Glühung des Pulvers die Oxiddicke erhöht wird und damit das Einbringen einer größeren Anzahl von stabilisierenden Oxidpartikeln ein Härteanstieg zu erwarten wäre. Grund dafür ist das Verhältnis des Volumens von Oxidschicht und Matrix. Da die Körner beim Pulver mit 75  $\mu\text{m}$  zu groß sind, folgt daraus,



**Abbildung 2.6** Härte­werte als Funktion des Probenradius von a) HPT-verformtem Nickel mit unterschiedlicher Oxidschichtdicke im Vergleich zu bulk-HPT-Nickel ohne Oxidteilchen [10] sowie b) HPT-verformtes Aluminium mit natürlicher Oxidschicht im Vergleich zu Härte­werten von bulk-HPT-Aluminium [8].

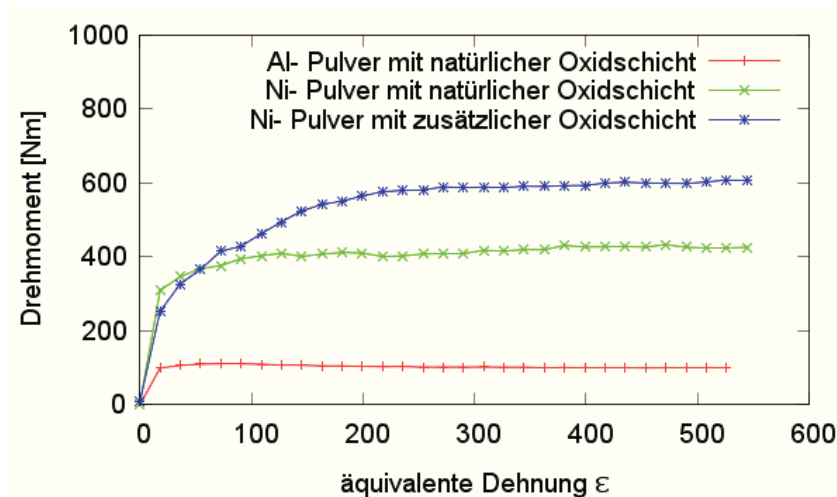
dass das Einbringen einer zusätzlichen Oxidschicht wenig Wirkung zeigt. Um den Effekt zu vergrößern, müsste die Probe länger oder bei höheren Temperaturen gegläht werden. Das Verhältnis von Oxidvolumen zu Matixvolumen ist somit zu klein, um einen festigkeitssteigernden Effekt zu erzielen [5].

In der Probenmitte wurde der Sättigungszustand der Nickelprobe mit zusätzlicher Oxidschicht nicht erreicht, wie am Härteabfall zur Probenmitte hin gut zu erkennen ist. Die Härte­werte sind aufgrund der feineren Korngrößen im Bereich größerer Dehnungen größer als in der Probenmitte. In Abbildung 2.6b sind zum Vergleich die Ergebnisse mit Aluminiumpulver dargestellt, wobei die unterschiedliche Ordinaten­skalierung zu beachten ist. Das Aluminiumpulver mit 5 µm Ausgangskorngröße erreicht Härte­werte von ca. 110 HV 0,2. Die Härte­werte von bulk-HPT-Aluminium liegen bei rund 33 HV 0,2 [8].

Um den Bereich der Sättigungsmikrostruktur einstellen zu können, wird das Drehmoment über die äquivalente Dehnung  $\epsilon$  beim Umformvorgang aufgezeichnet. Wird die Sättigungskorngröße erreicht, so bleibt das Drehmoment konstant. Durch die Aufzeichnung des Drehmomentes kann auch ein Durchrutschen der Probe erkannt werden und dient damit als Hilfsmittel zur Fehlervermeidung, da beim Durchrutschen das Drehmoment kurzzeitig absinken würde. Je höher die Umformtemperatur gewählt wird, desto geringer ist das Sättigungsdrehmoment und desto größer ist die Sättigungskorngröße [10]. Aus den Versuchen geht hervor, dass ab einer äquivalenten Dehnung von ca. 300 für die verwendeten Modellmaterialien Aluminium und Nickel das Sättigungsdrehmoment erreicht wird, wie in Abbildung 2.7 ersichtlich ist. Durch



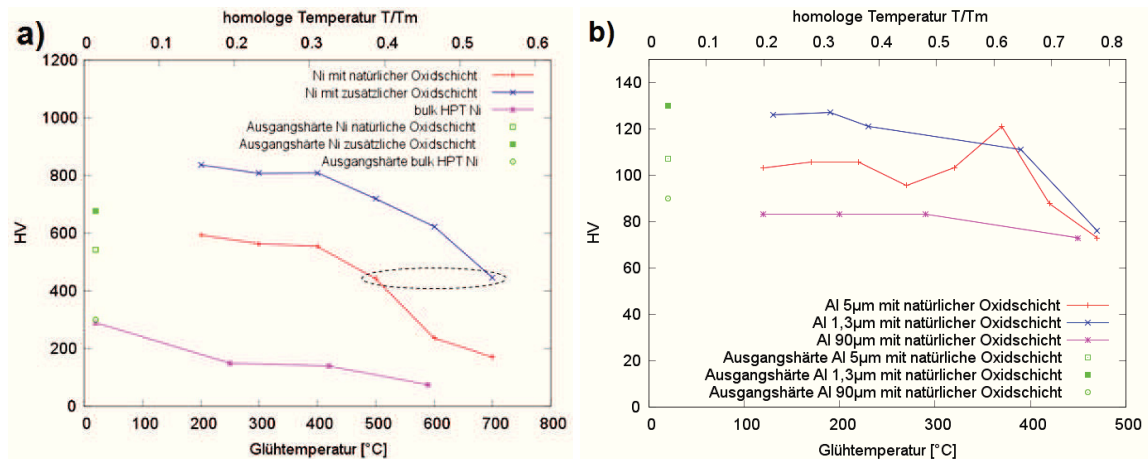
das Drehmoment kann die Fließspannung des Materials abgeschätzt werden, da diese proportional zum Sättigungsdrehmoment ist [4, 22]. Die Verformungsparameter der Proben wurden somit mit 30 Umdrehungen, was einer äquivalenten Dehnung von circa 500 entspricht, festgelegt. Die Torsionsgeschwindigkeit wurde mit 0,6 U/min gewählt. Die Verformung einer Probe dauert somit 50 min.



**Abbildung 2.7** Drehmomentkurve beim HPT-Umformen von Aluminium und Nickel mit natürlicher Oxidschicht und von Nickel mit zusätzlicher Oxidschicht durch Glühen des Pulvers bei 400°C für 10 min in Luftatmosphäre.

SPD-Materialien weisen hohe Festigkeiten in Kombination mit akzeptablen Duktilitäten sowie die Möglichkeit einer superplastischen Umformbarkeit bei niedrigen Temperaturen und/oder hohen Dehnraten auf [1]. Eine hohe Festigkeit ist auch der Grund für die verbesserte Dauerfestigkeit [3, 9]. Die thermische Stabilität sowie das Kriechverhalten von SPD-Materialien gerät allerdings bei leicht erhöhten Temperaturen an ihre Grenzen, da es durch einen Temperaturanstieg zu einer Vergrößerung der Körner und somit zu einer Änderung der Eigenschaften kommt. Kornwachstum setzt dabei bei Reinetallen bei 0,2 bis 0,4  $T_m$  ein [3].  $T_m$  steht dabei für den Schmelzpunkt des verwendeten Materials. Diese Kornvergrößerung kann durch Verringerung der Korngrenzenmobilität eingedämmt werden. Dies kann durch Einfügen von Phasengrenzen in die Matrix oder durch Legieren mit Fremdatomen geschehen [4, 7]. Dazu werden Oxidpartikel oder Zweitphasen an den Korngrenzen angeordnet, um Korngrenzenmigration und somit Kornwachstum zu verzögern.

Um die thermische Stabilität zu beurteilen wurden die Härtewerte über die Glühtemperaturen, wie in Abbildung 2.8 dargestellt, aufgetragen. Die Datenpunkte aus den Abbildungen wurden mit Proben generiert, die bei den genannten Temperaturen Poren und Risse aufwiesen.



**Abbildung 2.8** Themische Stabilität von a) Nickel [4, 21] und b) Aluminium [8].

Die einzelnen Datenpunkte in Abbildung 2.8a zeigen die Ausgangshärten der unterschiedlichen Nickelproben. Werden die Proben gegläht, so steigt die Härte an. Dies ist auf eine Erholung der Nichtgleichgewichtskorngrenzen zurückzuführen. Danach bleiben die Härtewerte bei den Proben mit Pulver als Ausgangsmaterial bis zu einer homologen Temperatur von  $0,32 T_m$  ziemlich konstant, was auf die Auslöschung von Defekten an Korngrenzen und im Inneren der Körner bei niedrigen Temperaturen zurückzuführen ist. Des Weiteren sinken die inneren Spannungen im Material stark ab [7]. Danach kommt es zu einem Abfall der Härte, was durch den Beginn der Korngrenzenmigration und durch anormales Kornwachstum begründet werden kann. Im dritten Stadium kommt es zu Kornwachstum und zu einem starken Härteabfall. Dieser Härteabfall kann durch das Einbringen von Oxiden verringert werden. Aufnahmen mit Hilfe eines Rasterlektronenmikroskops bestätigen die Änderungen der Korngröße mit steigender Glüh-temperatur. Nach dem Härteabfall bleiben die Härtewerte wieder auf einem relativ konstanten Niveau [3, 7].

Zur Korngrößenbestimmung wurden die Korngrößen der Proben des Nickelpulvers mit natürlicher Oxidschicht, gegläht bei  $500^\circ\text{C}$ , sowie des Nickelpulvers mit zusätzlicher Oxidschicht, gegläht bei  $700^\circ\text{C}$ , wie in der Abbildung 2.8a durch eine Markierung dargestellt, verglichen. Die Härtewerte beider Proben betragen ungefähr  $420 \text{ HV}$ . Diese beiden Proben sollten demnach dieselbe Korngröße aufweisen. Dies wurde mittels Orientation Imaging Microscopy (OIM) eines sogenannten EBSD- Scans (engl. Electron Backscatter Diffraction) bestätigt. Die Korngröße beträgt in beiden Proben ungefähr  $300 \text{ nm}$ . Die Nickelprobe mit zusätzlicher Oxidschicht fällt auf die gleiche Härte ab, wie die Nickelprobe mit natürlicher Oxidschicht, allerdings bei  $200^\circ\text{C}$  höheren Glüh-temperaturen. Damit kann eine deutliche Verbesserung der thermischen Stabilität erreicht werden. Das bulk-Nickel zeigt die niedrigsten Härtewerte und

die geringste thermische Stabilität, da es nicht durch Oxide stabilisiert wurde [4].

In Abbildung 2.8b ist die thermische Stabilität von verschiedenen Aluminiumproben dargestellt. Die Proben mit unterschiedlichen Pulverausgangskorngrößen von  $1,3 \mu\text{m}$ ,  $5 \mu\text{m}$  und  $90 \mu\text{m}$  weisen unterschiedliche thermische Stabilitäten auf. Grundsätzlich gilt der Sachverhalt wie für Abbildung 2.8a erklärt wurde. Je größer die Pulverausgangskorngröße, desto geringer ist die thermische Stabilität. Die Proben mit  $1,3 \mu\text{m}$  und  $90 \mu\text{m}$  wurden eine Stunde in Luftatmosphäre gegläht, die Proben mit  $5 \mu\text{m}$  wurden für 30 min in Luftatmosphäre gegläht. Der Abfall der Härtewerte ist bei größeren Pulverausgangskorngrößen klein und die Härtewerte bei  $0,80 T_m$  sind bei allen Proben sehr ähnlich.

Jedes Verfahren zur Herstellung von nanokristallinen Materialien weist besondere Vor- und Nachteile auf, wobei bei SPD- Verfahren, besonders bei der Konsolidierung von Pulvern die Restporosität bzw. die Rissbildung in kompaktierten Proben eine wichtige Rolle spielt. Sollten Restporositäten oder Risse im Material vorhanden sein, so ist eine geringere Duktilität sowie eine geringere Festigkeit des Materials als Folge zu erwarten [1].

Die Proben weisen nach der Glühbehandlung Poren und Risse auf, die vermutlich auf die Feuchtigkeit im Ausgangspulver, einer Restporosität durch Gaseinschlüsse sowie auf Verunreinigungen zurückgeführt werden können. Um diese Materialschwächung zu vermeiden, wurde nun mit Hilfe einer vollfaktoriellen Versuchsplanung versucht, einen geeigneten Herstellungsprozess zu finden, bei dem die Porosität in den Proben minimiert wird.

# Kapitel 3

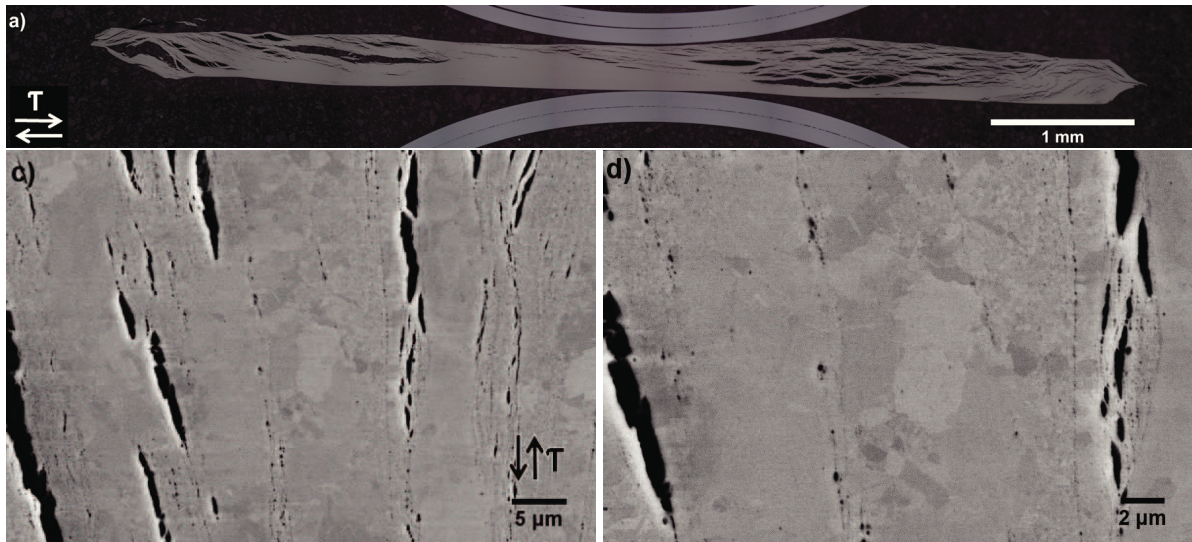
## Versuchsplanung und Versuchsdurchführung

Um ein oxidstabilisiertes Gefüge herzustellen, wird das Ausgangsmaterial in Pulverform benötigt. Um die in Kapitel 2 beschriebene Entstehung von Poren und Rissen bei der Herstellung zu vermeiden, muss ein möglichst günstiger Verfahrensweg zur Herstellung mittels Hochdrucktorsionsverfahren gefunden werden. Um diesen Optimierungsprozess planen zu können, wurde eine statistische Versuchsmethodik nach Pfeifer durchgeführt [23]. Diese dient der optimalen Versuchsplanung sowie zur Optimierung bestehender Prozesse und zur Beseitigung von Produktionsproblemen. Dabei können viele Faktoren gleichzeitig untersucht werden. Es wird zwischen wichtigen und unwichtigen Einflussgrößen unterschieden, welche sich während dem Versuch ergeben. Weiters können funktionale Zusammenhänge und Wechselwirkungen zwischen verschiedenen Faktoren aufgezeigt werden. Durch das Modell der statistischen Versuchsplanung können dann relevante Größen eingestellt sowie Prozesse robust gestaltet werden [23].

Ziel ist die Einstellung eines Gefüges ohne Poren und Risse, die während der Umformung oder der nachfolgenden Wärmebehandlung entstehen können. Dazu ist eine systematische Vorgehensweise notwendig, um potentielle Fehlerquellen beziehungsweise Prozesse, die für die Fehlerentstehung verantwortlich sind, heraus zu filtern. Ein linearer Zusammenhang zwischen den Einstellniveaus gilt als Voraussetzung für die Durchführung der Versuche [24].

### 3.1 Systemanalyse

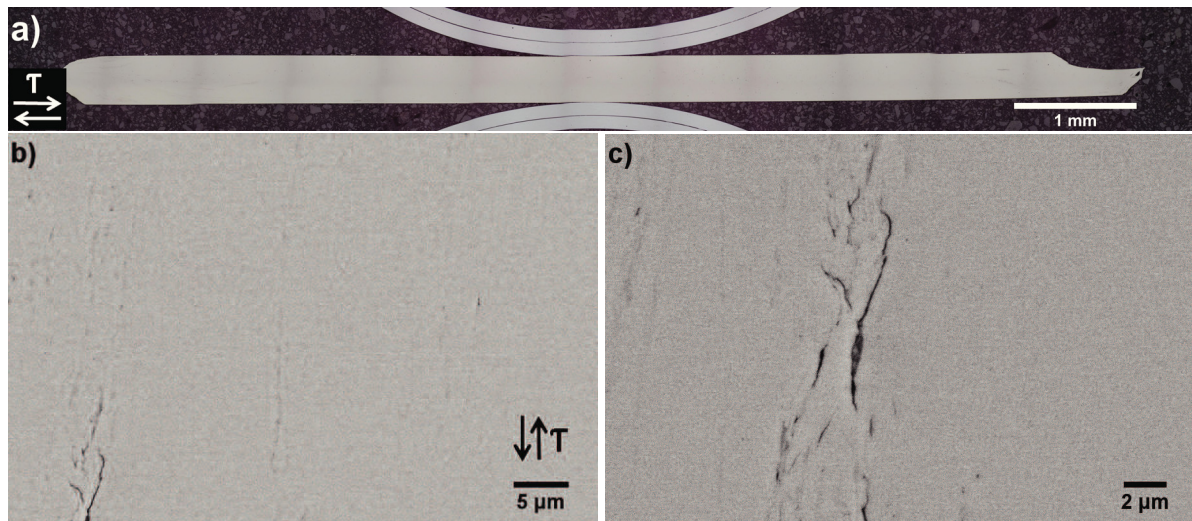
Um die Problemstellung beschreiben zu können, wurden Versuche an der HPT-Anlage ohne zusätzliche Prozessschritte durchgeführt. Durch diese Versuchsreihe wurden Nickelproben wie in Abbildung 3.1 hergestellt.



**Abbildung 3.1** a) Querschnitt einer Nickelprobe, die ohne Prozessoptimierung in der HPT-Anlage umgeformt und bei 600°C gegläht wurde. b) und c) stellen rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen derselben Probe am Radius  $r = 3$  mm bei unterschiedlichen Vergrößerungen dar.

Das Nickelpulver wurde direkt in der HPT-Anlage bei einem Druck von 7,76 GPa kompaktiert und bis in den Sättigungsbereich verformt. Anschließend wurde die Probe bei 600°C ( $0,50 T_m$ ) für 30 min unter Luftatmosphäre gegläht. Das Ergebnis ist in Abbildung 3.1 dargestellt. Mit den gleichen Parametern wurde Aluminiumpulver kompaktiert und hochverformt und bei einer homologen Temperatur von  $0,58 T_m$  (270°C), für 30 min gegläht. Um den Versuchsaufwand für die weitere Probenherstellung zu reduzieren, wird nur das Nickelpulver der genauen Systemanalyse unterzogen. Der Prozess, welcher im Nickelpulver die Poren- und Rissbildung vermeidet, sollte prinzipiell auch für jedes andere Pulver angewendet werden können. Zur Validierung dieses Qualitätsmanagementansatzes wurde das Aluminiumpulver sowie Nickelpulver mit zusätzlicher Oxidschicht gewählt.

Proben, welche nicht gegläht wurden, wiesen keine Risse auf und nur im Ausnahmefall, wie zum Beispiel bei der unsachgemäßen Handhabung nach der Verformung, entstehen Fehlstellen im Material. Gleiches gilt für die verformten und geglähten Aluminiumproben. Abbildung



**Abbildung 3.2** a) Querschnitt einer Nickelprobe, die ohne Prozessoptimierung in der HPT-Anlage umgeformt und nicht geglüht wurde. Es sind nur sehr wenige Fehlstellen erkennbar. b) und c) sind rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen derselben Probe am Radius  $r = 3$  mm bei unterschiedlichen Vergrößerungen.

3.2 zeigt eine Nickelprobe, die mit den gleichen Parametern wie oben beschrieben umgeformt wurde. Diese Probe wurde allerdings nicht geglüht und weist daher nur wenige kleine Risse in der Scherebene auf. Ziel ist es nun, mit Hilfe einer vollfaktoriellen Versuchsplanung einen optimalen Prozess zu finden, um Poren- und Rissentstehung auch bei einer nachfolgenden Glühbehandlung vollständig zu vermeiden.

## 3.2 Vollfaktorielle Versuchsplanung

Mit der Methode der vollfaktoriellen Versuchsplanung können direkte Einflüsse einzelner Haupteffekte sowie Wechselwirkungen zwischen unterschiedlichen Haupteffekten erkannt werden. Zunächst wird die Anzahl der Haupteffekte und die Anzahl der Einstellniveaus bestimmt [23]. Ein Haupteffekt stellt einen Prozessschritt dar, der sich auf die Änderung einer Probeeigenschaft auswirkt. Um einen Haupteffekt beurteilen zu können, müssen diese bei unterschiedlichen Einstellniveaus betrachtet werden. Die Anzahl der Einstellniveaus wurde mit zwei festgelegt. Das erste Einstellniveau entspricht dem Ausgangszustand, bei dem keine Änderungen vorgenommen wurden und das zweite Einstellniveau entspricht der Änderung der Einstellung. Als Beispiel kann hier die Umformtemperatur genannt werden. Einstellniveau 1 entspricht der Umformung bei Raumtemperatur, Einstellniveau 2 entspricht der Umformung

bei einer definierten höheren Temperatur. Alle anderen möglichen Einstellniveaus, wie zum Beispiel die Verformungsgeschwindigkeit bleiben konstant. Da nicht alle möglichen Prozessschritte einen signifikanten Einfluss auf die Probeneigenschaften haben, wurden diese nicht in die Berechnung mit einbezogen. Es wurden Prozessschritte als Haupteffekte definiert, die für eine Eigenschaftsänderung der Proben ausschlaggebend sind. Aus diesen Überlegungen ergibt sich ein Versuchsplan. Daraus kann eine Versuchsanzahl von  $x = 2^5 = 32$  Versuchen mit fünf Haupteffekten und zwei Einstellniveaus pro Haupteffekt abgeleitet werden.

### 3.2.1 Haupteffekte

Haupteffekte beruhen auf der Verstellung eines Einstellniveaus. Ein Einstellniveau ist ein verstellbarer Teil in der Prozesskette und beschreibt die mittlere Änderung der Zielgröße bei einem Wechsel der Einstellung eines Haupteffektes [23]. Im konkreten Fall wurden bei dieser Optimierungsaufgabe fünf Haupteffekte gewählt, die das Ergebnis maßgeblich beeinflussen können. Diese Haupteffekte sind:

- Pulvervorbereitung (A)
- Kompaktieren des Pulvers bei unterschiedlichem Druck (B)
- Kompaktieren den Pulvers bei unterschiedlichen Temperaturen (C)
- Umformen des Grünlings bei unterschiedlichen Temperaturen (D)
- Glühbehandlung des verformten Materials bei unterschiedlichem Druck (E)

Die Haupteffekte wurden auf eine Einheitsskala transformiert, was für die mathematischen Berechnungen hinter den Versuchsplänen zu Vereinfachungen führt. Für den Anwender entstehen dadurch keine Konsequenzen [23]. Die Transformationsskala reicht von -1 bis +1, wobei -1 dem unteren Einstellniveau (dem Ausgangszustand) und +1 dem oberen Einstellniveau (dem veränderten Zustand) zugeordnet wird. Das Ergebnis der genannten Überlegungen zeigt Tabelle 3.1. Die fünf Haupteffekte sind mit den zugehörigen Einstellniveaus dargestellt. Diese werden nun im Anschluss erklärt.

Nr.	Pulvervorbereitung A		Pulverkompaktieren B		Pulverkompaktieren C		HPT Umformung D		Glühen E	
	VG (+)	VG (-)	VK (+)	VK (-)	mit T (+)	bei RT (-)	mit T (+)	bei RT (-)	mit Druck (+)	ohne Druck (-)
1	x		x		x		x		x	
2	x		x		x		x			x
3	x		x		x			x	x	
4	x		x		x			x		x
5	x		x			x	x		x	
6	x		x			x	x			x
7	x		x			x		x	x	
8	x		x			x		x		x
9	x			x	x		x		x	
10	x			x	x		x			x
11	x			x	x			x	x	
12	x			x	x			x		x
13	x			x		x	x		x	
14	x			x		x	x			x
15	x			x		x		x	x	
16	x			x		x		x		x
17		x	x		x		x		x	
18		x	x		x		x			x
19		x	x		x			x	x	
20		x	x		x			x		x
21		x	x			x	x		x	
22		x	x			x	x			x
23		x	x			x		x	x	
24		x	x			x		x		x
25		x		x	x		x		x	
26		x		x	x		x			x
27		x		x	x			x	x	
28		x		x	x			x		x
29		x		x		x	x		x	
30		x		x		x	x			x
31		x		x		x		x	x	
32		x		x		x		x		x

**Tabelle 3.1** Darstellung der vollfaktoriellen Versuchsplanung für die 32 Versuche. VG steht für Vakuumglühen, VK steht für Vakuumkompaktieren, T bedeutet erhöhte Temperatur, RT bedeutet Raumtemperatur. (-) steht für das unveränderte Einstellniveau, (+) steht für das veränderte Einstellniveau.



## Haupteffekt A

Der Haupteffekt A beschreibt den Vorgang der Pulvervorbereitung und wird, wie in Tabelle 3.1 dargestellt, in zwei Einstellniveaus unterteilt. Die Abkürzung VG steht für Vakuumglühen. Bei Einstellniveau 1 (+) wird das Pulver im Anlieferungszustand bei einem Druck von  $1 \times 10^{-8}$  bar und einer homologen Temperatur von  $0,56 T_m$  für 30 min vakuumgeglüht. Dies entspricht bei Nickelpulver einer Temperatur von  $700^\circ\text{C}$ . Die Temperatur wurde mit  $0,56 T_m$  gewählt, da die spätere Ofenglühung beziehungsweise das Druckglühen in der HPT-Anlage bei maximal  $0,50 T_m$  durchgeführt wird. Damit wurde das Pulver bereits vor der Kompaktierung auf die maximale Prozesstemperatur erwärmt und Gasbildung sollte bis zu dieser Temperatur nicht mehr auftreten. Ein Vorteil des Vakuumofens stellt das Ausdampfen von möglichen Feuchtigkeitsanteilen im Pulver schon bei geringen Temperaturen dar. Verwendet wurden Vakuumöfen der Marke Leybold Heraeus PD1000 und ein XERION Hochvakuum-Rohröfen.

Beim Glühen im Vakuumofen wird sichergestellt, dass keine zusätzliche Oxidschicht entsteht. Damit ergeben sich für das vakuumgeglühte Pulver und das Ausgangspulver gleiche Sättigungskorngrößen und der Einfluss der Vakuumglühung kann ermittelt werden. Ein Nachteil des Vakuumglühens stellt allerdings das Zusammensintern des Nickelpulvers dar. Der Sinterkörper wurde anschließend mit Hilfe eines Stößels aufgebrochen. Dabei kann das Einbringen von Verunreinigungen nicht ausgeschlossen werden. Bei der Vakuumglühbehandlung von Aluminiumpulver kommt es zu keinem Sintervorgang. Auch das Vakuumglühen von Nickelpulver mit zusätzlicher Oxidschicht führt zu keinem Sintervorgang. Das Einstellniveau 2 (-) repräsentiert das Pulver im Anlieferungszustand, an dem keine Veränderungen vorgenommen wurden.

## Haupteffekt B

Der Haupteffekt B beschreibt den Vorgang der Pulverkompaktierung und wird ebenfalls in zwei Einstellniveaus unterteilt. VK in Tabelle 3.1 steht dabei für Vakuumkompaktieren. Bei Einstellniveau 1 (+) wird das Nickelpulver bei einem Druck von  $1 \cdot 10^{-6}$  bar und Raumtemperatur in der HPT-Anlage kompaktiert. Der erreichbare Restdruck ist durch die Gummidichtungen und den Aufbau der Vakuumkammer, wie in Abbildung 2.2b dargestellt, begrenzt. Das Einstellniveau 2 (-) stellt das Pulverkompaktieren in der HPT-Anlage unter Atmosphärendruck und Raumtemperatur dar. Durch das Kompaktieren im Vakuum sollen Gaseinschlüsse weitgehend vermieden werden.

## Haupteffekt C

Der Haupteffekt C beschreibt den Vorgang der Pulverkompaktierung bei unterschiedlichen Temperaturen und wird ebenfalls in zwei Einstellniveaus unterteilt. Einstellniveau 1 (+) wird damit realisiert, dass die induktive Heizspule, wie in Abbildung 2.2a dargestellt, außerhalb der HPT-Stempel angebracht wird. Das Pulver wird nun auf  $0,39 T_m$ , bei Nickelpulver  $400^\circ\text{C}$ , erhitzt und mit einem Druck von  $7,76 \text{ GPa}$  verpresst. Einstellniveau 2 (-) bedeutet kompaktieren bei Raumtemperatur. Durch das Kompaktieren bei erhöhter Temperatur sollten die Pulverteilchen besser verschweißen und Restporosität weitgehend vermieden werden.

## Haupteffekt D

Der Haupteffekt D beschreibt den Vorgang der Hochdrucktorsion des vorgefertigten Grünlings. Dieser Vorgang ist wiederum in zwei Einstellniveaus unterteilt. Einstellniveau 1 (+) bedeutet eine Umformtemperatur von  $0,39 T_m$ , Einstellniveau 2 (-) bedeutet Umformung bei Raumtemperatur. Der Druck beträgt in beiden Fällen  $7,76 \text{ GPa}$ . Die Verformung bei erhöhter Temperatur sollte ebenfalls zu einem besseren Verschweißen des Pulvers und einer geringen Restporosität führen.

## Haupteffekt E

Der Haupteffekt E beschreibt den Vorgang der Glühung der umgeformten Proben. Einstellniveau 1 (+) bedeutet, dass die Probe in der HPT-Anlage bei einem Druck von  $1 \text{ GPa}$  für  $30 \text{ min}$  bei  $0,50 T_m$  geglüht wird. Dazu wird wiederum die induktive Heizspule, wie in Abbildung 2.2a dargestellt, verwendet. Einstellniveau 2 (-) bedeutet, dass das Glühen im Ofen unter Atmosphärendruck bei  $0,50 T_m$  durchgeführt wird. Für Nickelproben bedeutet dies eine Temperatur von  $600^\circ\text{C}$ . Das Glühen unter hydrostatischem Druck sollte die Poren- und Gasbildung weitgehend unterdrücken.

### 3.2.2 Wechselwirkungseffekte

Neben der Auswertung der Haupteffekte können zur Ergebnisinterpretation auch Wechselwirkungseffekte bestimmt werden. Wechselwirkungseffekte beruhen auf der gleichzeitigen Verstellung mehrerer Faktoren. Es liegt eine Wechselwirkung vor, wenn bei bestimmten Kombinationen der Faktoreinstellungen ein Effekt beobachtet wird. Eine Wechselwirkung wird als das Maß der Beeinflussung der Zielgröße durch beide Faktoren definiert [23]. Die Vorzeichen der Wechselwirkungen ergeben sich durch Multiplikation der Vorzeichen der Haupteffekte, wie in den Tabellen 3.2 und 3.3 dargestellt. Es können zwei oder mehr Faktoren miteinander multipliziert werden um einen Wechselwirkungseffekt zu beschreiben.

Es ist sinnvoll, mehrere Wechselwirkungsparameter aufzustellen, alle anderen Parameter bleiben währenddessen auf dem Einstellniveau (-) erhalten. Der Wechselwirkungsparameter AB würde zum Beispiel der Probe 8 entsprechen. Die Wechselwirkungsfaktoren und die damit zu vergleichenden Probennummern sind in den Tabellen 3.2 und 3.3 angegeben. Mit den Ergebnissen kann dann ein Ranking der Proben aufgestellt werden, welches durch die Wechselwirkungsparameter entsteht.

Um nun das Pulver im Vakuum und bei erhöhter Temperatur gleichzeitig zu kompaktieren, kann die HPT-Anlage in der momentanen Form nicht mehr verwendet werden. Daher wurde eine Zugumkehr, wie in Abbildung 3.3a dargestellt, konstruiert, um das Pulver an einer Zwick Universalzugprüfmaschine zu kompaktieren. Abbildung 3.3b zeigt die beiden Matrizenhälften, in die das zu kompaktierende Pulver gefüllt wird. In Abbildung 3.3c ist die befestigte Vakuumkammer und in Abbildung 3.3d die Ofenheizung zu sehen, die rund um die Vakuumkammer angebracht wird.

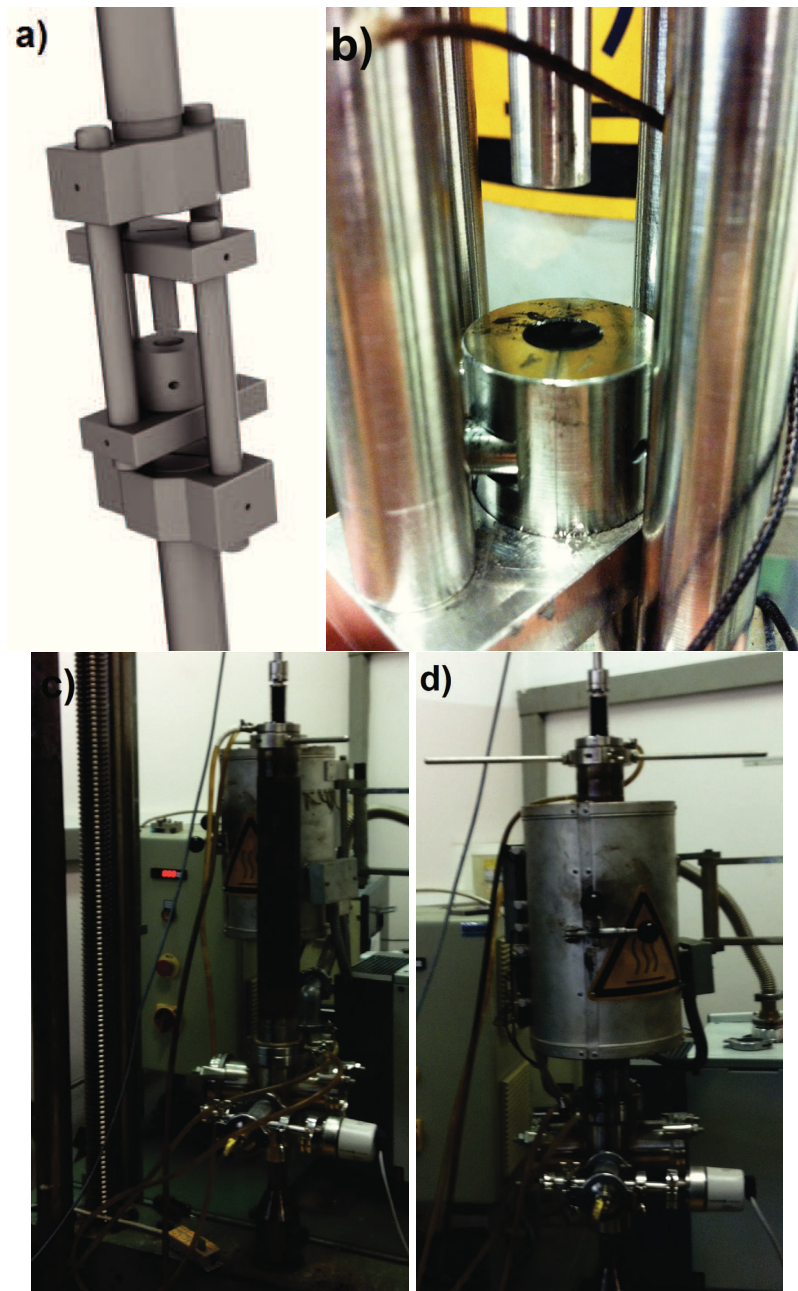
Bei der Universalzugprüfmaschine kann das Pulver im Vakuum unter einem Druck von  $1 \cdot 10^{-8}$  bar kompaktiert werden. Der Druck zum Kompaktieren der Proben beträgt bei  $400^{\circ}\text{C}$  179 MPa. Der Pressdruck war durch die Fließgrenze des Hochtemperaturwerkstoffes Böhler T200 EXTRA begrenzt. Im Vergleich dazu wird das Pulver in der HPT-Anlage bei  $400^{\circ}\text{C}$  mit einem 43-fach höheren Druck kompaktiert. Die Pulver können somit zu einem Zylinder mit einem Durchmesser von 8 mm verpresst werden. Nach dem Verpressen wurden die Proben aus dem Zylinder mit einer Dicke von 0,8 mm mit Hilfe einer Probentrennmaschine des Typs Struers Secotom-10 gefertigt.

Nr.	A	B	C	D	E	A·B	A·C	A·D	A·E	B·C	B·D	B·E	C·D	C·E	D·E	A·B·C	A·B·D	A·B·E	A·C·D	A·C·E
1	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
2	+	+	+	+	-	+	+	+	-	+	+	-	+	-	-	+	+	-	+	-
3	+	+	+	-	+	+	+	-	+	+	-	+	-	+	-	+	-	+	-	+
4	+	+	+	-	-	+	+	-	-	+	-	-	-	-	+	+	-	-	-	-
5	+	+	-	+	+	+	-	+	+	-	+	+	-	-	+	-	+	+	-	-
6	+	+	-	+	-	+	-	+	-	-	+	-	-	+	-	-	+	-	-	+
7	+	+	-	-	+	+	-	-	+	-	-	+	+	-	-	-	-	+	+	-
8	+	+	-	-	-	+	-	-	-	-	-	-	+	+	+	-	-	-	+	+
9	+	-	+	+	+	-	+	+	+	-	-	-	+	+	+	-	-	-	+	+
10	+	-	+	+	-	-	+	+	-	-	-	+	+	-	-	-	-	+	+	-
11	+	-	+	-	+	-	+	-	+	-	+	-	-	+	-	-	+	-	-	+
12	+	-	+	-	-	-	+	-	-	-	+	+	-	-	+	-	+	+	-	-
13	+	-	-	+	+	-	-	+	+	+	-	-	-	-	+	+	-	-	-	-
14	+	-	-	+	-	-	-	+	-	+	-	+	-	+	-	+	-	+	-	+
15	+	-	-	-	+	-	-	-	+	+	+	-	+	-	-	+	+	-	+	-
16	+	-	-	-	-	-	-	-	-	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
17	-	+	+	+	+	-	-	-	-	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-	-
18	-	+	+	+	-	-	-	-	+	+	+	-	+	-	-	-	-	+	-	+
19	-	+	+	-	+	-	-	+	-	+	-	+	-	+	-	-	+	-	+	-
20	-	+	+	-	-	-	-	+	+	+	-	-	-	-	+	-	+	+	+	+
21	-	+	-	+	+	-	+	-	-	-	+	+	-	-	+	+	-	-	+	+
22	-	+	-	+	-	-	+	-	+	-	+	-	-	+	-	+	-	+	+	-
23	-	+	-	-	+	-	+	+	-	-	-	+	+	-	-	+	+	-	-	+
24	-	+	-	-	-	-	+	+	+	-	-	-	+	+	+	+	+	+	-	-
25	-	-	+	+	+	+	-	-	-	-	-	-	+	+	+	+	+	+	-	-
26	-	-	+	+	-	+	-	-	+	-	-	+	+	-	-	+	+	-	-	+
27	-	-	+	-	+	+	-	+	-	-	+	-	-	+	-	+	-	+	+	-
28	-	-	+	-	-	+	-	+	+	-	+	+	-	-	+	+	-	-	+	+
29	-	-	-	+	+	+	+	-	-	+	-	-	-	-	+	-	+	+	+	+
30	-	-	-	+	-	+	+	-	+	+	-	+	-	+	-	-	+	-	+	-
31	-	-	-	-	+	+	+	+	-	+	+	-	+	-	-	-	-	+	-	+
32	-	-	-	-	-	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-	-

**Tabelle 3.2** Teil 1 der Berechnung der Wechselwirkungen und Zuordnung zu den einzelnen Proben. Vertikal sind die einzelnen Versuchsnummern aufgetragen. Durch die Multiplikation der Werte der Einstellniveaus ergibt sich das Einstellniveau der Wechselwirkung. (-) bedeutet Einstellniveau des Ausgangszustandes, (+) bedeutet Einstellniveau mit geänderten Einstellparametern wie Druck oder Temperatur.

Nr.	A	B	C	D	E	A·D·E	B·C·D	B·C·E	B·D·E	C·D·E	A·B·C·D	A·B·C·E	A·B·D·E	A·C·D·E	B·C·D·E	A·B·C·D·E
1	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
2	+	+	+	+	-	-	+	-	-	-	+	-	-	-	-	-
3	+	+	+	-	+	-	-	+	-	-	-	+	-	-	-	-
4	+	+	+	-	-	+	-	-	+	+	-	-	+	+	+	+
5	+	+	-	+	+	+	-	-	+	-	-	-	+	-	-	-
6	+	+	-	+	-	-	-	+	-	+	-	+	-	+	+	+
7	+	+	-	-	+	-	+	-	-	+	+	-	-	+	+	+
8	+	+	-	-	-	+	+	+	+	-	+	+	+	-	-	-
9	+	-	+	+	+	+	-	-	-	+	-	-	-	+	-	-
10	+	-	+	+	-	-	-	+	+	-	-	+	+	-	+	+
11	+	-	+	-	+	-	+	-	+	-	+	-	+	-	+	+
12	+	-	+	-	-	+	+	+	-	+	+	+	-	+	-	-
13	+	-	-	+	+	+	+	+	-	-	+	+	-	-	+	+
14	+	-	-	+	-	-	+	-	+	+	+	-	+	+	-	-
15	+	-	-	-	+	-	-	+	+	+	-	+	+	+	-	-
16	+	-	-	-	-	+	-	-	-	-	-	-	-	-	+	+
17	-	+	+	+	+	-	+	+	+	+	-	-	-	-	+	-
18	-	+	+	+	-	+	+	-	-	-	-	+	+	+	-	+
19	-	+	+	-	+	+	-	+	-	-	+	-	+	+	-	+
20	-	+	+	-	-	-	-	-	+	+	+	+	-	-	+	-
21	-	+	-	+	+	-	-	-	+	-	+	+	-	+	-	+
22	-	+	-	+	-	+	-	+	-	+	+	-	+	-	+	-
23	-	+	-	-	+	+	+	-	-	+	-	+	+	-	+	-
24	-	+	-	-	-	-	+	+	+	-	-	-	-	+	-	+
25	-	-	+	+	+	-	-	-	-	+	+	+	+	-	-	+
26	-	-	+	+	-	+	-	+	+	-	+	-	-	+	+	-
27	-	-	+	-	+	+	+	-	+	-	-	+	-	+	+	-
28	-	-	+	-	-	-	+	+	-	+	-	-	+	-	-	+
29	-	-	-	+	+	-	+	+	-	-	-	-	+	+	+	-
30	-	-	-	+	-	+	+	-	+	+	-	+	-	-	-	+
31	-	-	-	-	+	+	-	+	+	+	+	-	-	-	-	+
32	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	+	+	+	+	+	-

**Tabelle 3.3** Teil 2 der Berechnung der Wechselwirkungen und Zuordnung zu den einzelnen Proben. Vertikal sind die einzelnen Versuchsnummern aufgetragen. Durch die Multiplikation der Werte der Einstellniveaus ergibt sich das Einstellniveau der Wechselwirkung. (-) bedeutet Einstellniveau des Ausgangszustandes, (+) bedeutet Einstellniveau mit geänderten Einstellparametern wie Druck oder Temperatur.



**Abbildung 3.3** a) Konstruktionszeichnung der Zugumkehr zur Pulverkompaktierung. b) Einfüllen des Metallpulvers in die Matrize und Stempel zur Kompaktierung. c) Über die Zugumkehr gestülpte Vakuumkammer und d) der Aufbau mit Ofenheizung.

### 3.3 Versuchsdurchführung

Die Versuche wurden nun, wie im Versuchsplan laut Tabelle 3.1, mit Nickelpulver durchgeführt. Eine zufallsgesteuerte Durchführung war hier nicht möglich, da der Aufbau der Vakuumkammer bzw. der Aufbau der induktiven Heizung einige Stunden Rüstzeit in Anspruch nimmt. Damit können tagesabhängige Störgrößen nicht herausgemittelt werden. Als Beispiel für die Versuchsdurchführung wird die Probe mit der Probennummer 1, laut Tabelle 3.1, herangezogen. Die Einstellniveaus der Haupteffekte sind dabei auf (+) eingestellt, was bedeutet, dass das Pulver zuerst im Vakuum geglüht wurde. Darauf folgend wurde das Pulver im Vakuum bei  $0,39 T_m$  kompaktiert und bei  $0,39 T_m$  in der HPT-Anlage verformt. Abschließend wurde der verformte Festkörper, wie Hauptfaktor E darstellt, unter hydrostatischem Druck geglüht. Die Einstellungen der Drücke sowie Temperaturen können dabei aus den Unterpunkten der Hauptfaktoren aus Kapitel 3.2.1 abgelesen werden. Nach der Versuchsdurchführung wurde mit Hilfe eines Lichtmikroskopes des Typs Olympus BX51, der Kamera Olympus DP26 und der Bildanalysesoftware Olympus Stream Motion 1.9 der prozentuale Flächenanteil der Porositäten sowie die Anzahl der Poren und die Porengröße über den Radius der einzelnen Proben gemessen. Durch die unterschiedlichen Intensitätswerte der Poren und Risse kann die Software diese vom Matrixmaterial unterscheiden. Die Schwierigkeit bei der Auswertung stellen die unterschiedlichen Graustufen der Poren dar. Hier war es nicht einfach, die Poren von anderen Bildartefakten auf der Probe zu unterscheiden, vor allem dann, wenn die Poren sehr klein waren. Deshalb wurde als Bedingung angegeben, dass nur Poren zwischen  $1 \mu\text{m}$  und  $1000 \mu\text{m}$  erkannt werden sollen. Bei den möglichen Vergrößerungen im Lichtmikroskop ist dies auch sinnvoll. Kleine Poren können des Weiteren im Rasterelektronenmikroskop untersucht werden. Lichtmikroskopische sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen aller Proben sind im Anhang, ab Abbildung 6.1 bis Abbildung 6.32, dargestellt. Um die Messungen auf die Probengeometrie zu verteilen wurden vier ROI's (engl. regions of interest) ausgewählt. Eine Probenhälfte wurde so aufgeteilt, dass von Radius  $R = 0 \text{ mm}$  bis zum Radius  $R = 3 \text{ mm}$  eine Auswertung möglich wurde.  $R = 0$  entspricht dabei einem Messbereich von  $r = -0,5 \text{ mm}$  bis  $r = 0,5 \text{ mm}$ ,  $R = 1$  entspricht einem Messbereich von  $r = 0,5 \text{ mm}$  bis  $r = 1,5 \text{ mm}$ ,  $R = 2$  entspricht einem Messbereich von  $r = 1,5 \text{ mm}$  bis  $r = 2,5 \text{ mm}$  und  $R = 3$  entspricht einem Messbereich von  $r = 2,5 \text{ mm}$  bis  $r = 3,5 \text{ mm}$ . In den ROI's wurden Scherverformungen  $\epsilon$  von 0 bei  $R = 0$ , 136 bei  $R = 1$ , 272 bei  $R = 2$ , 408 bei  $R = 3$  und 544 bei  $R = 4$  aufgebracht. Nach dem Eingeben der ROI's wurde der Intensitätswertebereich der Poren manuell eingestellt und Schwellwerte definiert. Diese wurden aufgrund unterschiedlicher Helligkeiten für jede Probe einzeln abgestimmt. Die Porengrößen wurden mit der Einstellung maximaler Feret

berechnet. Die Software ermittelt dabei den maximalen Abstand zweier angelegter Tangenten an gegenüberliegenden Seiten an einer Pore. Dieser Abstand dient als Kreisdurchmesser zur Berechnung der projizierten Porenfläche. Die Porosität wird dann von der Software als prozentualer Flächenanteil der Poren in der gewählten ROI ermittelt.

Die Wahl der Einstellungen sowie die Auswahl der ROI's ist sinnvoll, da dadurch eine Abschätzung der Versuchsstreuung über den Radius der Probe möglich wird. Eine weitere Möglichkeit wäre die Herstellung einer größeren Probenanzahl, dies würde allerdings zu einem erheblichen zeitlichen Mehraufwand führen.

Ziel der Datenerfassung ist das Herausfinden jener Herstellvariante, bei der es weder zur Rissbildung noch zur Porenentstehung kommt, da die drei Faktoren Porosität, Porenanzahl und Porengröße das mechanische Verhalten der Proben beeinflussen. Die Porosität, die Porenanzahl sowie die maximale Porengröße werden somit als Faktoren zur Berechnung mit einbezogen. Durch Multiplikation dieser drei Faktoren ergibt sich ein Qualitätsfaktor. Als Ergebnis kann dann eine Reihung der Proben nach geringstem Qualitätsfaktor vorgenommen werden.

In Tabelle 3.4 sind die Ergebnisse der Porositäten für alle 32 Proben dargestellt.  $\bar{y}_{PO}$  stellt den Mittelwert der Porosität dar.  $\bar{y}$  stellt das gesamte Materialvolumen, errechnet aus dem Mittelwert der vier Messungen aus den vier ROI's auf der Probe dar. Der Mittelwert errechnet sich, wie in Gleichung (7) angegeben, wie folgt:

$$\bar{y} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n y_i \quad (7)$$

$n$  steht dabei für die Anzahl der ROI's und  $y_i$  beschreibt die Werte aus den Messungen.  $n = 4$ , da vier ROI's gewählt wurden. Die selbe Vorgehensweise wird, wie in Tabelle 3.5 und 3.6 dargestellt, für die Porenanzahl und für die maximalen Porengrößen angewendet.  $\bar{y}_{PA}$  beschreibt dabei den Mittelwert aus den vier Messungen der Porenanzahl und  $\bar{y}_{PG}$  beschreibt den Mittelwert der maximalen Porengrößen über die ROI's.



Nr.	A	B	C	D	E	$\bar{y}_{PO}$ : Poren-V. zu Material-V. [%]	$\bar{y}$ : Material-V. zu Poren-V. [%]	R = 0 [%]	R = 1 [%]	R = 2 [%]	R = 3 [%]
1	+	+	+	+	+	0,02	99,98	100,00	99,97	99,97	99,97
2	+	+	+	+	-	0,02	99,98	99,97	99,99	99,99	99,97
3	+	+	+	-	+	3,47	96,53	97,00	96,48	96,44	96,22
4	+	+	+	-	-	9,27	90,73	85,79	92,18	92,56	92,39
5	+	+	-	+	+	0,16	99,84	99,93	99,64	99,84	99,94
6	+	+	-	+	-	0,03	99,97	99,99	99,98	99,97	99,96
7	+	+	-	-	+	0,03	99,97	99,96	100,00	99,98	99,94
8	+	+	-	-	-	0,72	99,28	99,76	98,71	98,86	99,78
9	+	-	+	+	+	0,06	99,94	99,97	99,87	99,96	99,95
10	+	-	+	+	-	0,05	99,95	99,96	99,95	99,96	99,94
11	+	-	+	-	+	0,07	99,93	99,93	99,99	99,95	99,84
12	+	-	+	-	-	0,04	99,96	99,97	99,97	99,91	99,99
13	+	-	-	+	+	0,01	99,99	99,99	99,99	99,99	100,00
14	+	-	-	+	-	0,39	99,61	99,20	99,53	99,73	99,97
15	+	-	-	-	+	0,48	99,52	99,97	99,94	99,85	98,34
16	+	-	-	-	-	0,55	99,45	99,95	99,81	99,27	98,79
17	-	+	+	+	+	0,01	99,99	100	99,99	99,99	99,98
18	-	+	+	+	-	0,61	99,39	97,61	99,98	99,99	99,99
19	-	+	+	-	+	0,12	99,88	99,98	99,95	99,87	99,74
20	-	+	+	-	-	1,45	98,55	98,95	98,63	99,29	97,34
21	-	+	-	+	+	0,16	99,84	99,99	99,99	99,85	99,52
22	-	+	-	+	-	0,13	99,87	100,00	99,99	99,96	99,52
23	-	+	-	-	+	0,08	99,92	99,79	99,94	99,98	99,99
24	-	+	-	-	-	1,15	98,85	99,44	99,71	99,54	96,73
25	-	-	+	+	+	0,19	99,81	99,36	99,89	100	99,99
26	-	-	+	+	-	0,34	99,66	99,75	99,70	99,65	99,55
27	-	-	+	-	+	0,06	99,94	99,98	99,99	99,8	99,98
28	-	-	+	-	-	4,08	95,92	90,73	96,58	96,84	99,52
29	-	-	-	+	+	0,07	99,93	99,83	99,96	99,97	99,96
30	-	-	-	+	-	0,26	99,74	99,59	99,92	99,91	99,54
31	-	-	-	-	+	0,12	99,88	99,99	100,00	99,95	99,60
32	-	-	-	-	-	22,14	77,86	95,59	83,36	58,34	74,15

**Tabelle 3.4** Auswertung der ROI's bezogen auf die Porositäten in den Nickelproben. Poren-V. steht für Porenvolumen und Material-V. steht für Materialvolumen.

Nr.	A	B	C	D	E	Gesamtporenzahl [-]	$\bar{y}_{PA}$ : Porenanzahl [-]	R = 0 [-]	R = 1 [-]	R = 2 [-]	R = 3 [-]
1	+	+	+	+	+	117	29,25	10	27	45	35
2	+	+	+	+	-	141	35,25	61	20	12	48
3	+	+	+	-	+	5685	1421,25	1503	1386	1589	1207
4	+	+	+	-	-	2845	711,25	646	693	873	633
5	+	+	-	+	+	120	30,00	21	39	34	26
6	+	+	-	+	-	82	20,50	12	19	17	34
7	+	+	-	-	+	54	13,50	13	1	12	28
8	+	+	-	-	-	523	130,75	82	228	119	94
9	+	-	+	+	+	223	55,75	40	44	52	87
10	+	-	+	+	-	294	73,50	73	85	91	45
11	+	-	+	-	+	112	28,00	52	11	29	20
12	+	-	+	-	-	125	31,25	45	36	35	9
13	+	-	-	+	+	18	4,50	5	6	6	1
14	+	-	-	+	-	700	175,00	367	300	23	10
15	+	-	-	-	+	436	109,00	33	55	58	290
16	+	-	-	-	-	1818	454,50	120	313	1020	365
17	-	+	+	+	+	44	11	3	16	9	16
18	-	+	+	+	-	2568	642	2478	38	23	29
19	-	+	+	-	+	341	85,25	41	58	85	157
20	-	+	+	-	-	1527	381,75	200	181	213	933
21	-	+	-	+	+	355	88,75	11	10	99	235
22	-	+	-	+	-	152	38,00	1	2	28	121
23	-	+	-	-	+	340	85,00	219	103	9	9
24	-	+	-	-	-	2720	680,00	1356	581	182	601
25	-	-	+	+	+	71	17,75	40	17	7	7
26	-	-	+	+	-	2819	704,75	461	834	749	775
27	-	-	+	-	+	64	16,00	25	12	15	12
28	-	-	+	-	-	16581	4145,25	9457	4867	1825	432
29	-	-	-	+	+	98	24,50	12	20	45	21
30	-	-	-	+	-	1098	274,50	352	113	184	449
31	-	-	-	-	+	241	60,25	6	3	12	220
32	-	-	-	-	-	4920	1230,00	335	853	2028	1704

**Tabelle 3.5** Auswertung der ROI's bezogen auf die Porenanzahl in den Nickelproben.

Nr.	A	B	C	D	E	maximale Porengröße [ $\mu\text{m}$ ]	$\bar{y}_{\text{PG}}$ : Porengröße [ $\mu\text{m}$ ]	R = 0 [ $\mu\text{m}$ ]	R = 1 [ $\mu\text{m}$ ]	R = 2 [ $\mu\text{m}$ ]	R = 3 [ $\mu\text{m}$ ]
1	+	+	+	+	+	7,18	6,11	7,18	7,18	5,59	4,47
2	+	+	+	+	-	8,46	5,02	8,46	3,93	2,98	4,69
3	+	+	+	-	+	198,65	174,40	198,65	198,65	105,44	194,84
4	+	+	+	-	-	931,72	465,44	931,72	381,22	287,87	260,93
5	+	+	-	+	+	56,85	37,38	56,85	56,85	23,3	12,5
6	+	+	-	+	-	13,80	11,13	13,80	8,28	13,80	8,65
7	+	+	-	-	+	43,54	24,79	43,54	3,39	8,68	43,54
8	+	+	-	-	-	244,89	157,19	244,89	244,89	88,53	50,44
9	+	-	+	+	+	39,8	23,69	39,8	39,8	8,82	6,33
10	+	-	+	+	-	17,40	12,01	17,40	7,02	6,22	17,40
11	+	-	+	-	+	40,69	27,25	40,69	6,05	21,58	40,69
12	+	-	+	-	-	55,15	33,94	55,15	17,12	55,15	8,34
13	+	-	-	+	+	15,21	7,82	15,21	8,28	6,33	1,45
14	+	-	-	+	-	317,65	111,43	317,65	74,48	41,88	11,69
15	+	-	-	-	+	636,45	355,85	636,45	50,36	100,14	636,45
16	+	-	-	-	-	186,24	137,31	186,24	70,22	106,53	186,24
17	-	+	+	+	+	9,14	7,35	9,14	5,99	5,14	9,14
18	-	+	+	+	-	105,27	28,23	105,27	2,43	2,98	2,22
19	-	+	+	-	+	56,08	48,30	56,08	56,08	45,13	35,92
20	-	+	+	-	-	225,05	175,09	225,05	225,05	92,77	157,47
21	-	+	-	+	+	76,10	50,50	76,10	5,67	44,12	76,10
22	-	+	-	+	-	132,60	72,95	132,60	7,28	19,31	132,60
23	-	+	-	-	+	54,09	21,54	54,09	15,43	9,11	7,51
24	-	+	-	-	-	156,06	105,17	156,06	29,45	79,1	156,06
25	-	-	+	+	+	72,58	31,90	72,58	48,39	3,11	3,51
26	-	-	+	+	-	34,86	13,90	34,86	9,30	5,59	5,83
27	-	-	+	-	+	41,39	25,48	41,39	7,08	41,39	12,06
28	-	-	+	-	-	314,37	175,69	314,37	110,54	211,12	66,73
29	-	-	-	+	+	37,16	18,02	37,16	14,14	8,38	12,41
30	-	-	-	+	-	34,97	24,27	34,97	19,53	7,62	34,97
31	-	-	-	-	+	9,74	7,34	9,74	1,94	7,95	9,74
32	-	-	-	-	-	1000	750,34	1000	512,61	1000	488,76

**Tabelle 3.6** Auswertung der ROI's bezogen auf die maximale Porengröße in den Nickelproben.

### 3.4 Versuchsauswertung

Um nun den Einfluss der Haupteffekte auf die Porosität, die Porengröße und die Porenanzahl zu bestimmen, wird der Kontrast C berechnet.

$$C = \sum_{i=1}^m \bar{y}_{i+} - \sum_{i=1}^m \bar{y}_{i-} \quad (8)$$

Der Kontrast C stellt die Summe der Mittelwerte  $\bar{y}_i$  aller positiven Einstellniveaus (+) subtrahiert mit der Summe der Mittelwerte  $\bar{y}_i$  aller negativen Einstellniveaus (-) dar [23]. m stellt die Anzahl der positiven beziehungsweise negativen Einstellniveaus dar. Bei 32 Versuchen entspricht dies  $m = 16$  positiven und 16 negativen Einstellniveaus. Für den Haupteffekt A ergibt sich beispielsweise der Kontrast C durch aufsummieren der Mittelwerte der Proben 1 bis 16 mit positiven Einstellniveaus minus der aufsummierten Mittelwerte der negativen Einstellniveaus von Probe 17 bis 32.

Die Ergebnisse für die Auswertung der Porositäten sind in Tabelle 3.7 dargestellt. Die Buchstaben stehen dabei für die fünf unterschiedlichen Haupteffekte. A steht für die Pulvervorbereitung, B steht für Pulverkompaktieren bei unterschiedlichem Atmosphärendruck, C steht für Pulverkompaktieren bei unterschiedlicher Temperatur, D für Verformung bei unterschiedlicher Temperatur und E für eine Glühbehandlung bei unterschiedlichem Druck.

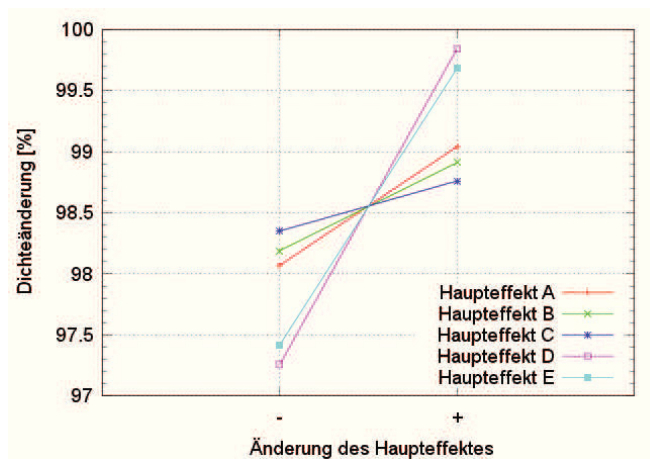
Zur Interpretation der Ergebnisse wird der lineare Effekt e herangezogen. Dieser wird, wie in Gleichung (9) dargestellt, als Quotient aus dem Kontrast C und der Summe aller positiven Einstellniveaus ( $m = 16$ ) berechnet. Dabei ist zu beachten, dass dieser Wert positiv sein soll, was anschaulich erklärt eine Dichtesteigerung beziehungsweise eine Porositätssenkung bedeutet.

$$e = \frac{C}{m} \quad (9)$$

Aus diesem Ergebnis kann für jeden Haupteffekt eine Verbesserung beziehungsweise die Verschlechterung der Porosität, der Porenanzahl sowie der maximalen Porengröße bewertet werden. Es ist zu beachten, dass diese Zahlenwerte nur für die Verringerung oder Zunahme der Werte für das Modellmaterial Nickelpulver gelten. Ein positiver linearer Effekt bei den Auswertungen Porenanzahl und maximaler Porengröße bedeutet, dass die Porenanzahl beziehungsweise die maximale Porengröße im Mittel steigen werden, da als Berechnungsgrundlage die Anzahl der Poren beziehungsweise die Porengröße verwendet wurden.

	A	B	C	D	E
$\sum$ aller $\bar{y}$ +	1584,64	1582,59	1580,15	1597,49	1594,90
$\sum$ aller $\bar{y}$ -	1569,05	1571,10	1573,54	1556,20	1558,79
Kontrast C	15,59	11,49	6,61	41,29	36,12
linearer Effekt e	0,97 %	0,72 %	0,41 %	2,58 %	2,26 %

**Tabelle 3.7** Ergebnistabelle der Haupteffekte bezogen auf die Dichteänderung in den Nickelproben.



**Abbildung 3.4** Haupteffektdiagramm zur Darstellung der Dichteänderung der Nickelproben.

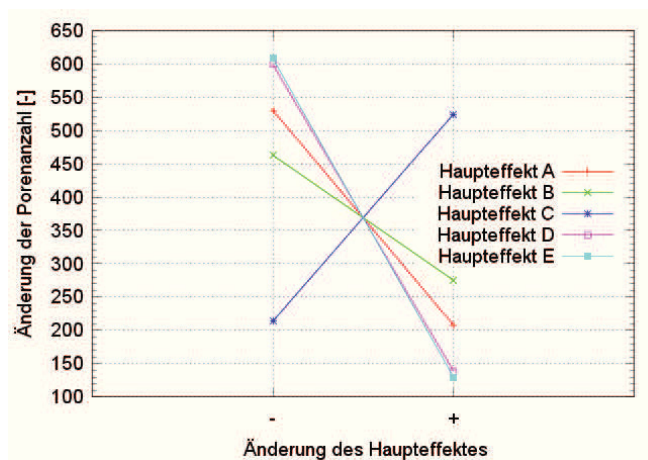
Der linearer Effekt e sagt für den Hauptfaktor A aus, dass eine Pulvervorbereitung in Form einer Vakuumglühung mit oben genannten Einstellungen, im Mittel zu einer Porositätssenkung beziehungsweise zu einer Dichtesteigerung von 0,97 % führt. Das Ändern des Einstellniveaus von Haupteffekt B führt zu einer theoretischen Dichtesteigerung von 0,72 %. Die Änderung des Einstellniveaus bei Haupteffekt C führt zu einer Dichtesteigerung von 0,41 %, bei Haupteffekt D führt dies zu einer Dichtesteigerung von 2,58 % und die Änderung des Einstellniveaus des Haupteffektes E führt zu einer theoretischen Dichtesteigerung von 2,26 %.

Die Ergebnisse sind, wie in Abbildung 3.4 zu sehen, in einem Haupteffektdiagramm dargestellt. Das Diagramm zeigt die mögliche Dichtesteigerung bei Änderung des Haupteffektes vom negativen auf das positive Einstellniveau. Das Pulver wurde beim negativen Einstellniveau (-) nicht vakuumgeglüht, beim positiven Einstellniveau (+) wurde das Ausgangspulver vakuumgeglüht. Die Haupteffekte D und E weisen die größte Steigung auf. Dies bedeutet, dass die Dichteänderung durch diese Haupteffekte am besten beeinflusst werden kann. Würde eine negative Steigung vorhanden sein, so hieße dies, dass durch das positive Einstellniveau eines Haupteffektes (+) die Porosität steigen würde. Der Schnittpunkt der Geraden stellt den

Mittelwert aller Proben dar und beträgt 98,55 %.

	A	B	C	D	E
$\sum$ aller $\bar{y}$ +	3323,25	4403,50	8389,25	2225,00	2079,75
$\sum$ aller $\bar{y}$ -	8484,75	7404,50	3418,75	9583,00	9728,25
Kontrast C	-5161,50	-3001,00	4970,50	-7358,00	-7648,50
linearer Effekt e	-322,59	-187,56	310,66	-459,88	-478,03

**Tabelle 3.8** Ergebnistabelle der Haupteffekte bezogen auf die Porenanzahl in den Nickelproben.



**Abbildung 3.5** Haupteffektdiagramm zur Darstellung der Änderung der Porenanzahl der Nickelproben.

Die selbe Vorgehensweise kann für die Auswertung der Porenanzahl und der maximalen Porengröße herangezogen werden. Dabei ergeben sich Werte, wie in den Tabellen 3.8 und 3.9 dargestellt sind. In Tabelle 3.8 werden die Ergebnisse zu den Änderungen der Einstellniveaus der unterschiedlichen Haupteffekte, bezogen auf die Porengröße, dargestellt. Die Änderung des Einstellniveaus bei Haupteffekt A führt zu einer theoretischen Verringerung der Porenanzahl um 322,59 und bei Haupteffekt B zu einer Verringerung um 187,56. Die Änderung der Einstellniveaus bei Haupteffekt C führt zu einer Vergrößerung der Porenanzahl um 310,66. Dies kann auf den geringen Druck beim Kompaktieren mit Hilfe der Kompaktierhilfe, wie in Abbildung 3.3a dargestellt, zurückgeführt werden. Die Änderung der Umformtemperatur von Raumtemperatur auf 400°C führt bei Haupteffekt D zu einer Verringerung der Porenanzahl um 459,88 und die Änderung bei Haupteffekt E zu einer Verringerung der Porenanzahl um 478,03.

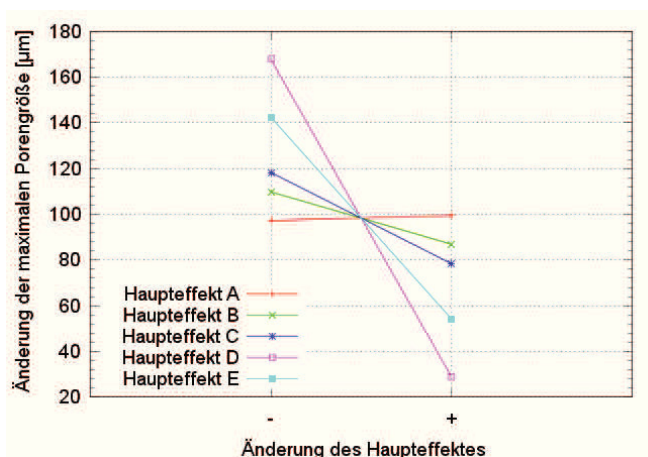
In Abbildung 3.5 sind die Ergebnisse aus Tabelle 3.8 grafisch dargestellt. Eine negative Stei-

gung bedeutet in diesem Fall eine Verringerung der Porenanzahl und eine positive Steigung bedeutet einen Zuwachs an Poren. Der Schnittpunkt der Geraden stellt den Mittelwert der Porenanzahl aus den 32 Proben dar. Dieser beträgt 369 Poren im Schnitt je Probe.

Tabelle 3.9 zeigt die Ergebnisse für die Auswertung der maximalen Porengröße. Durch Änderung der Einstellniveaus bei Haupteffekt A wird die maximale Porengröße im Durchschnitt um  $2,17 \mu\text{m}$  erhöht, durch Änderung der Einstellniveaus bei Haupteffekt B um  $22,86 \mu\text{m}$  verringert. Die Änderung der Einstellniveaus führt bei den Haupteffekten C, D und E zu einer Verringerung der Porengröße um  $39,95 \mu\text{m}$ ,  $138,96 \mu\text{m}$  und  $88,21 \mu\text{m}$ . In Abbildung 3.6 ist, äquivalent zu Abbildung 3.5, das Haupteffektdiagramm bezogen auf die Änderung der Porengröße dargestellt. Haupteffekt A zeigt, dass durch die Änderung des Einstellniveaus von (-) auf (+) die Porenanzahl steigt. Dies kann auf das Zusammensintern des Pulvers durch die Glühbehandlung zurückgeführt werden. Bei allen anderen Haupteffekten sinkt die Porenanzahl, was dem erwünschten Effekt entspricht.

	A	B	C	D	E
$\sum$ aller $\bar{y}$ +	1590,72	1390,55	1253,77	461,68	867,70
$\sum$ aller $\bar{y}$ -	1556,06	1756,23	1893,01	2685,10	2279,08
Kontrast C	34,67	-365,69	-639,24	-2223,24	-1411,38
linearer Effekt e	$2,17 \mu\text{m}$	$-22,86 \mu\text{m}$	$-39,95 \mu\text{m}$	$-138,96 \mu\text{m}$	$-88,21 \mu\text{m}$

**Tabelle 3.9** Ergebnistabelle der Haupteffekte bezogen auf die maximalen Porengrößen in den Nickelproben.



**Abbildung 3.6** Haupteffektdiagramm zur Darstellung der Änderung der maximalen Porengröße der Nickelproben.

In Abbildung 3.6 ist das Haupteffektdiagramm zur Änderung der maximalen Porengröße dargestellt. Es zeigt, dass das Ändern des Einstellniveaus von (-) auf (+) des Haupteffektes A im Durchschnitt zu einer Vergrößerung der maximalen Porengröße führt. Alle anderen Haupteffekte senken die maximale Porengröße ab. Dabei wirkt Haupteffekt D am besten, indem die theoretische, maximale Porengröße um beinahe  $139 \mu\text{m}$  verringert werden kann. Der Mittelwert der maximalen Porengröße aller Proben liegt bei  $98,34 \mu\text{m}$ , was wiederum dem Schnittpunkt der Geraden entspricht.

Neben den Haupteffekten können auch die Wechselwirkungseffekte zwischen den einzelnen Haupteffekten analysiert werden. Sind die Funktionen in den Wechselwirkungsdiagrammen parallel, so ist keine Wechselwirkung vorhanden. Eine starke, positive Wechselwirkung ist vorhanden, wenn die beiden Funktionen unterschiedliche Steigungen bei gleichem Vorzeichen aufweisen. Des Weiteren besteht die Möglichkeit einer kreuzenden Wechselwirkung. Die Steigungen weisen dabei unterschiedliche Vorzeichen auf und die Geraden kreuzen sich. Die Haupteffekte müssen in diesem Fall noch besser aufeinander abgestimmt werden, falls sie gemeinsam zur Probenherstellung verwendet werden [23, 24]. Die Wechselwirkungsdiagramme der Haupteffekte sind im Anhang dargestellt. Abbildung 6.33a bis Abbildung 6.33j zeigen die Wechselwirkungen bezogen auf die Porositätsänderungen, Abbildung 6.34a bis Abbildung 6.34j zeigen die Wechselwirkungen bezogen auf die Änderung der Porengrößen und Abbildung 6.35a bis Abbildung 6.35j stellen die Änderungen der maximalen Porengrößen dar.

Abbildung 6.33b zeigt beispielsweise kreuzendes Verhalten. Dabei bewirkt die Kombination der beiden Haupteffekte durch Haupteffekt A eine Dichtesteigerung, Haupteffekt C eine Porositätssteigerung. Die tatsächliche Dichtesteigerung ergibt sich durch den Schnittpunkt der beiden Geraden und kann in weiterer Folge optimiert werden, indem die notwendigen Parameter der Haupteffekte verstellt werden. Abbildung 6.33g zeigt die Wechselwirkung zwischen den Haupteffekten B und E. Dabei kann eine Dichtesteigerung durch Haupteffekt B erzielt werden, Haupteffekt E würde die Dichte wieder leicht absenken. Der Unterschied zu Abbildung 6.33b liegt darin, dass es zu keinem Schnittpunkt der Geraden kommt und die Wechselwirkung somit als bereits gut abgestimmt dargestellt werden kann.

Abbildung 6.34a zeigt die Wechselwirkung zwischen Haupteffekt A und Haupteffekt B bezogen auf die Porenanzahl. Die Geraden sind dabei annähernd parallel. Dies bedeutet, dass beinahe keine Wechselwirkung bei Kombination dieser beiden Haupteffekte entsteht. Beide Haupteffekte senken in diesem Beispiel die Porenanzahl in annähernd gleichem Ausmaß. Abbildung 6.34i zeigt, dass bei Kombination der beiden Haupteffekte das negative Einstellniveau



(-) besser geeignet ist, um die Porenanzahl zu senken. Würden diese beiden Haupteffekte mit dem positiven Einstellniveau, also einer Kompaktierung des Pulvers bei erhöhter Temperatur und einer Druckglühung, durchgeführt, so würde dies zu einer größeren Porenanzahl führen, als wenn man die Proben ohne diese Zusatzbehandlungen herstellen würde. Alle anderen Abbildungen lassen sich auf die selbe Weise interpretieren und müssen beachtet werden, wenn zur Probenherstellung Zweifaktorwechselwirkungen herangezogen werden sollen.

Neben den Zweifaktorwechselwirkungen können auch Mehrfaktorwechselwirkungen dargestellt werden. Diese ergeben die theoretischen Ergebnisse für die Dichteänderung, Änderung der Porenanzahl und Änderung der maximalen Porengröße der einzelnen Proben. Auf eine Darstellung dieser Ergebnisse wurde verzichtet, da mit Hilfe der drei genannten Faktoren ein einfacher Qualitätsfaktor gebildet werden kann. Dieser entsteht durch Multiplikation und die Proben können nach ansteigendem Qualitätsfaktor aussagekräftig gereiht werden.

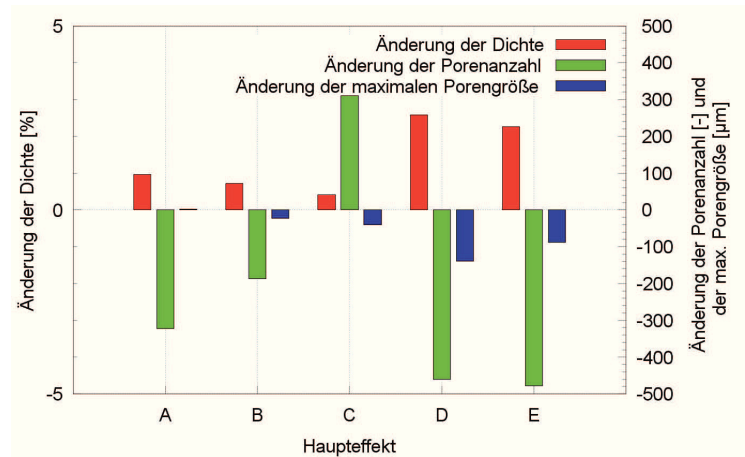
Um einen Vergleich der Streuung zwischen den Haupteffekten und der Versuchsstreuung zu berechnen, kann eine Varianzanalyse durchgeführt werden [23]. Da die Versuchsstreuung aufgrund der unterschiedlichen Versuchsaufbauten und der damit verbundenen Rüstzeit nicht berücksichtigt werden konnte, wird auf eine Varianzanalyse nicht eingegangen. Die Einflussgrößen werden als nicht signifikant bewertet, da die Probenherstellung bei konstanten Temperaturen in einer Prüfhalle durchgeführt wurden.

### **3.4.1 Ergebnisinterpretation**

Um nun die Ergebnisse zu interpretieren, können die Haupteffekte, wie in Abbildung 3.7 dargestellt, als Richtwerte zur Deutung der Änderung der Porosität, Änderung der Porenanzahl und Änderung der maximalen Porengröße durch Änderung des jeweiligen Einstellniveaus herangezogen werden. Die Einflüsse auf die erhaltenen Ergebnisse werden im Anschluss diskutiert.

#### **Haupteffekt A**

Der Haupteffekt A beschreibt die Pulvervorbereitung. Durch diesen Verfahrensschritt soll entstandene Feuchtigkeit, die durch die Lagerung in das Pulver gelangt, entfernt werden. Die Dichte der Proben kann so im Schnitt um 0,97 % gesteigert werden. Es ist ersichtlich, dass



**Abbildung 3.7** Einfluss der Haupteffekte auf die Änderung der Dichte, der Porenanzahl und der maximalen Porengröße in den Proben.

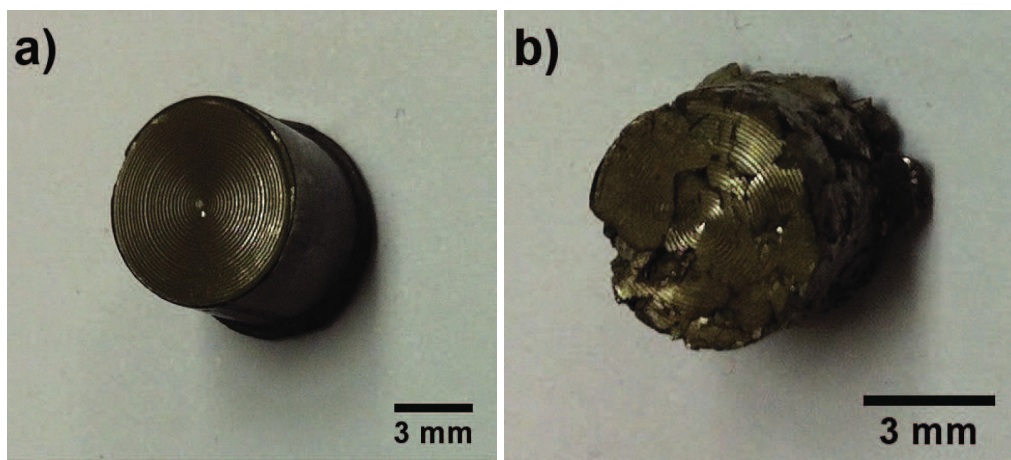
die Lagerung des Pulvers entscheidend für die Herstellung dichter Proben ist, da das Pulver Feuchtigkeit aus der Luftatmosphäre aufnehmen kann. Die Porenanzahl kann durch Vakuumglühen des Pulvers im Mittel um circa 322 Poren gesenkt werden. Die Feuchtigkeit könnte ein Grund für die Entstehung von Poren beim Glühen sein. Die maximale Porengröße steigt allerdings durch das Vakuumglühen im Mittel um circa  $2 \mu\text{m}$  an. Ein möglicher Grund für diesen Anstieg könnte das Zusammensintern des Nickelpulvers bei der Vakuumglühbehandlung sein. Auch wenn die Agglomerate aufgebrochen wurden ist deren Form vermutlich recht unregelmäßig, was eine geringere Schüttdichte beziehungsweise erschwerte Kompaktierung zur Folge hat. Mit einem höheren Pressdruck, einer niedrigeren Glüh Temperatur oder einer Pulvermodifikation, die das Zusammensintern verhindert, könnte diesem Effekt entgegengewirkt werden.

## Haupteffekt B

Der Haupteffekt B beschreibt die Pulverkompaktierung bei unterschiedlichen Drücken. Die Dichte der Proben kann durch Kompaktierung im Vakuum um etwa  $0,72 \%$  gesteigert werden. Feuchtigkeit aus dem Ausgangspulver kann so noch vor dem Verpressen entfernt werden. Die Porenanzahl verringert sich im Mittel um 187 Poren und die maximale Porengröße kann um  $22 \mu\text{m}$  verringert werden. Die Einflüsse des Haupteffektes B sind im Gegensatz zu den anderen Einflussfaktoren gering. Die Kompaktierung des Pulvers im Vakuum erfordert allerdings einen höheren Zeitaufwand, verglichen mit dem Vakuumglühen des Pulvers.

## Haupteffekt C

Der Haupteffekt C beschreibt die Pulverkompaktierung bei unterschiedlichen Temperaturen. Die Änderung der Einstellniveaus führt zu einer Dichtesteigerung von 0,41 %. Die Porenanzahl erhöht sich im Mittel um 310 Poren. Diese Werte entstehen aufgrund des unterschiedlichen Kompaktierungsdruckes in der HPT-Anlage verglichen mit der Vorrichtung zur Pulverkompaktierung. Um Poren zu schließen und damit diese nicht entstehen können, muss ein gewisser maximaler Pressdruck aufgebracht werden. Dies wird deutlich, wenn man die Grünlinge aus der Kompaktierungshilfe mit vakuumgeglühtem und nicht vakuumgeglühtem Pulver vergleicht.



**Abbildung 3.8** Einfluss des Pressdrucks sowie der Pulvervorbereitung auf die Dichte des Presslings. a) verpresstes Nickelausgangspulver und b) vakuumgeglühtes Nickelpulver.

Wie in Abbildung 3.8a dargestellt, wird das nicht vakuumgeglühte Pulver gut kompaktiert. Im Gegensatz dazu ist in Abbildung 3.8b das vakuumgeglühte, zusammengesinterte und danach verpresste Pulver zu sehen. Der geringe Pressdruck von circa 179 MPa reicht hier nicht aus, um den Grünling vollständig zu kompaktieren.

Kommt es also zum Zusammensintern des Pulvers beim Vakuumglühen, so muss der Pressdruck gesteigert werden. Wenn das Pulver nicht zusammensintert, erreicht der Pressling bereits bei niedrigen Drücken eine hohe Dichte. Es soll Pulver verwendet werden, welches nicht zusammensintert. Als Alternative kann Pulver bei niedrigeren Temperaturen vakuumgeglüht werden. Die maximale Porengröße sinkt durch Verpressen bei erhöhter Temperatur um  $40 \mu\text{m}$ . Dieser Effekt kann durch die Einstellung der Temperatur beim Verpressen geregelt werden. Da die Fließgrenze eines Materials temperaturabhängig ist, sinkt diese mit zunehmender Temperatur. Dies kann man sich zu Nutzen machen, indem man hohe Temperaturen zum Verpressen

des Pulvers verwendet. Eine hohe Temperatur verringert damit die notwendige Presskraft. Ein materialabhängiges Optimum zwischen Presstemperatur und Pressdruck muss allerdings gefunden werden.

## **Haupteffekt D**

Der Haupteffekt D bewertet die Umformung der Proben in der HPT-Anlage bei unterschiedlichen Temperaturen. Durch das Umformen bei erhöhter Temperatur kommt es zu einer Dichtesteigerung von 2,58 %. Durch die erhöhte Temperatur können Feuchtigkeitsreste verdampfen und die noch entstehenden Poren können durch bessere Verformbarkeit einfach geschlossen werden. Die Porenanzahl kann durch Warmumformung im Schnitt um 459 Poren verringert werden. Auch die maximale Porengröße sinkt bei der Umformung um circa 139  $\mu\text{m}$ . Die Umformung bei erhöhter Temperatur stellt damit den wichtigsten Prozess dar, um die Dichte der Proben zu steigern und um die Porenanzahl sowie die maximale Porengröße zu verringern. Durch die hohen Umformtemperaturen wird die Sättigungskorngröße allerdings negativ beeinflusst, was zu einem Härteverlust in den Proben führt. Dies kann allerdings durch nachfolgende Verformung bei Raumtemperatur kompensiert werden.

## **Haupteffekt E**

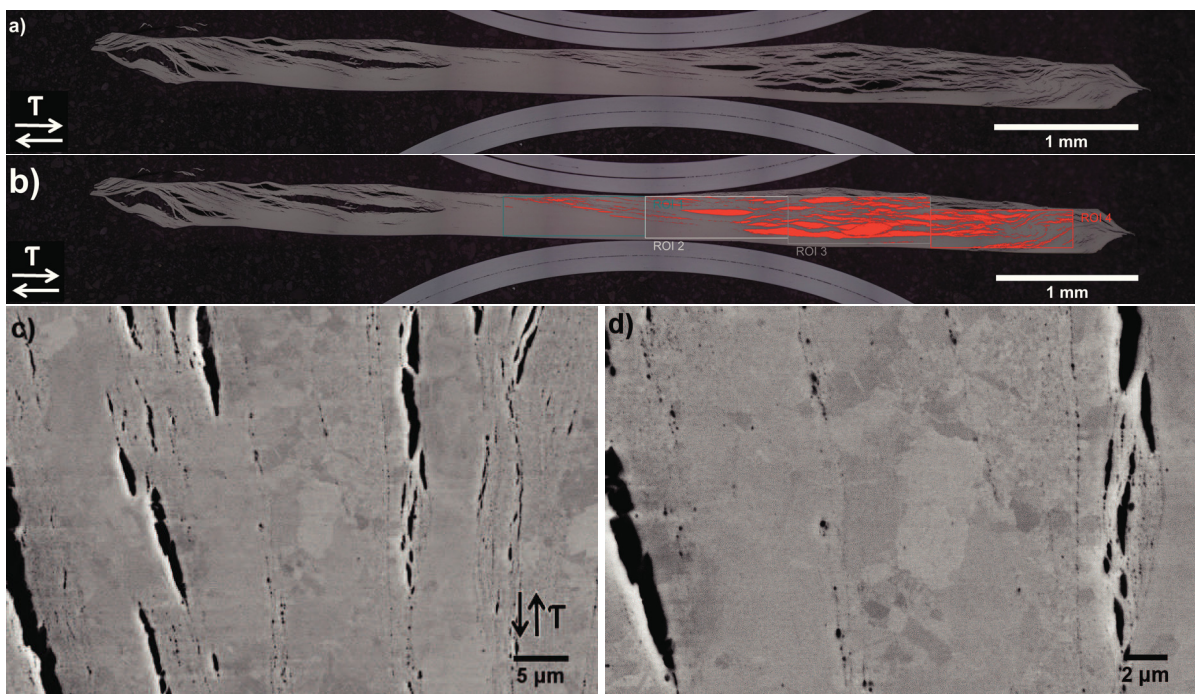
Der Haupteffekt E bewertet das Glühen der verformten Proben. Wie bereits in Kapitel 3.1 erwähnt, führt eine Erhöhung der Glüh Temperatur und daraus folgender Gasbildung zur Bildung von Poren. Diese können sich anschließend zu Rissen in der Scherebene der Probe verbinden. Durch Glühen unter hydrostatischem Druck von 1 GPa kann dieser Prozess hinausgezögert werden. Die Porosität der Proben sinkt im Mittel, wie in Abbildung 3.7 dargestellt, um 2,26 %, die Porenanzahl verringert sich im Mittel um 478 Poren und die maximale Porengröße sinkt um 88  $\mu\text{m}$ . Der äußere Druck von 1 GPa wirkt hierbei dem Gasdruck, der zur Bildung von Poren nötig ist, entgegen. Um diesen Effekt zu verstärken kann der hydrostatische Druck bei der Glühbehandlung vergrößert werden.

Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen zeigen allerdings, dass die Prozessoptimierung nicht zu einem vollkommen dichten Probenmaterial führt. Poren im Größenbereich unter 1  $\mu\text{m}$  sind im Rasterelektronenmikroskop noch immer deutlich sichtbar. Die Abbildungen 6.1 bis Abbildung 6.32 im Anhang zeigen diese kleinen Poren. Die Restfeuchtigkeit könnte zu die-

sen feinen Mikroporen führen. Die zeilige Anordnung der Poren ist dabei ein Resultat der Gefügeentwicklung bei dem Verformungsvorgang.

In Tabelle 3.10 sind die Probenherstellungsverfahren nach geringstem Qualitätsfaktor  $Q$  gereiht. Dieser ergibt sich aus dem Mittelwert der Porositäten  $\bar{y}_{PO}$  multipliziert mit der Porenanzahl  $PA$  und multipliziert mit der maximalen Porengröße  $PG_{max}$ , wie in Gleichung (10) dargestellt. Da Risse über den gesamten Probenquerschnitt auftreten können, wurde der Mittelwert der Porosität herangezogen und die maximale Porengröße wurde gewählt, da diese Pore zum Materialversagen führen würde. Kleine Werte des Qualitätsfaktors bedeuten demnach eine bessere Qualität der Proben.

$$Q = \bar{y}_{PO} \cdot PA \cdot PG_{max} \quad (10)$$



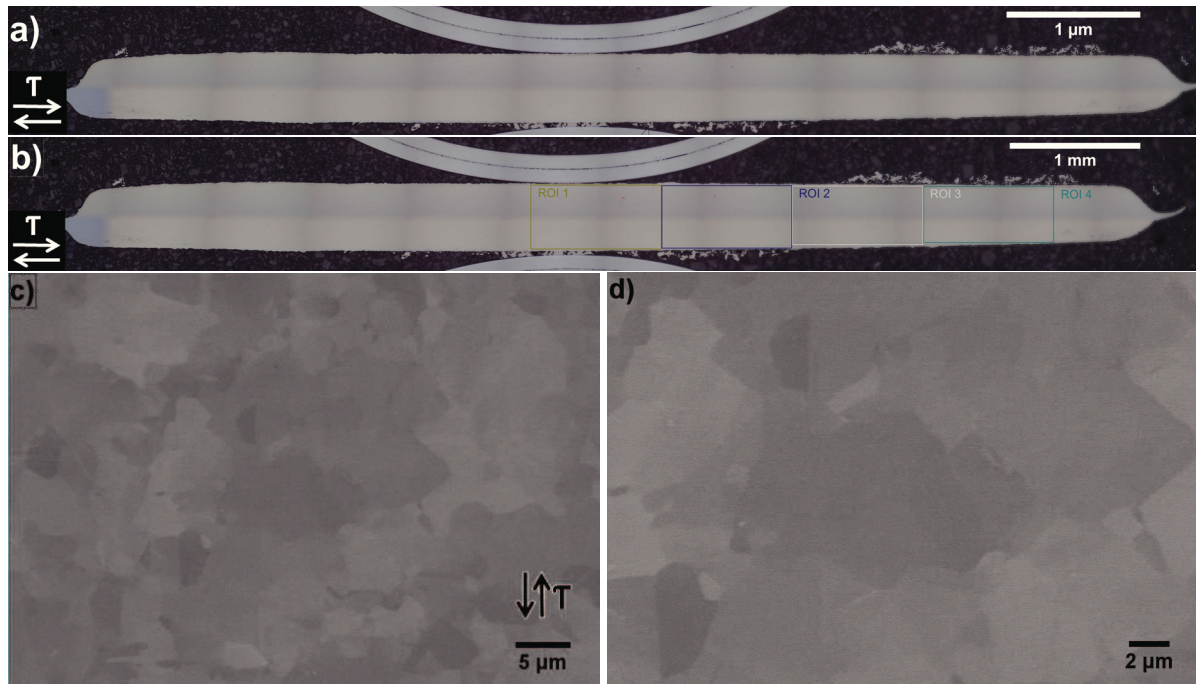
**Abbildung 3.9** Probe 32 ohne Prozessoptimierung mit a) Übersicht, b) den ROI's sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 3$  mm und d) weiter vergrößert bei  $r = 3$  mm.

Die Ergebnisse in der Tabelle 3.10 zeigen, dass die Haupteffekte A, D und E zu Proben mit dem geringsten Qualitätsfaktor führen. Nicht nur die Anwendung der einzelnen Haupteffekte sondern die gezielte Kombination der Haupteffekte macht ein Optimum hinsichtlich Dichtesteigerung, Senkung der Porenanzahl und der Porengröße sowie der Prozessdauer möglich. Würde die Probe zum Beispiel nur bei erhöhter Temperatur umgeformt werden, so würden viele kleine Poren entstehen wie dies bei der Probe mit der Probennummer 30, in Abbildung

Nr.	$\bar{y}_{PO}$ [%]	PA [-]	$PG_{max}$ [ $\mu\text{m}$ ]	Qualitätsfaktor [% $\cdot\mu\text{m}$ ]	A	B	C	D	E	Platzierung
13	0,01	18	15,21	2,74	+	-	-	+	+	1
17	0,01	44	9,14	4,02	-	+	+	+	+	2
1	0,02	117	7,18	16,80	+	+	+	+	+	3
2	0,02	141	8,46	23,86	+	+	+	+	-	4
6	0,03	82	13,80	33,95	+	+	-	+	-	5
7	0,03	54	43,54	70,53	+	+	-	-	+	6
27	0,06	64	41,39	158,94	-	-	+	-	+	7
29	0,07	98	37,16	254,92	-	-	-	+	+	8
10	0,05	294	17,40	255,78	+	-	+	+	-	9
12	0,04	125	55,15	275,75	+	-	+	-	-	10
31	0,12	241	9,74	281,68	-	-	-	-	+	11
11	0,07	112	40,69	319,01	+	-	+	-	+	12
9	0,06	223	39,80	532,52	+	-	+	+	+	13
25	0,19	71	72,58	979,10	-	-	+	+	+	14
5	0,16	120	56,85	1091,52	+	+	-	+	+	15
23	0,08	340	54,09	1471,25	-	+	-	-	+	16
19	0,12	341	56,08	2294,79	-	+	+	-	+	17
22	0,13	152	132,60	2620,18	-	+	-	+	-	18
21	0,16	355	76,10	4322,48	-	+	-	+	+	19
30	0,26	1098	34,97	9983,24	-	-	-	+	-	20
26	0,34	2819	34,86	33411,92	-	-	+	+	-	21
14	0,39	700	317,65	86718,45	+	-	-	+	-	22
8	0,72	523	244,89	92215,78	+	+	-	-	-	23
15	0,48	436	636,45	133196,26	+	-	-	-	+	24
18	0,61	2568	105,27	164903,35	-	+	+	+	-	25
16	0,55	1818	186,24	186221,38	+	-	-	-	-	26
24	1,15	2720	156,06	488155,68	-	+	-	-	-	27
20	1,45	1527	225,05	498294,46	-	+	+	-	-	28
3	3,47	5685	198,65	3918758,62	+	+	+	-	+	29
28	4,08	16581	314,37	21267281,40	-	-	+	-	-	30
4	9,27	2845	931,72	24572391,32	+	+	+	-	-	31
32	22,14	4920	1000	108928800,00	-	-	-	-	-	32

**Tabelle 3.10** Reihung der Herstellungsmöglichkeiten mit Hilfe des Qualitätsfaktors Q. Prozessschritte mit niedrigem Qualitätsfaktor führen zu den bestmöglichen Ergebnissen.  $\bar{y}_{PO}$  ist der Mittelwert der Porosität, PA stellt die Porenanzahl und  $PG_{max}$  die maximale Porengröße dar. (+) und (-) beschreiben das positive und das negative Einstellniveau. Die Buchstaben A bis E weisen auf die Hauptfaktoren hin, wobei A die Pulvervorbereitung, B und C die Pulverkompaktierung, D die Verformungstemperatur und E die Glühbehandlung beschreiben.

6.30, der Fall ist. Die Prozesse auf den Plätzen zwei bis vier benötigen die Kompaktierungshilfe, wie sie in Abbildung 3.3 dargestellt wird. Dieser Prozessschritt benötigt allerdings lange Rüstzeiten. Für einen regelmäßigen Einsatz sollte die Kompaktierungshilfe optimiert werden, um höhere Pressdrücke aufbringen zu können, damit vakuumgeglühtes Pulver vollständig kompaktiert werden kann.



**Abbildung 3.10** Probe 13 mit optimaler Prozessoptimierung. a) Übersicht, b) mit den ROI's sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 3$  mm und d) weiter vergrößert bei  $r = 3$  mm.

Eine weitere Möglichkeit, um dichte Ausgangsmaterialien herzustellen, wäre das direkte Aufschmelzen des Pulvers. Dabei sollte ein homogener Festkörper entstehen. Beim Aufheizen schließt die Oxidhaut mit ihrem hohen Schmelzpunkt allerdings das geschmolzene Metall ein, wodurch das Verflüssigen des Pulvers nicht möglich ist. Weiters wirkt die Luft zwischen den Pulverteilchen als Isolator.

Somit kann der Prozess mit der Nummer 13 mit einer Glühung des Ausgangspulvers im Vakuum sowie einer Verformung bei erhöhter Temperatur und einer anschließenden Glühung unter hydrostatischem Druck als optimaler Prozess gefunden werden, um die Porosität, die Porenanzahl sowie die Porengröße abzusenken. Abbildung 3.9 zeigt die Probe, die ohne Prozessoptimierung hergestellt wurde und Abbildung 3.10 zeigt die Probe, die mit Hilfe des optimierten Prozesses hergestellt wurde. Vergleicht man Abbildung 3.9 mit Abbildung 3.10, so ist eine

deutliche Reduktion der Porenanzahl sowie der maximalen Porengröße zu erkennen.

Um zu zeigen, dass diese Prozessoptimierung nicht nur bei Nickelpulver angewendet werden kann, wurden Proben aus Aluminiumpulver mit 5  $\mu\text{m}$  Korngröße sowie Nickelpulver, welches eine dickere Oxidschicht durch Glühen des Pulvers bei 400°C für 10 min unter Luftatmosphäre, hergestellt. Diese Ergebnisse werden in Kapitel 4 präsentiert.



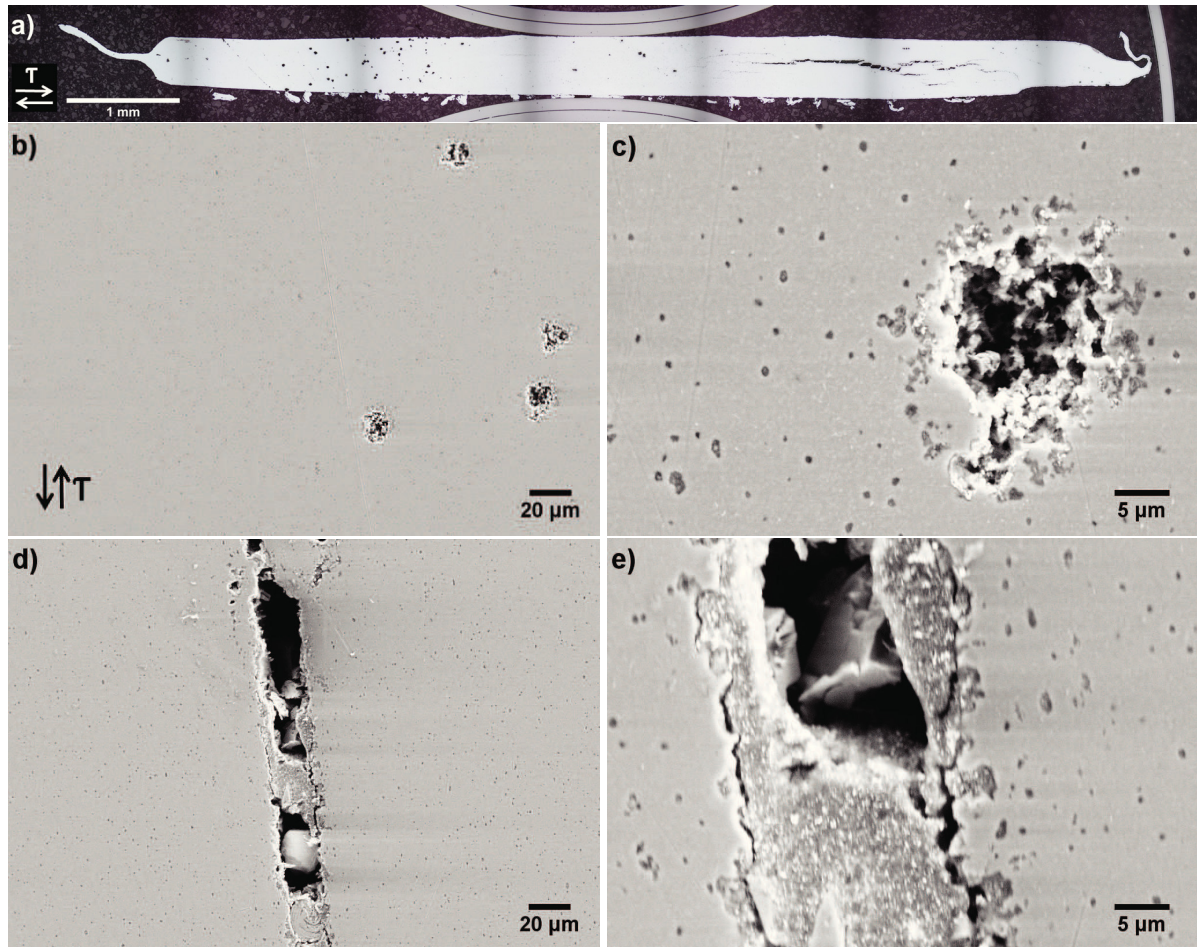
# Kapitel 4

## Anwendung der Prozessoptimierung

Um die Ergebnisse aus den vorangehenden Kapiteln bestätigen zu können wurde Aluminiumpulver mit einer Ausgangskorngröße von  $5\ \mu\text{m}$  mit den vorhin bestimmten Prozessparametern verarbeitet und Proben hergestellt. Das Ausgangspulver wurde bei  $0,64\ T_m$ , das entspricht einer Temperatur von  $320^\circ\text{C}$ , vakuumgeglüht. Durch das Vakuumglühen wurde das Pulver nicht zusammengesintert, wie dies beim Nickelpulver der Fall war, da hier bereits eine ausreichende Oxidschicht vorhanden war. Als nächster Schritt wurde das Pulver in der HPT-Anlage kompaktiert und bei  $0,49\ T_m$  ( $180^\circ\text{C}$ ) bis in den Sättigungsbereich verformt. Dies entspricht 30 Umdrehungen. Nach der Umformung wurden die Proben bei  $170^\circ\text{C}$ ,  $270^\circ\text{C}$ ,  $370^\circ\text{C}$ ,  $420^\circ\text{C}$ ,  $470^\circ\text{C}$  und  $520^\circ\text{C}$  und einem Druck von 1 GPa druckgeglüht.

Die Abbildung 4.1a zeigt eine Übersichtsaufnahmen der Probe, die bei  $470^\circ\text{C}$  geglüht wurde. Die Abbildungen der Proben, die bei  $170^\circ\text{C}$  bis  $420^\circ\text{C}$  sowie  $520^\circ\text{C}$  druckgeglüht wurden, sind im Anhang, Abbildung 6.36 bis 6.40, dargestellt. Die Probe aus Abbildung 6.40 (druckgeglüht bei  $520^\circ\text{C}$ ) weist allerdings keine Risse auf. Dies könnte darauf zurückzuführen sein, dass die Kompaktierung des Pulvers nicht bei jeder Probe gleichmäßig stattfindet.

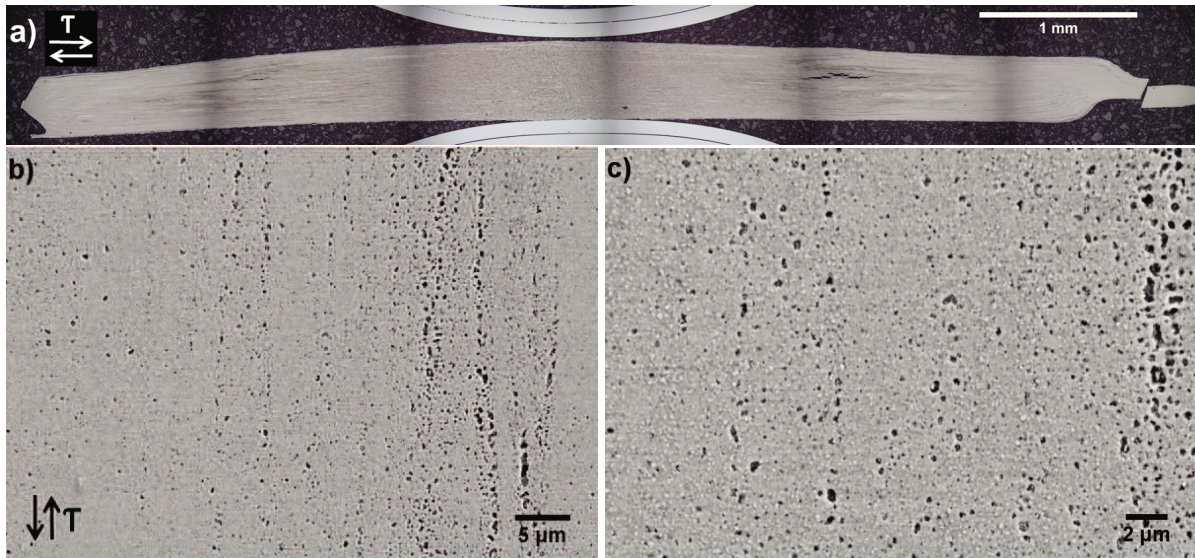
Vergleicht man die lichtmikroskopischen Aufnahmen (Abbildung 4.1b bis Abbildung 4.1e sowie die Abbildungen 6.36 bis 6.40) mit den Abbildungen 2.3a bis 2.3d, so zeigt sich, dass die Entstehung von Poren und in weiterer Folge die Entstehung von Rissen deutlich hinausgezögert werden konnte. Während bei den prozessoptimierten Proben Risse erst ab Glühtemperaturen von circa  $470^\circ\text{C}$  auftreten, wie in Abbildung 4.1 dargestellt, war dies bei den Proben, die herkömmlich verformt wurden, schon bei  $370^\circ\text{C}$  der Fall (Abbildung 2.3b). Um die Rissbildung noch weiter hinauszuzögern, kann bei Pulvern, bei denen es nicht zum Sintervorgang



**Abbildung 4.1** Aluminiumprobe, die bei 470°C druckgeglüht wurde. a) Übersicht, b) raster-elektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei  $r = 2$  mm und c) vergrößert bei  $r = 2$  mm. d) Riss vermutlich ausgelöst durch schlechte Kompaktierung und e) vergrößerte Darstellung von d).

kommt, die Glüh Temperatur für das Vakuumglühen erhöht werden. Entscheidend ist dabei die höchste Prozesstemperatur. Wird die höchste Prozesstemperatur bereits beim Vakuumglühen erreicht, sollten im späteren Prozess bei gleich hohen Temperaturen keine Poren mehr durch Gasbildung entstehen.

Die selbe Vorgehensweise wurde mit Nickelpulver durchgeführt, welches durch eine Glühung bei 400°C für 10 min in Luftatmosphäre eine dickere Oxidschicht erhielt. Wichtig dabei ist, dass immer nur eine geringe Pulvermenge geglüht wird, da nur Pulver, das an der Oberfläche aufliegt auch oxidieren kann. Tiefere Schichten werden nicht optimal oxidiert und bei der späteren Durchmischung des Pulvers ist nur ein Teil mit einer stärkeren Oxidschicht versehen. Die Dicke der Oxidschicht spiegelt sich dann in den Härtewerten der Proben wieder. Durch



**Abbildung 4.2** Nickelprobe mit zusätzlicher Oxidschicht, die bei 600°C druckgeglüht wurde. a) Übersicht, b) rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei  $r = 2$  mm und c) vergrößert bei  $r = 2$  mm.

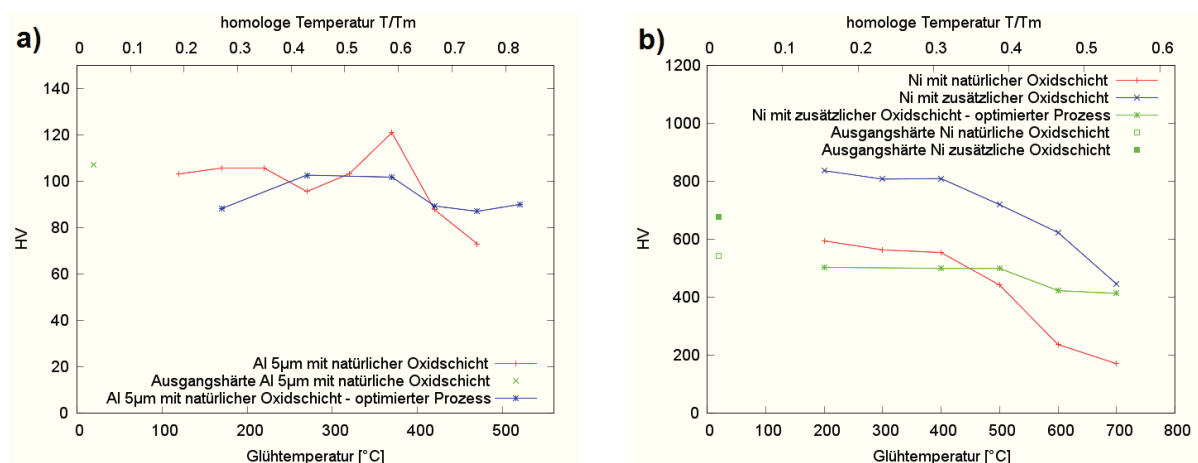
den Glühvorgang wurde das Nickelpulver zusammengesintert. Durch die niedrigere Glüh­temperatur war der Teilchenzusammenhalt allerdings noch nicht so groß und somit konnte das Pulver sehr einfach wieder zermahlen werden. Beim Glühen unter Vakuum kam es zu keinem Sinterprozess.

Die Abbildung 4.2 zeigt die Nickelprobe, die mit Hilfe der prozessoptimierten Her­stellungs­variante produziert wurde und bei 600°C druckgeglüht wurde. Eine vermehrte Poren­bildung in der Scherebene ist erst ab circa 600°C zu erkennen. Die Proben, die bei 200°C bis 500°C sowie 700°C ge­glüht wurden, sind im Anhang, Abbildung 6.41 bis 6.44, dargestellt. Zu die­sem Zeitpunkt konnte allerdings noch nicht abgeklärt werden, warum die Probe, die bei 700°C ge­glüht wurde, wieder deutlich weniger Poren aufweist.

Um die thermische Stabilität der Proben zu vergleichen, wurden an den prozessoptimierten Proben Härtemessungen durchgeführt. Abbildung 4.3a zeigt dabei die thermische Stabilität der Aluminiumprobe, die mit der prozessoptimierten Her­stellungs­variante produziert wurde. Im Vergleich dazu ist die thermische Stabilität der nicht zusätzlich optimierten Probe dar­gestellt. Es zeigt sich, dass es aufgrund der Umformung bei erhöhter Temperatur zu einer Ver­größerung der Sättigungskorngröße kommt, da die Härte­werte unter denen der Standard­proben liegen. Dafür konnte die Härte bei hohen Glüh­temperaturen und somit die thermische Stabilität auf einem konstantem Niveau gehalten werden. Es kommt zu keinem deutlichen

Absinken der Härte­werte, wie dies ohne stabilisierende Oxide in den Körnern zu erwarten gewesen wäre. Die Härte­werte bei 520°C Glüh­temperatur betragen immer noch 90 HV 0,2. Damit ist eine gleichbleibende Temperaturstabilität, allerdings mit annähernd dichten Proben, erzielt worden.

Abbildung 4.3b zeigt die thermische Stabilität der Nickelproben mit zusätzlicher Oxidschicht und angewandeter Prozessoptimierung und als Vergleich dazu die thermische Stabilität der Nickelproben mit zusätzlicher Oxidschicht ohne Prozessoptimierung. Auch hier kann aufgrund der Umformung bei erhöhter Temperatur eine größere Sättigungskorngröße festgestellt werden, was auf eine geringere Härte schließen lässt. Dies führt auch zu einem sehr viel kleineren Härteabfall von circa 70 HV 0,5. Im Gegensatz dazu beträgt der Härteabfall der nicht prozessoptimierten Probe 390 HV 0,5. Weiters ist zu bedenken, dass diese Proben keine Risse mehr aufweisen und damit für einen Einsatz besser geeignet wären. Die Temperaturstabilität bei 700°C ist dann bei beiden Proben wieder sehr ähnlich.



**Abbildung 4.3** Thermische Stabilität der a) Aluminiumproben und b) der Nickelproben verglichen mit und ohne Prozessoptimierung.

# Kapitel 5

## Zusammenfassung

Metallische Ausgangspulver können durch Hochverformung, zum Beispiel HPT, einfach konsolidiert und verformt werden. Durch Torsion während des Umformprozesses fragmentieren die Oxide und bleiben als Partikel an den Korngrenzen haften. Die Oxidpartikel pinnen Korngrenzen und führen damit zu einer verbesserten thermischen Stabilität. Durch eine Glühbehandlung der Proben kommt es zur Rekristallisation und die Oxidpartikel gelangen ins Korninnere. Dadurch sollten dispersionsverstärkte Materialien mit hoher Festigkeit und guter Duktilität hergestellt werden. Allerdings führt das Glühen der Proben bereits bei niedrigen Temperaturen zur Poren- und Rissbildung.

Diese Poren- und Rissbildung tritt bei Nickel- sowie Aluminiumpulver materialunabhängig bereits bei circa 300°C auf und würde einen Einsatz bei erhöhter Temperatur unmöglich machen. Ein möglicher Grund dafür ist Feuchtigkeit im Ausgangspulver, die durch die Lagerung an Luftatmosphäre in das Ausgangspulver gelangt. Mit Hilfe einer vollfaktoriellen Versuchsplanung wurde eine Versuchsmatrix aufgestellt um Prozessschritte herauszufiltern, die ein Poren- und Risswachstum verhindern können. Das Ausgangspulver wurde zuerst im Vakuum geblüht. Durch das Vakuumglühen konnte Feuchtigkeit aus dem Ausgangspulver entfernt werden. Die höchste Prozesstemperatur soll bereits bei dieser Glühbehandlung eingebracht werden, da dadurch in späterer Folge keine Restfeuchtigkeit mehr austreten kann. Danach wurde das Pulver bei erhöhter Temperatur kompaktiert, wodurch ebenfalls Feuchtigkeit verdampfen und entstehende Poren sich einfach schließen können. Den letzten Verfahrensschritt stellte eine Glühbehandlung bei hydrostatischem Druck dar. Der hydrostatische Druck bei der anschließenden Glühbehandlung wirkt dem Gasdruck entgegen, der zur Bildung von Poren und Rissen führt. Durch diese Vorgehensweise konnte die Bildung von Poren zu einer um

circa 100°C höheren Glühtemperatur hinausgezögert werden.

Mit Hilfe der statistischen Versuchsmethodik konnte somit eine neue Prozessreihenfolge gefunden und optimiert werden, bei der Poren- und Risswachstum verzögert wird. Die Ergebnisse dieser Reihung ist in Tabelle 6.1 nochmals zusammengefasst.

Um das Ergebnis weiter zu verbessern, sollten die Ausgangspulver nicht in Luftatmosphäre gelagert werden. Dadurch könnte das Pulver möglichst frei von Feuchtigkeit bleiben und nachfolgende Prozesse würden vereinfacht werden. Die Vakuumglühbehandlung könnte bei höheren Temperaturen durchgeführt werden. Die gleiche Vorgehensweise wird auch für die Umformung bei erhöhter Temperatur empfohlen. Der Glühvorgang wäre auch bei einem größeren nominellen Druck in der HPT-Anlage möglich.

# Kapitel 6

## Anhang

Auf den folgenden Seiten sind lichtmikroskopische und rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Proben dargestellt. Am Beginn wird in Tabelle 6.1 die Probenbehandlung sowie der dazugehörige Qualitätsfaktor  $Q$  und die dadurch erreichte Platzierung dargestellt. Die ROI's in den lichtmikroskopischen Aufnahmen sind in den einzelnen Abbildungen farbig dargestellt und Poren wurden rot markiert.

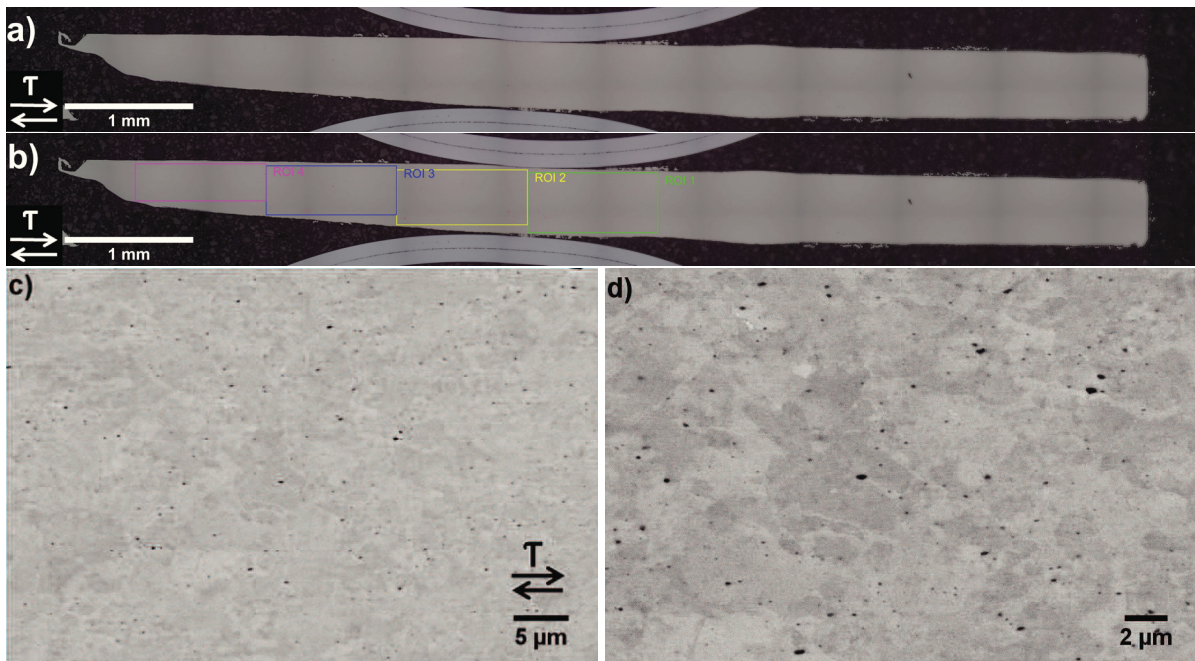
Die Abbildungen 6.33 bis 6.35 zeigen Wechselwirkungsdiagramme, bei denen die Wechselwirkung zweier Haupteffekte dargestellt wird. Es wird auf die Wechselwirkungen der Haupteffekte bezogen auf die Porositäten, der Porenanzahl sowie der maximalen Porengröße eingegangen.

Die Abbildungen 6.37 bis 6.40 zeigen eine lichtmikroskopische sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen von Aluminiumproben, die mit dem optimierten Herstellungsverfahren produziert wurden. Die Abbildungen 6.41 bis 6.44 zeigen Nickelproben mit zusätzlicher Oxidschicht, die ebenfalls mit der optimierten Herstellungsvariante erzeugt wurden.

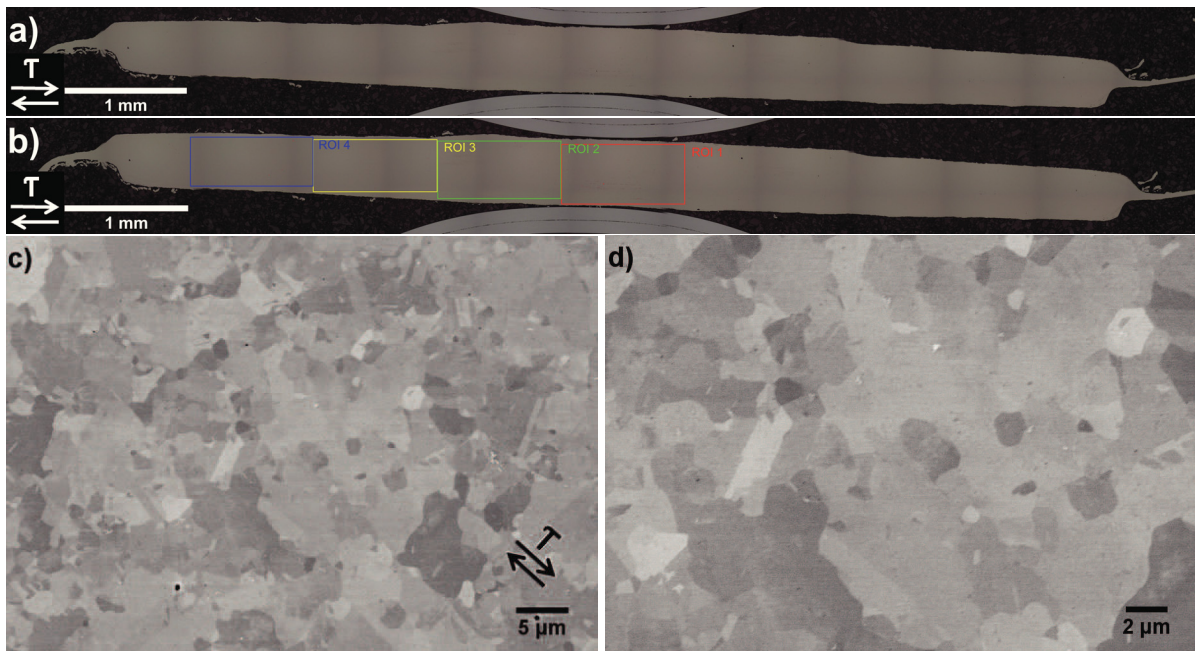
Haupteffekt	A	B	C	D	E	Q- Faktor	Platzierung
Nr.	VG	VK	K bei T	U bei T	DG		
1	+	+	+	+	+	16,80	3
2	+	+	+	+	-	23,86	4
3	+	+	+	-	+	3918758,62	29
4	+	+	+	-	-	24572391,32	31
5	+	+	-	+	+	1091,52	15
6	+	+	-	+	-	33,95	5
7	+	+	-	-	+	70,53	6
8	+	+	-	-	-	92215,78	23
9	+	-	+	+	+	532,52	13
10	+	-	+	+	-	255,78	9
11	+	-	+	-	+	319,01	12
12	+	-	+	-	-	275,75	10
13	+	-	-	+	+	2,74	1
14	+	-	-	+	-	86718,45	22
15	+	-	-	-	+	133196,26	24
16	+	-	-	-	-	186221,38	26
17	-	+	+	+	+	4,02	2
18	-	+	+	+	-	164903,35	25
19	-	+	+	-	+	2294,79	17
20	-	+	+	-	-	498294,46	28
21	-	+	-	+	+	4322,48	19
22	-	+	-	+	-	2620,18	18
23	-	+	-	-	+	1471,25	16
24	-	+	-	-	-	488155,68	27
25	-	-	+	+	+	979,10	14
26	-	-	+	+	-	33411,92	21
27	-	-	+	-	+	158,94	7
28	-	-	+	-	-	21267281,40	30
29	-	-	-	+	+	254,92	8
30	-	-	-	+	-	9983,24	20
31	-	-	-	-	+	281,68	11
32	-	-	-	-	-	108928800,00	32

**Tabelle 6.1** Hilfstabelle. VG steht für Vakuumglühen, VK für Vakuumkompaktieren, K für Kompaktieren, U für Umformen und DG steht für Druckglühen der Proben.

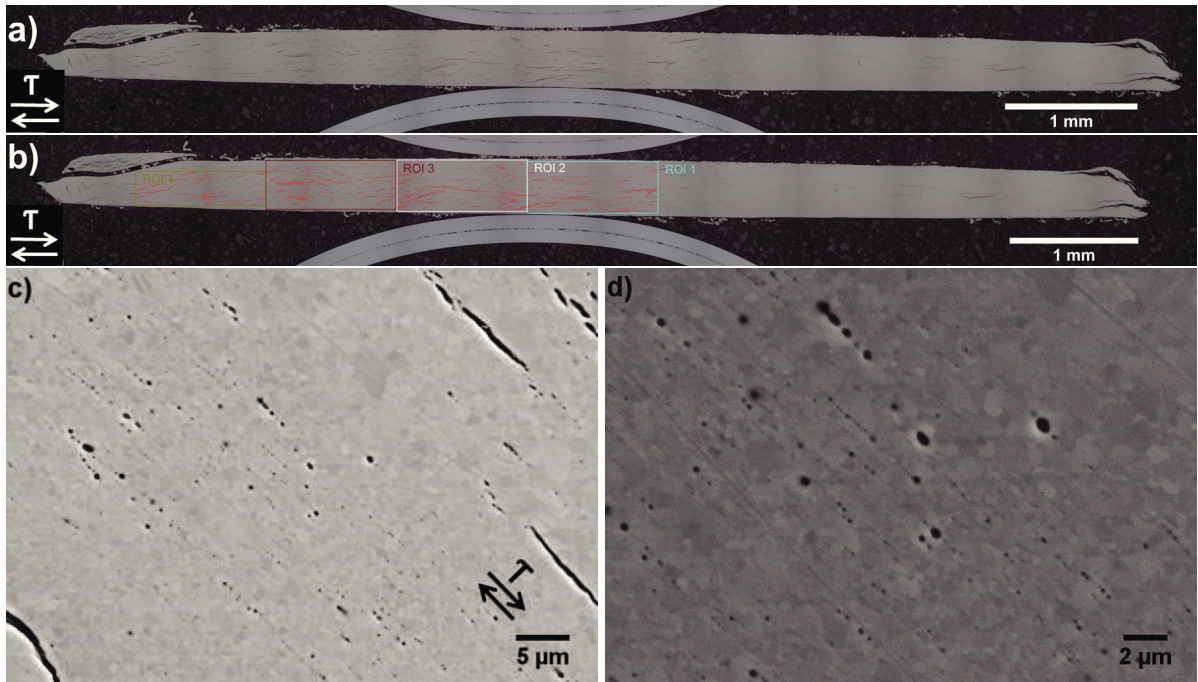




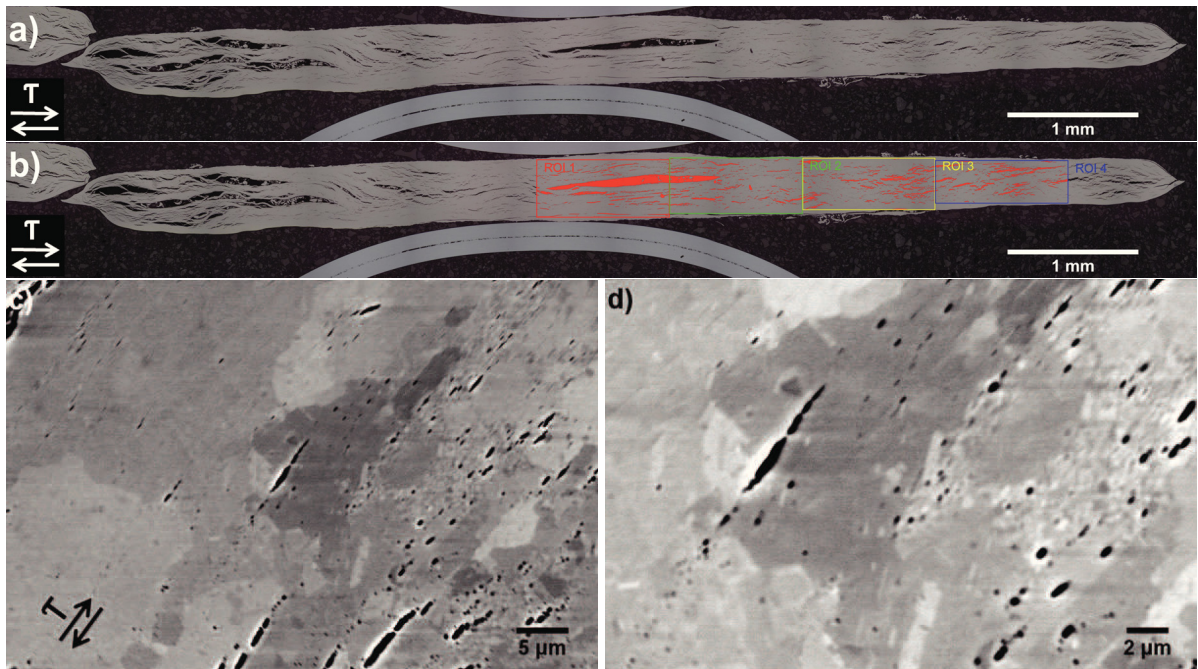
**Abbildung 6.1** Probe 1a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 2$  mm und d) vergrößert bei  $r = 2$  mm.



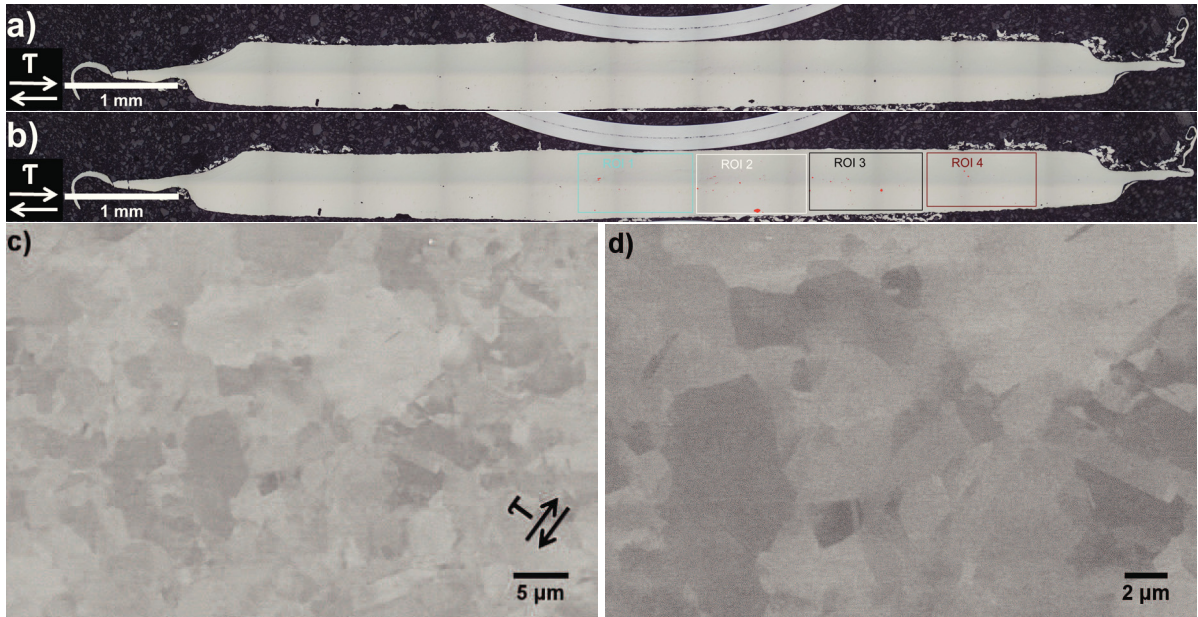
**Abbildung 6.2** Probe 2a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 3$  mm und d) vergrößert bei  $r = 3$  mm.



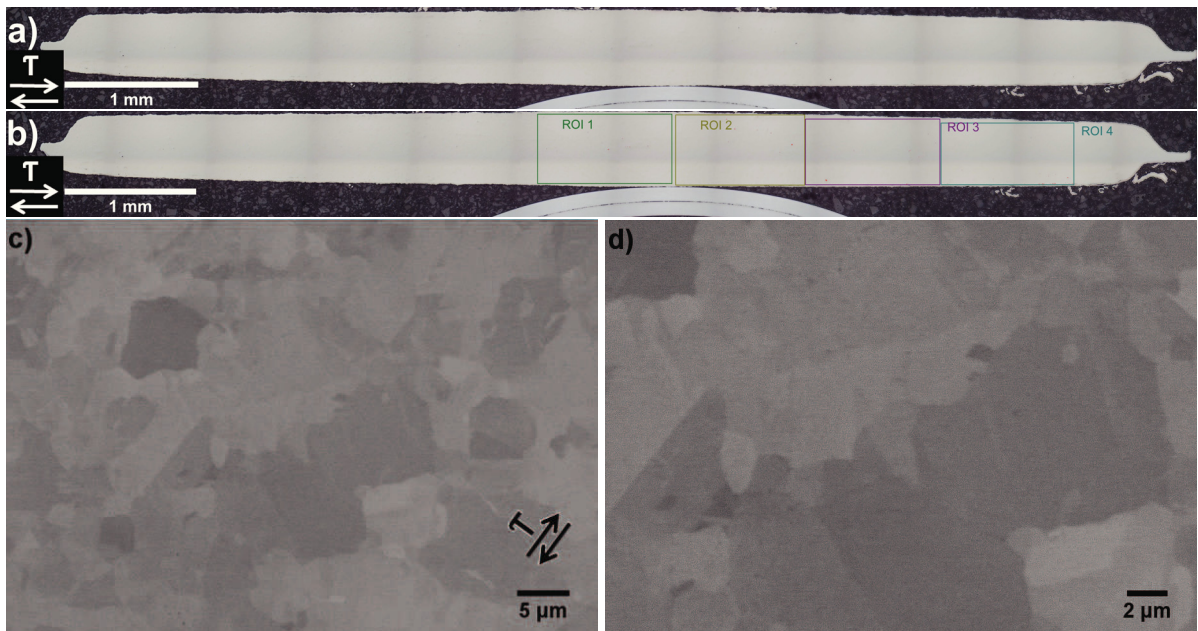
**Abbildung 6.3** Probe 3a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 0$  mm und d) vergrößert bei  $r = 0$  mm.



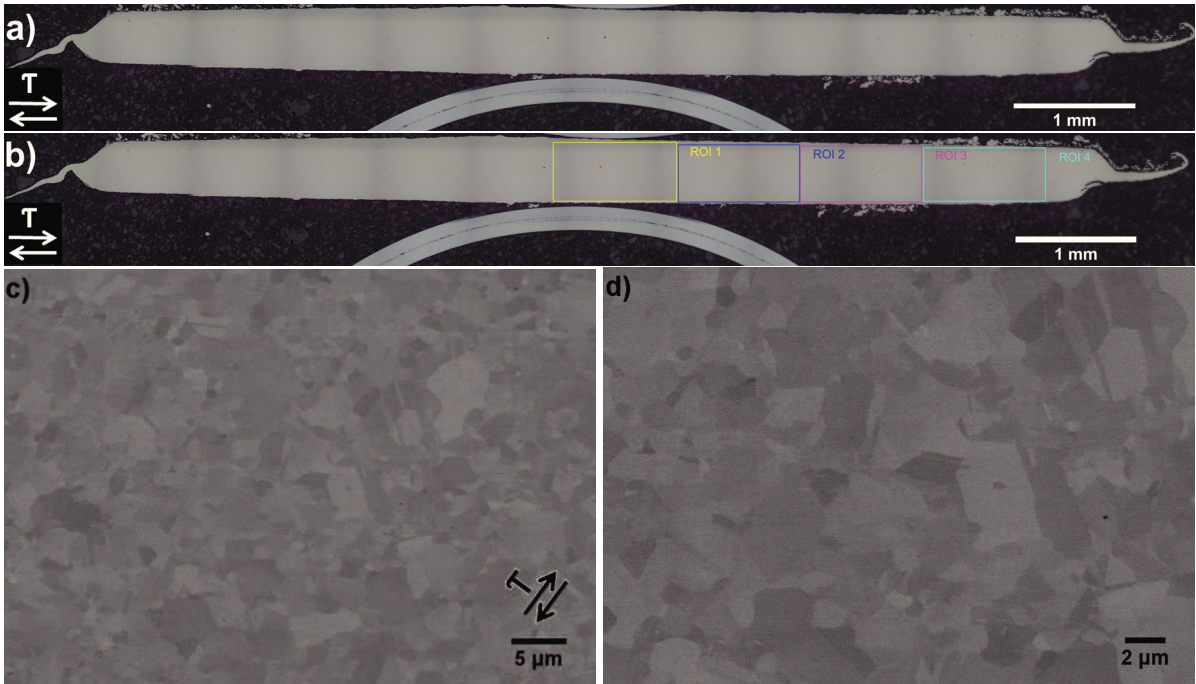
**Abbildung 6.4** Probe 4a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 1$  mm und d) vergrößert bei  $r = 1$  mm.



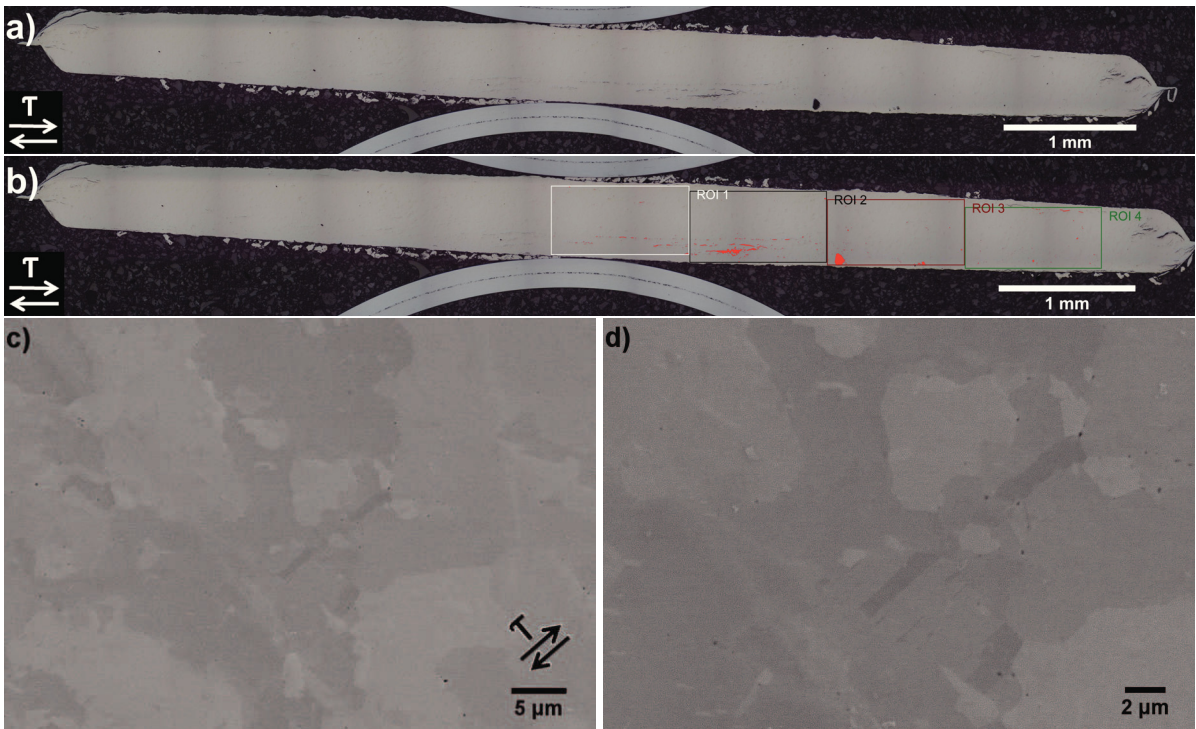
**Abbildung 6.5** Probe 5a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 0$  mm und d) weiter vergrößert bei  $r = 0$  mm.



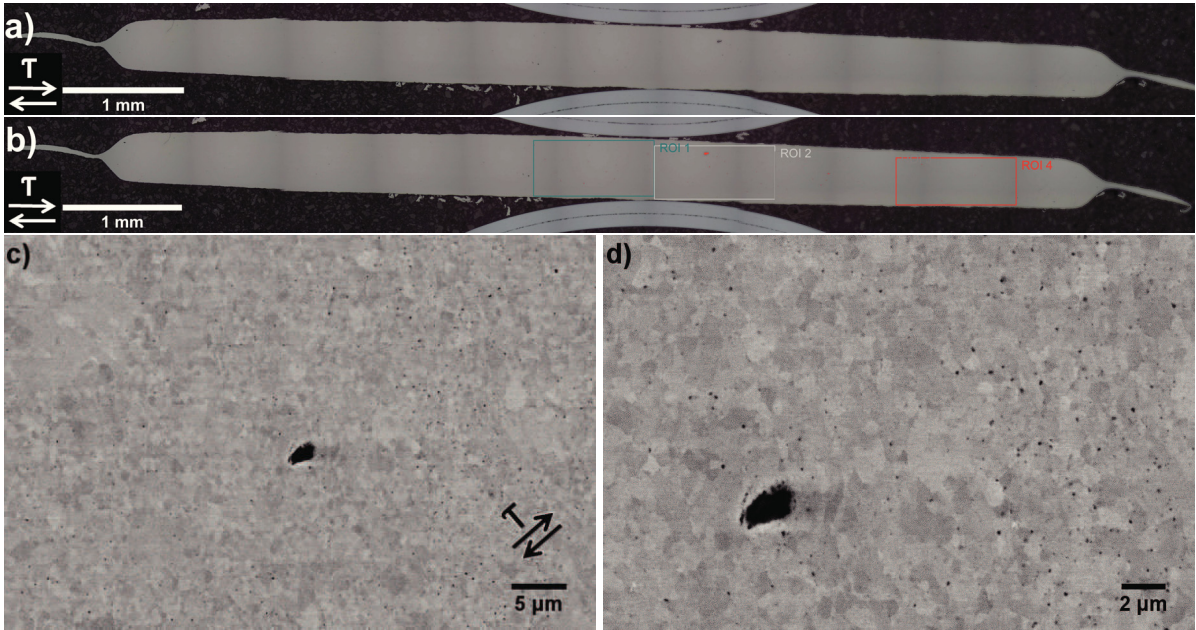
**Abbildung 6.6** Probe 6a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 2$  mm und d) weiter vergrößert bei  $r = 2$  mm.



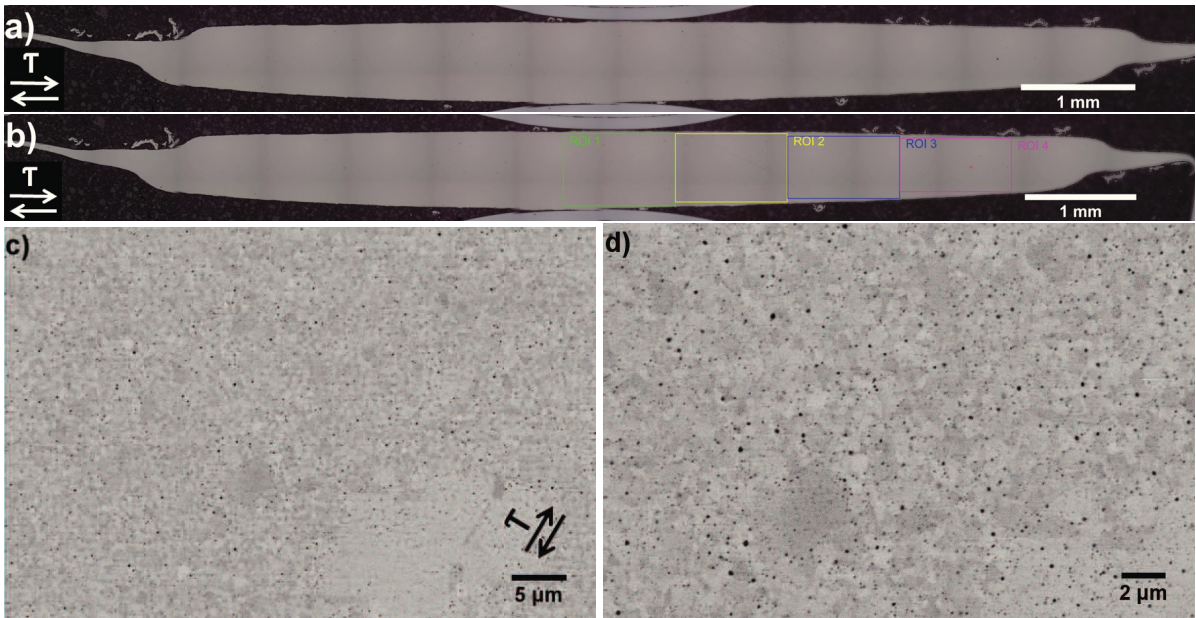
**Abbildung 6.7** Probe 7a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 1 \text{ mm}$  und d) weiter vergrößert bei  $r = 1 \text{ mm}$ .



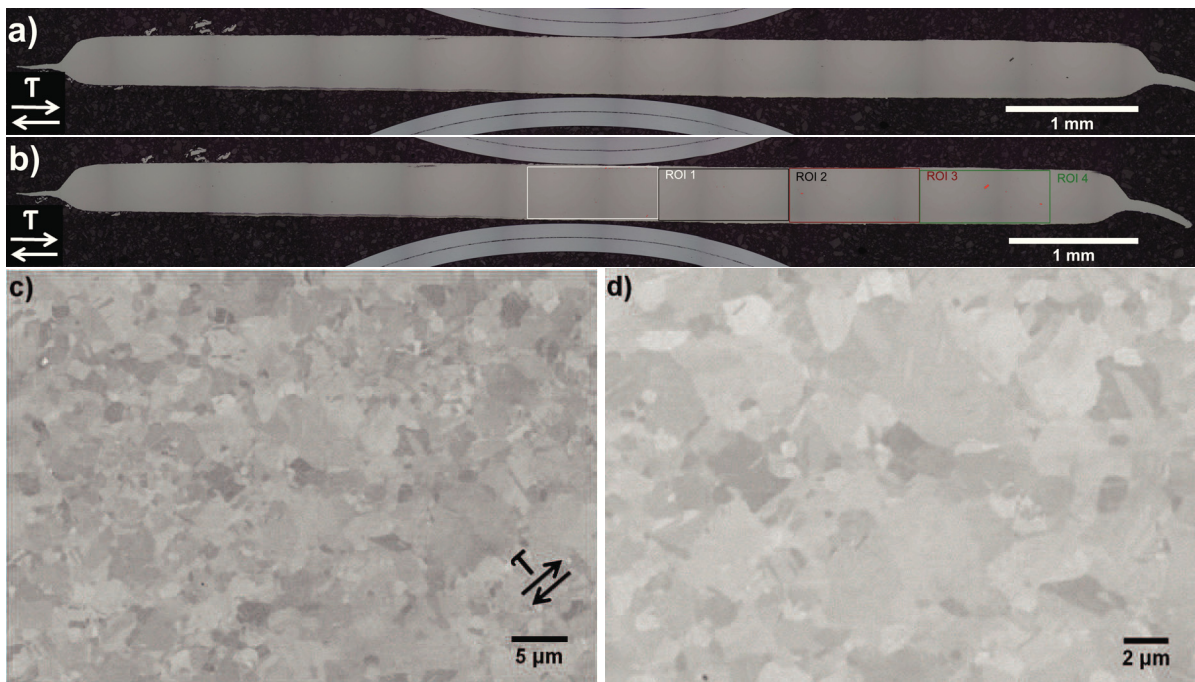
**Abbildung 6.8** Probe 8a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 1 \text{ mm}$  und d) weiter vergrößert bei  $r = 1 \text{ mm}$ .



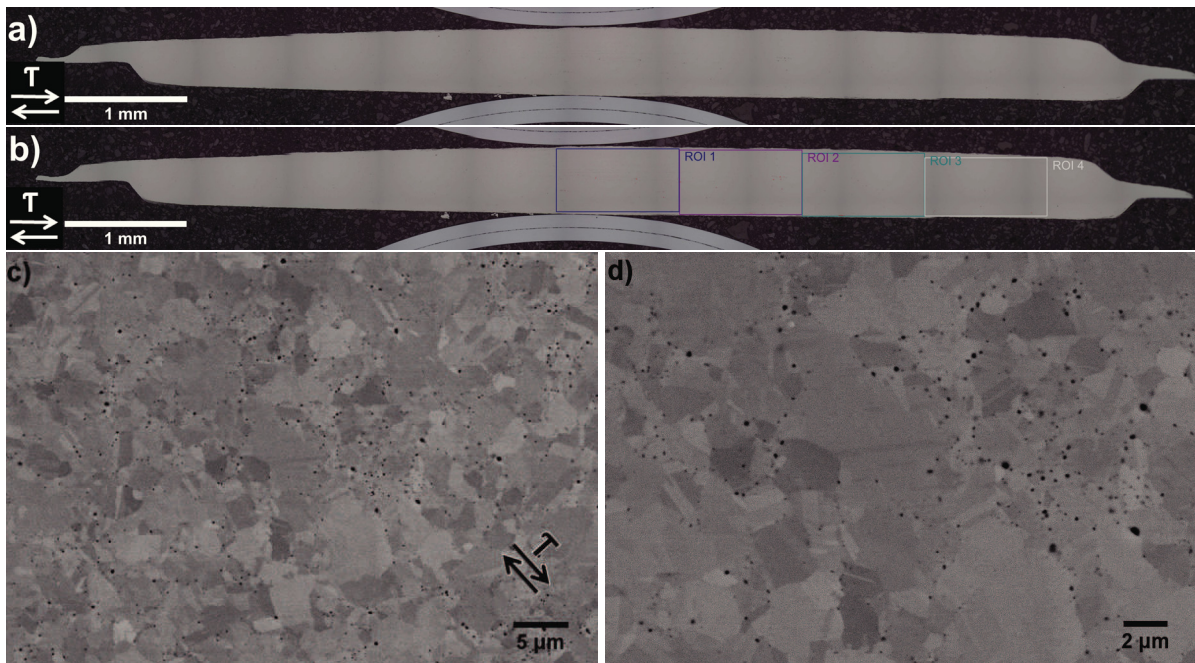
**Abbildung 6.9** Probe 9a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 1$  mm und d) weiter vergrößert bei  $r = 1$  mm.



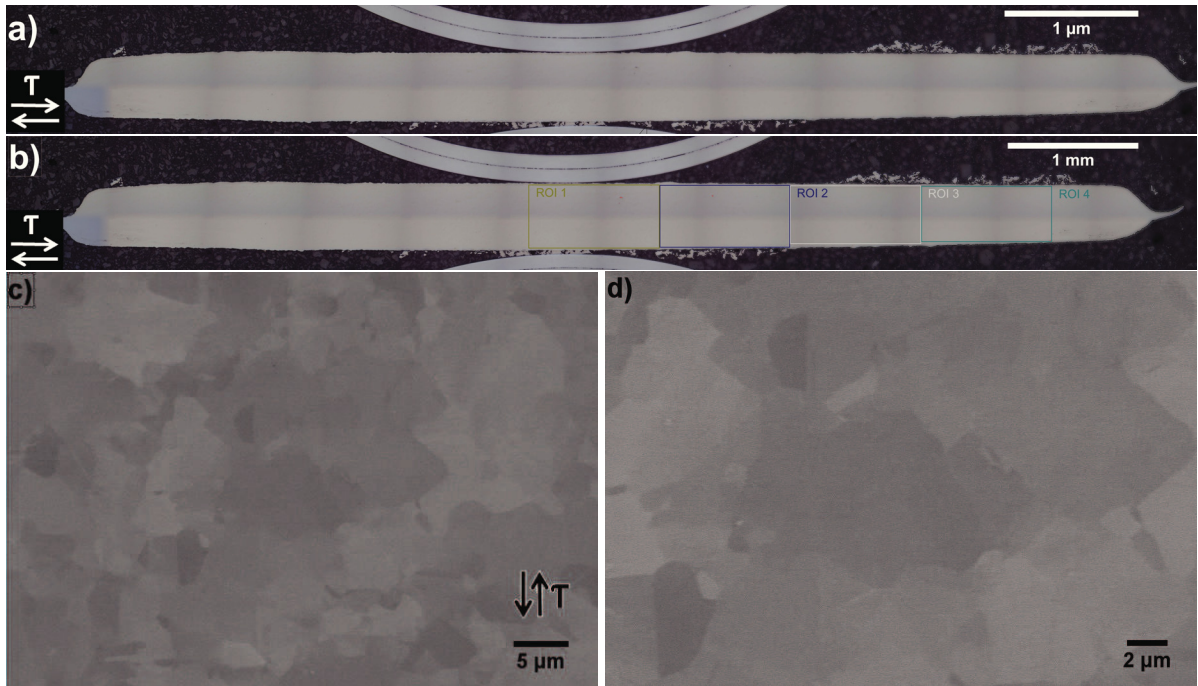
**Abbildung 6.10** Probe 10a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 3$  mm und d) weiter vergrößert bei  $r = 3$  mm.



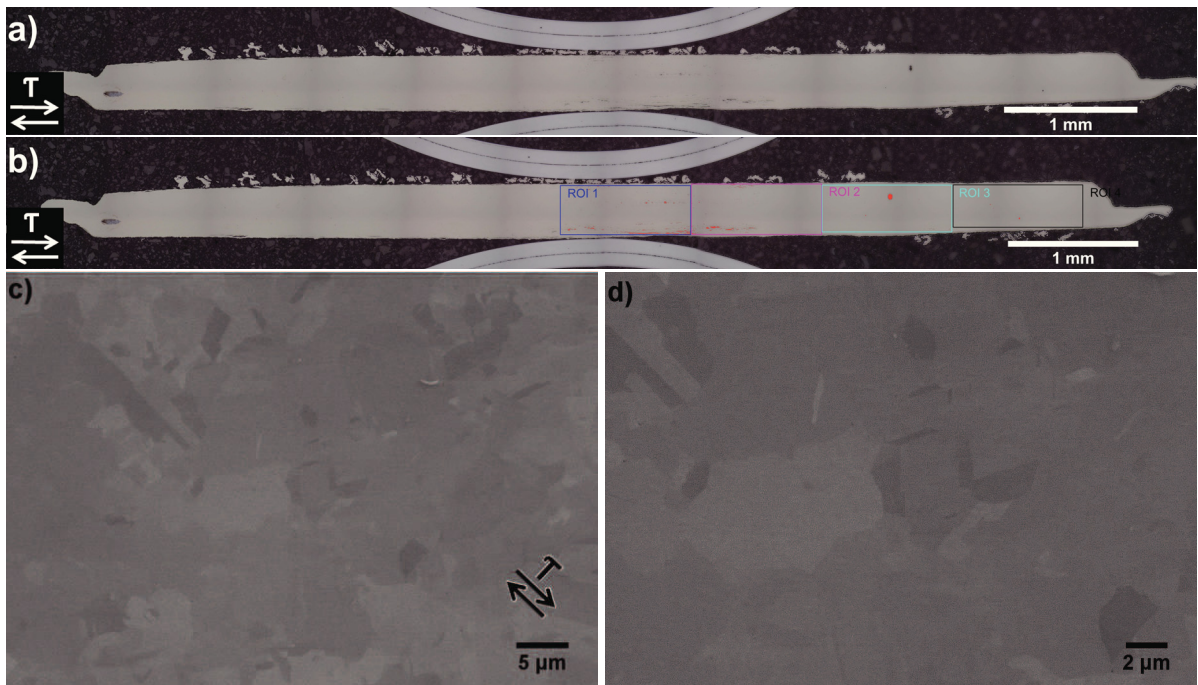
**Abbildung 6.11** Probe 11a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 3$  mm und d) weiter vergrößert bei  $r = 3$  mm.



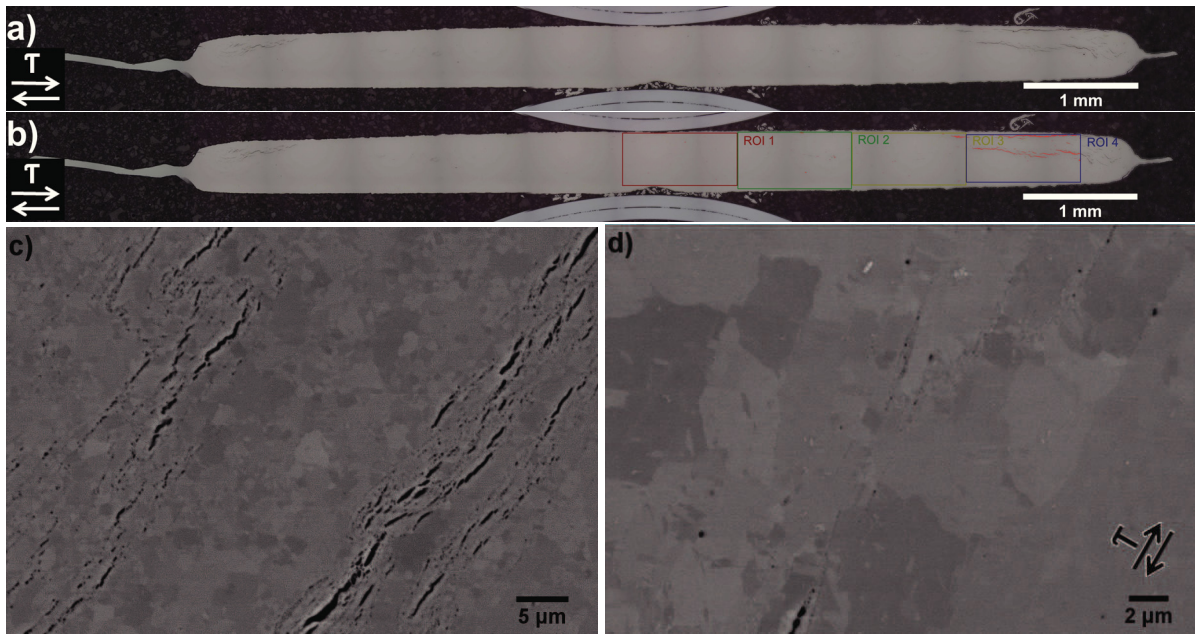
**Abbildung 6.12** Probe 12a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 1$  mm und d) weiter vergrößert bei  $r = 1$  mm.



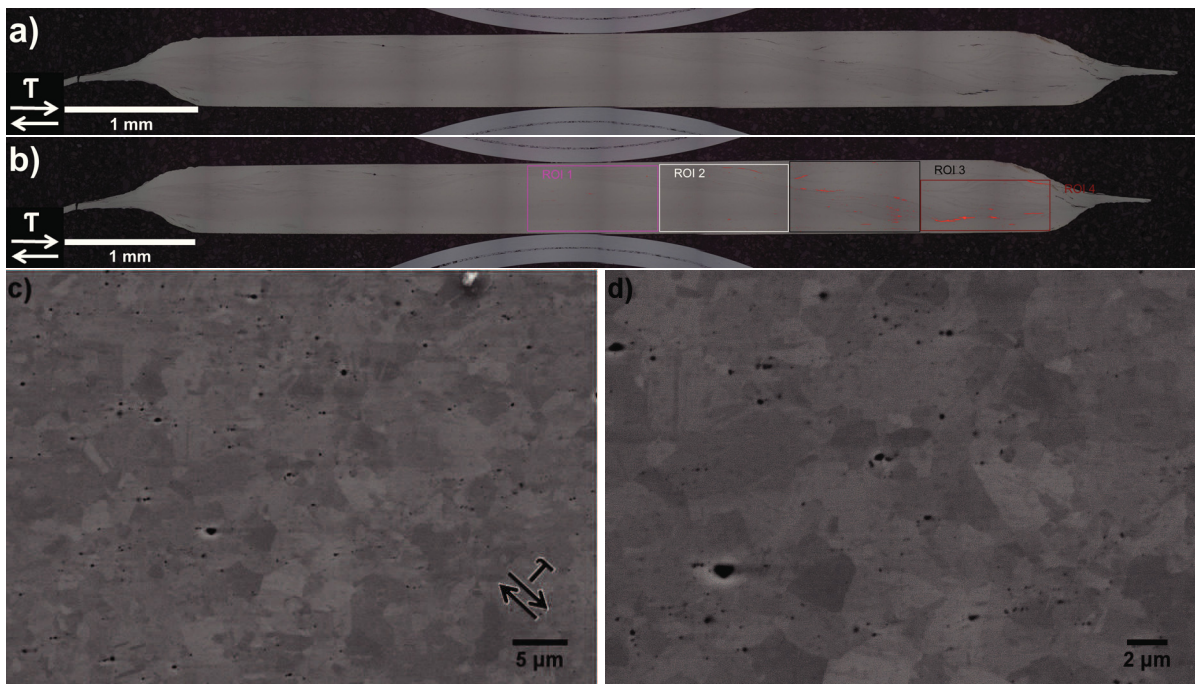
**Abbildung 6.13** Probe 13a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 3$  mm und d) weiter vergrößert bei  $r = 3$  mm.



**Abbildung 6.14** Probe 14a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 1$  mm und d) weiter vergrößert bei  $r = 1$  mm.

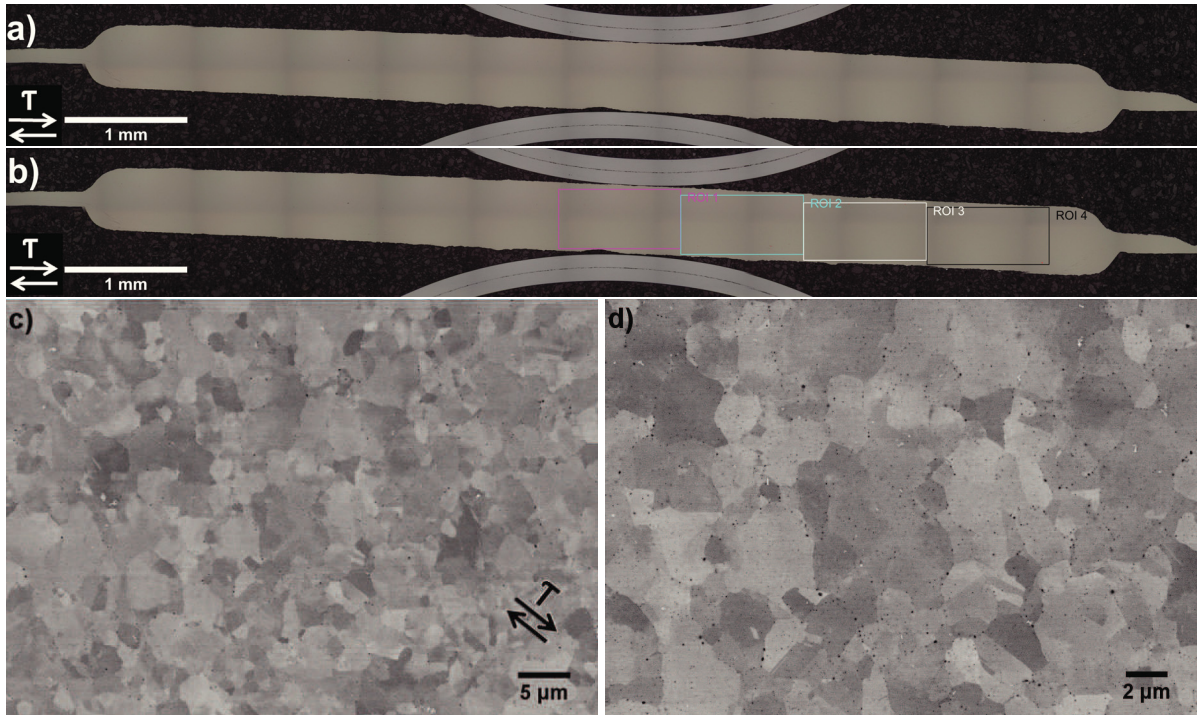


**Abbildung 6.15** Probe 15a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 3$  mm und d) weiter vergrößert bei  $r = 2$  mm.

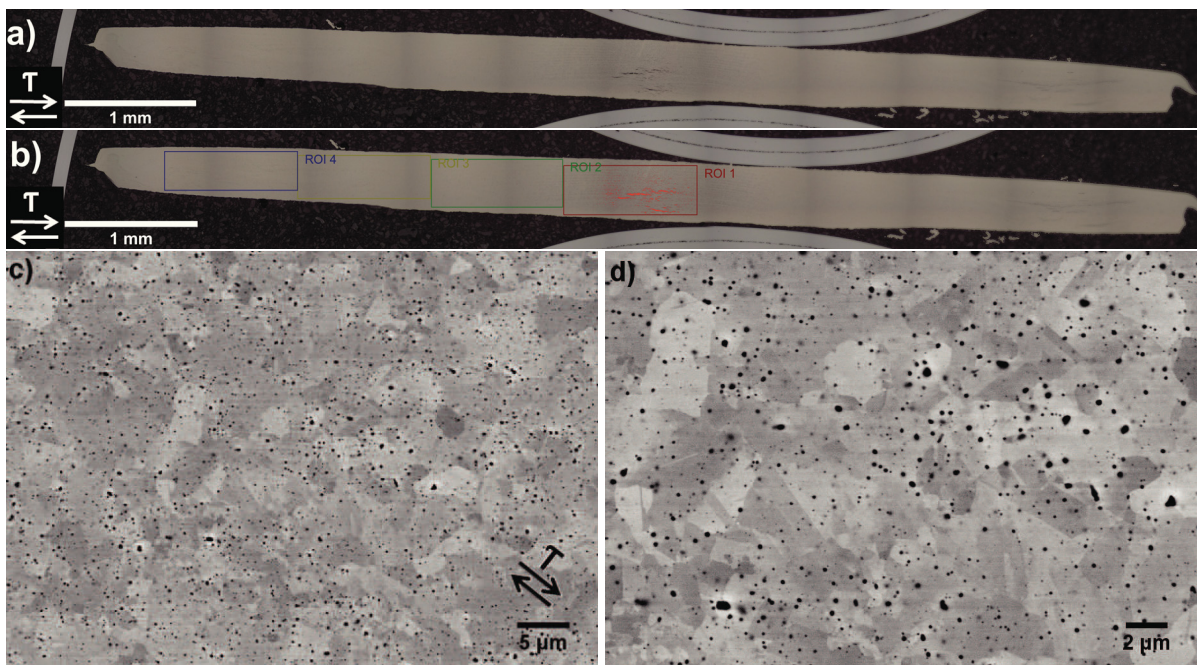


**Abbildung 6.16** Probe 16a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 0$  mm und d) weiter vergrößert bei  $r = 0$  mm.

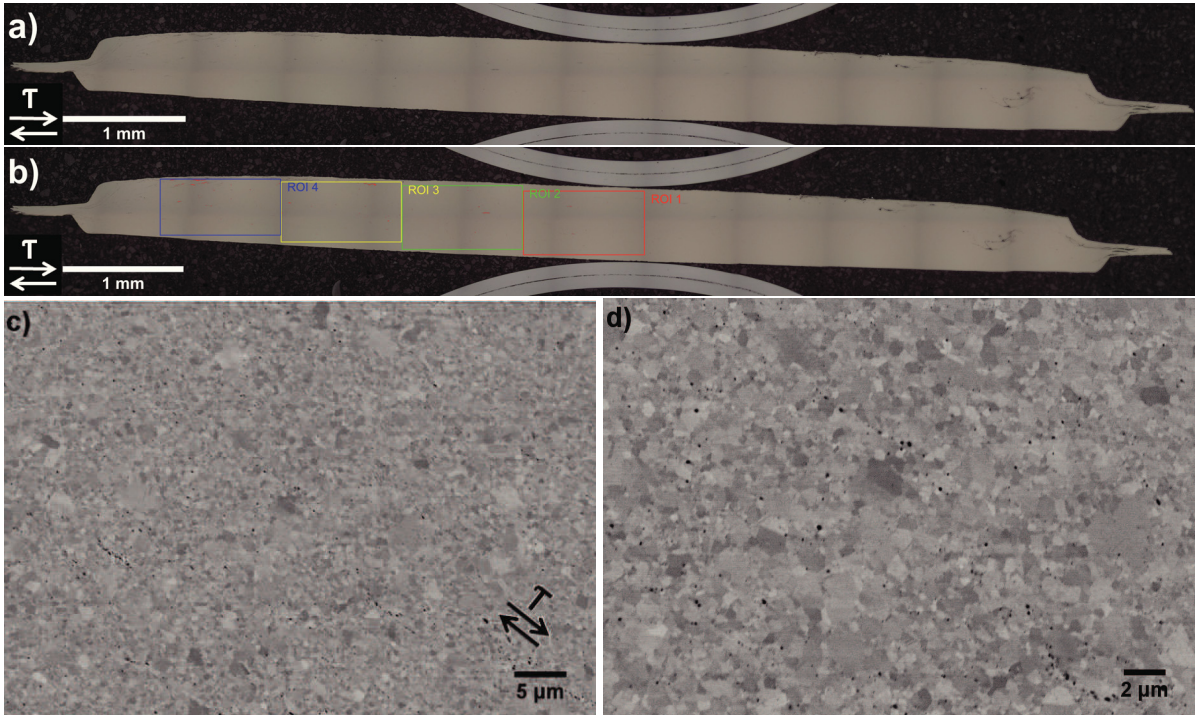




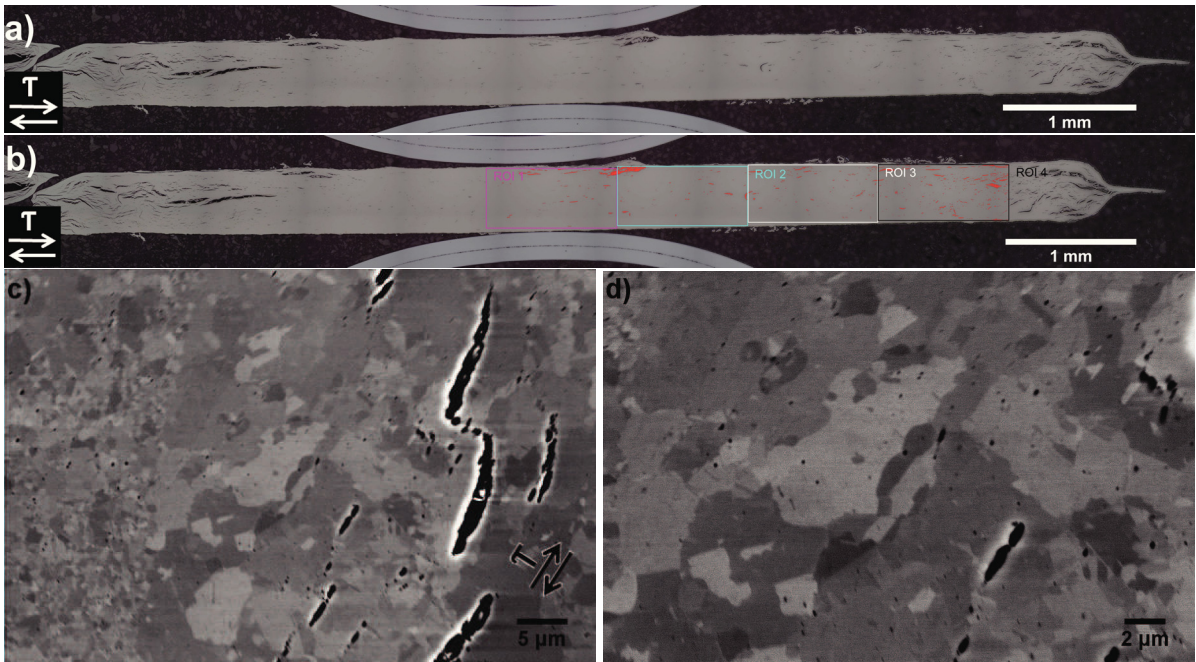
**Abbildung 6.17** Probe 17a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 1 \text{ mm}$  und d) weiter vergrößert bei  $r = 1 \text{ mm}$ .



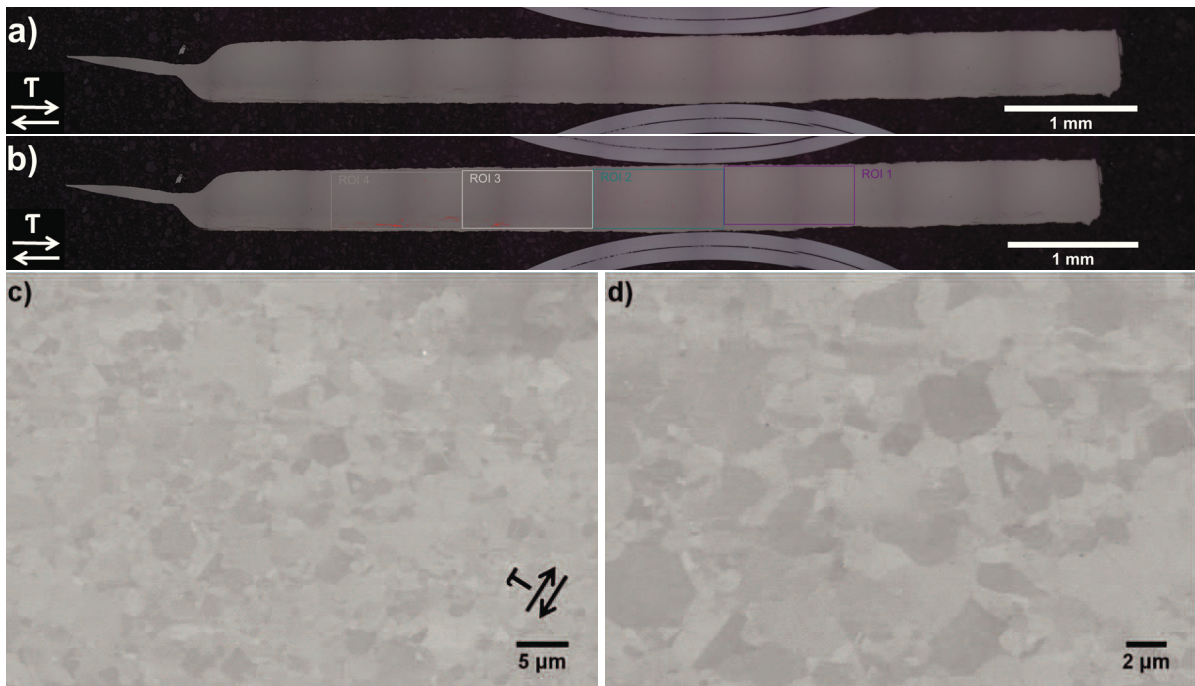
**Abbildung 6.18** Probe 18a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 1 \text{ mm}$  und d) weiter vergrößert bei  $r = 1 \text{ mm}$ .



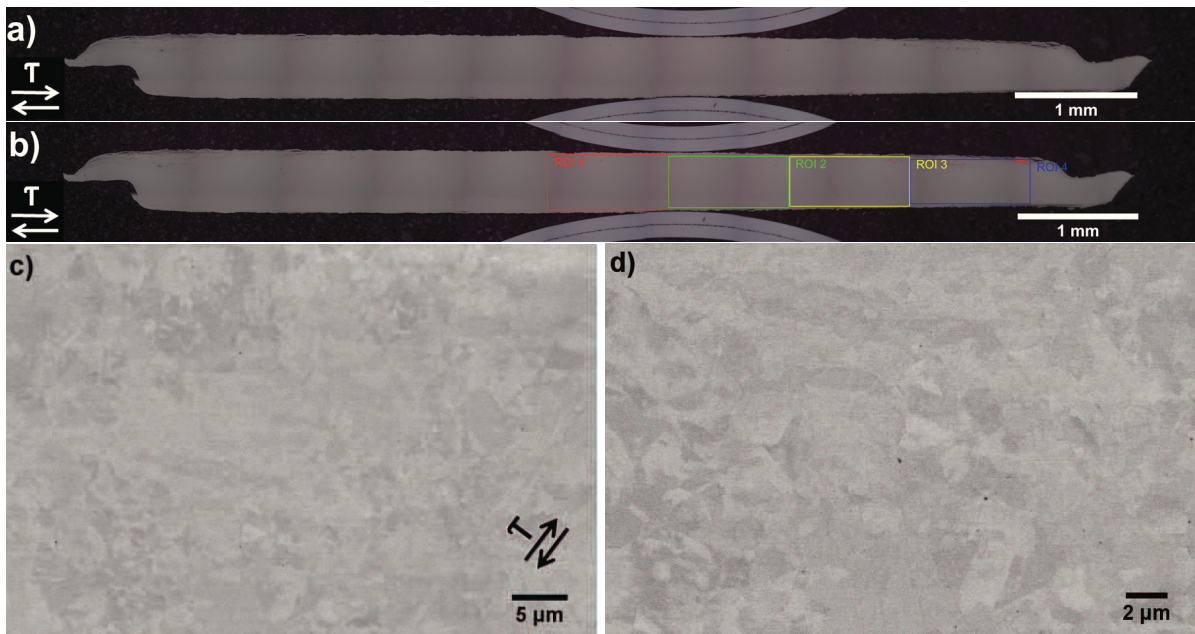
**Abbildung 6.19** Probe 19a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 2$  mm und d) weiter vergrößert bei  $r = 2$  mm.



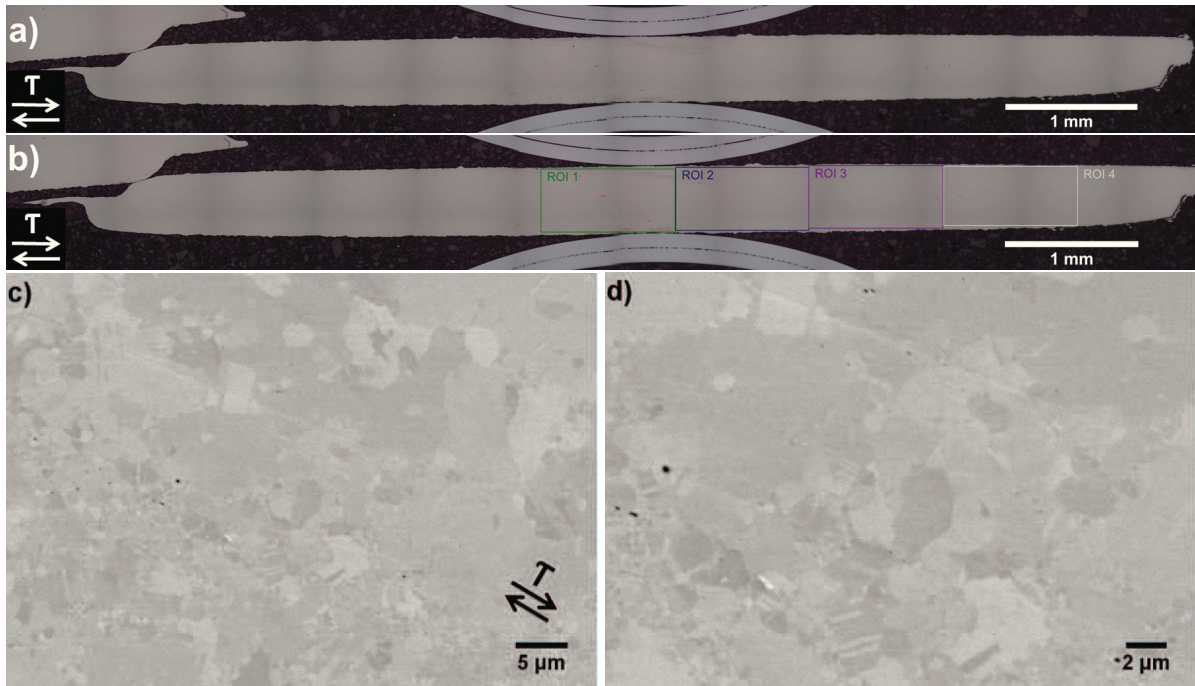
**Abbildung 6.20** Probe 20a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 2$  mm und d) weiter vergrößert bei  $r = 2$  mm.



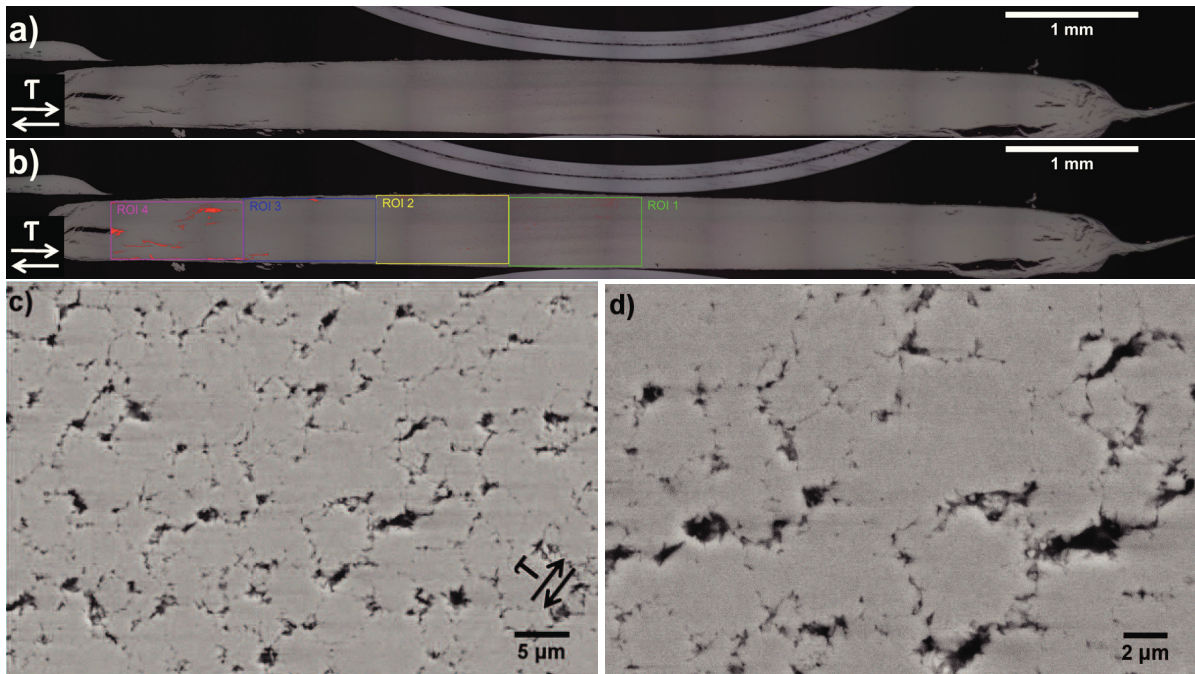
**Abbildung 6.21** Probe 21a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 3$  mm und d) weiter vergrößert bei  $r = 3$  mm.



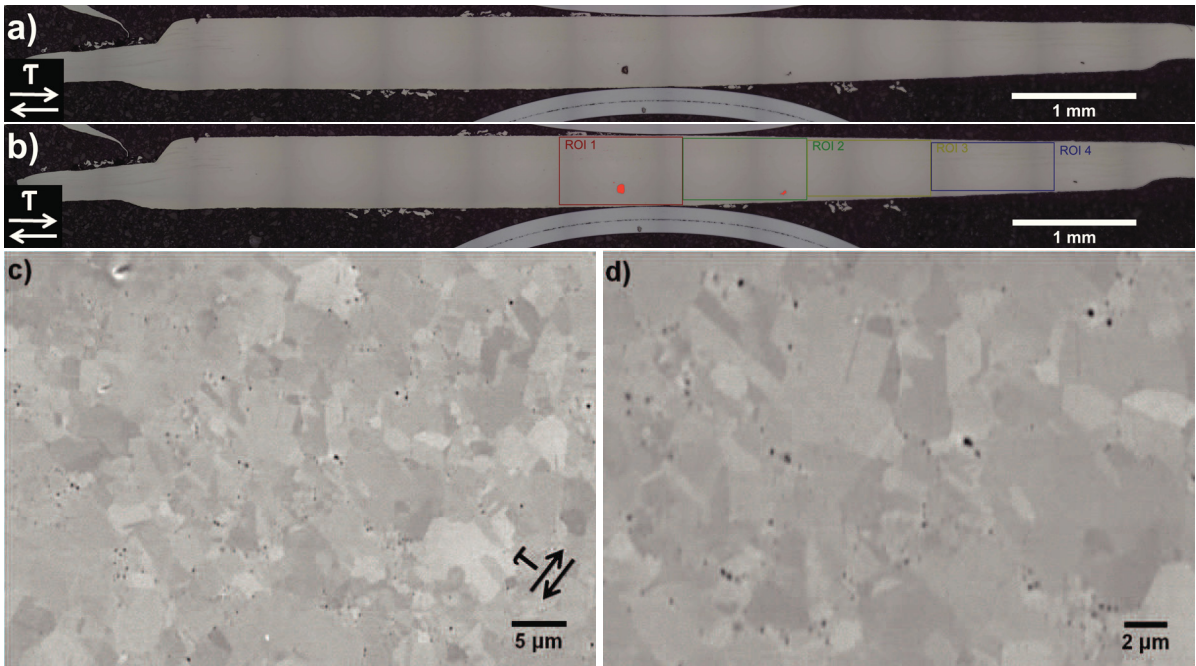
**Abbildung 6.22** Probe 22a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 2$  mm und d) weiter vergrößert bei  $r = 2$  mm.



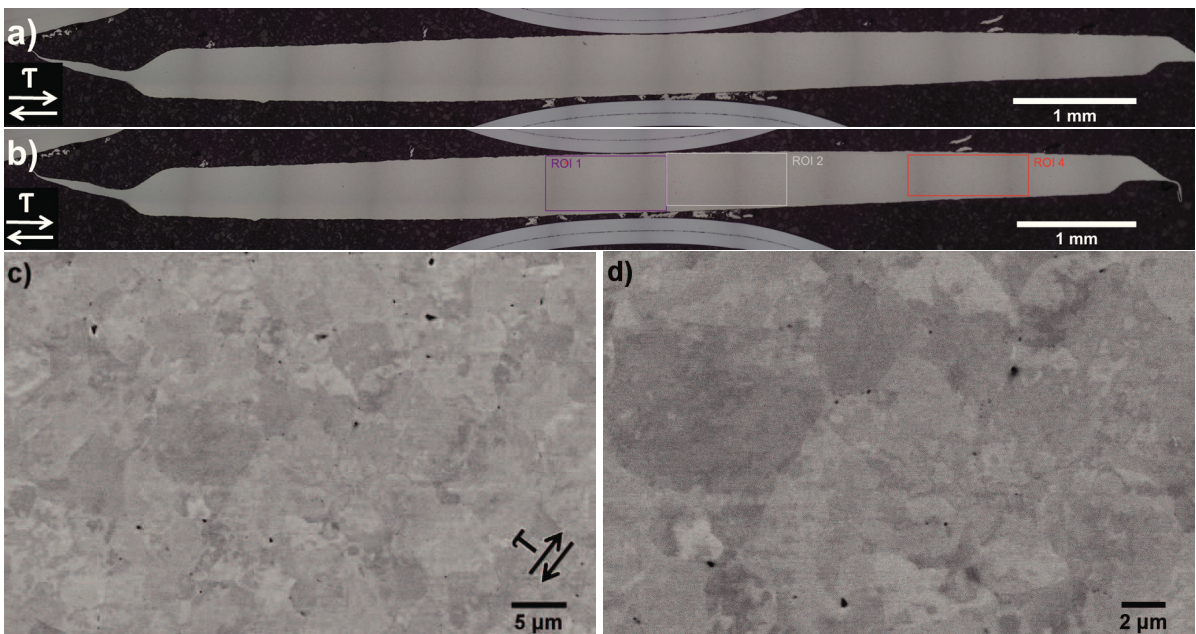
**Abbildung 6.23** Probe 23a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 2$  mm und d) weiter vergrößert bei  $r = 2$  mm.



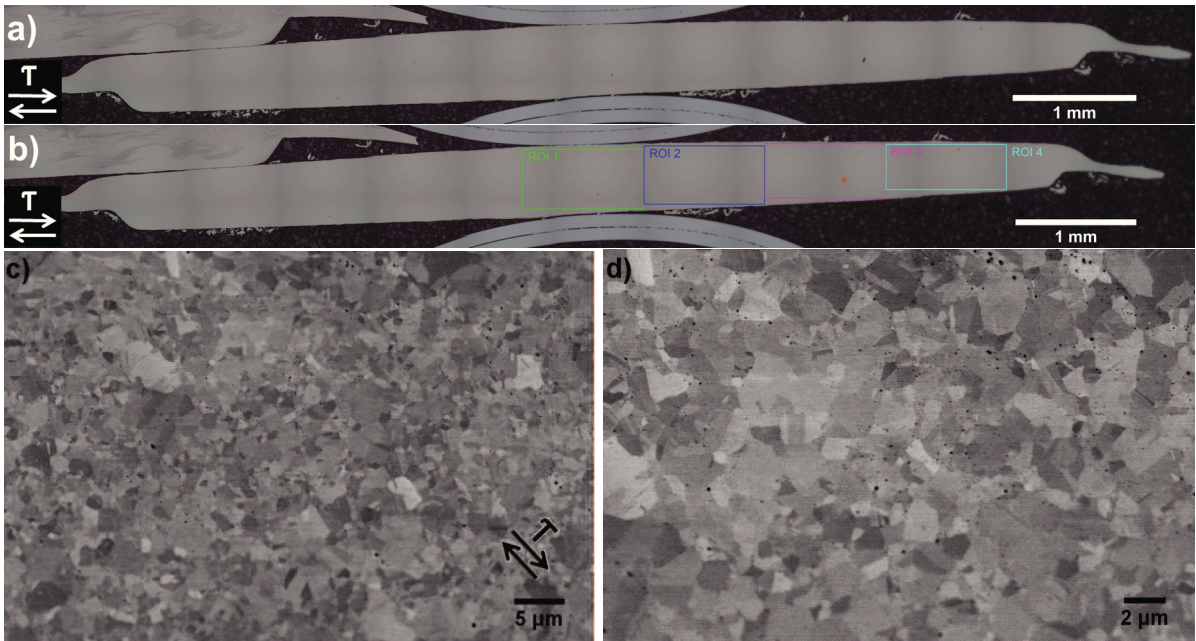
**Abbildung 6.24** Probe 24a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 1$  mm und d) weiter vergrößert bei  $r = 1$  mm.



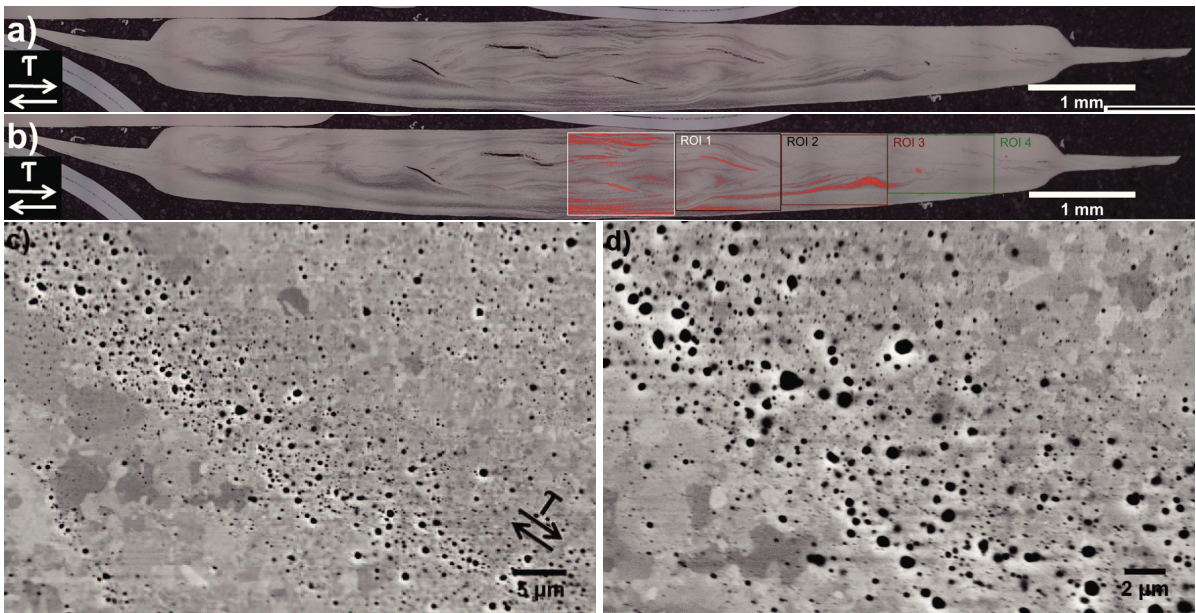
**Abbildung 6.25** Probe 25a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 0$  mm und d) weiter vergrößert bei  $r = 0$  mm.



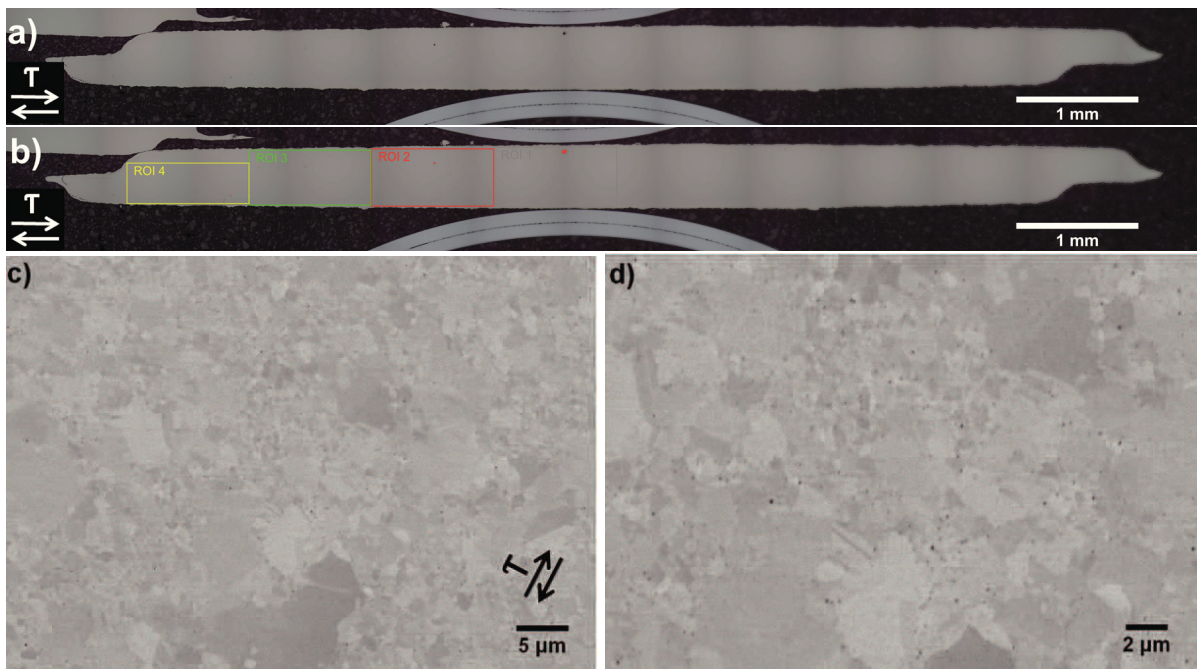
**Abbildung 6.26** Probe 26a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 3$  mm und d) weiter vergrößert bei  $r = 3$  mm.



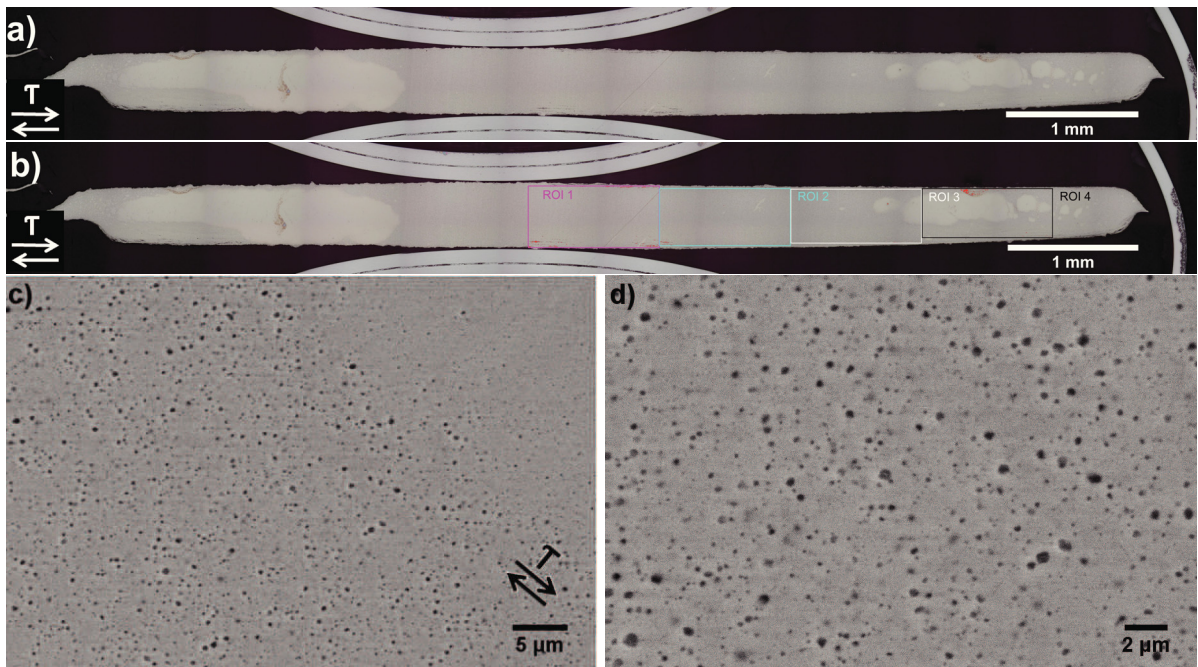
**Abbildung 6.27** Probe 27a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 1 \text{ mm}$  und d) weiter vergrößert bei  $r = 1 \text{ mm}$ .



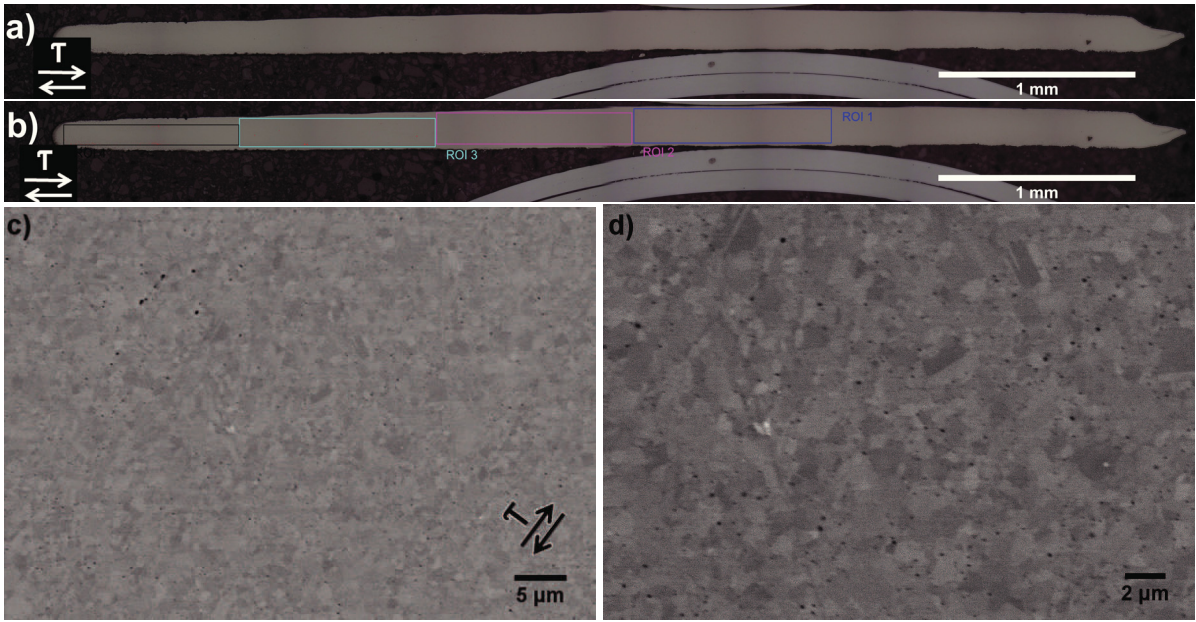
**Abbildung 6.28** Probe 28a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 3 \text{ mm}$  und d) weiter vergrößert bei  $r = 3 \text{ mm}$ .



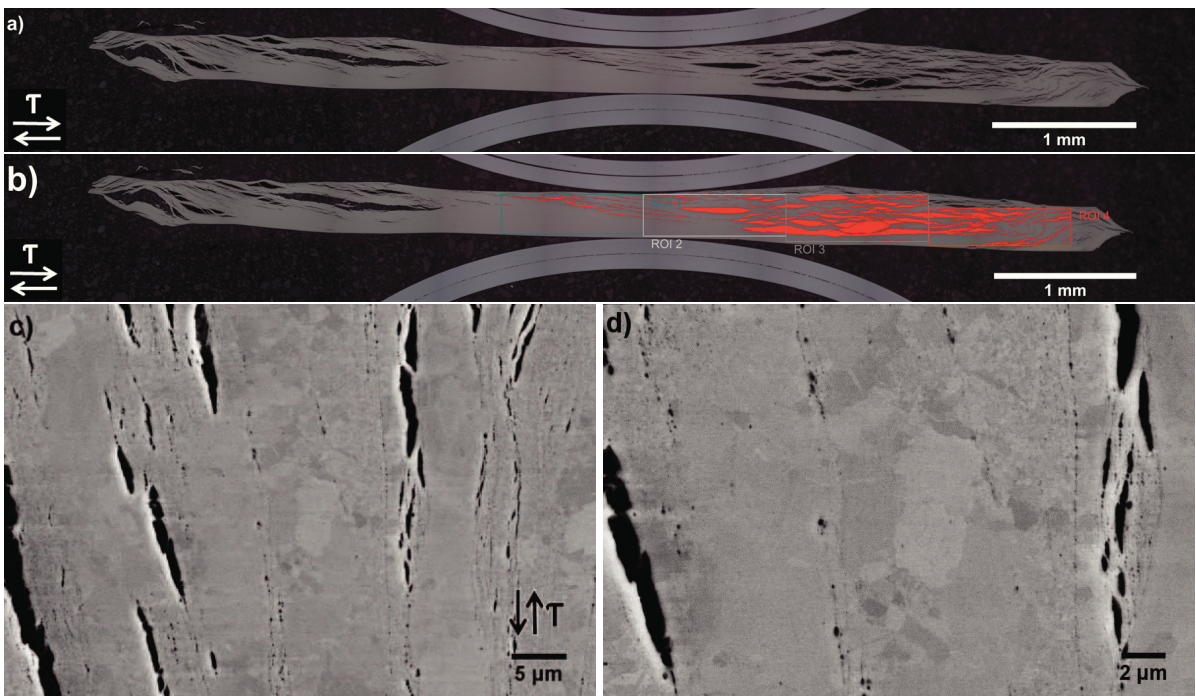
**Abbildung 6.29** Probe 29a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 0$  mm und d) weiter vergrößert bei  $r = 0$  mm.



**Abbildung 6.30** Probe 30a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 3$  mm und d) weiter vergrößert bei  $r = 3$  mm.



**Abbildung 6.31** Probe 31a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 0$  mm und d) weiter vergrößert bei  $r = 0$  mm.



**Abbildung 6.32** Probe 32a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c)  $r = 3$  mm und d) weiter vergrößert bei  $r = 3$  mm.



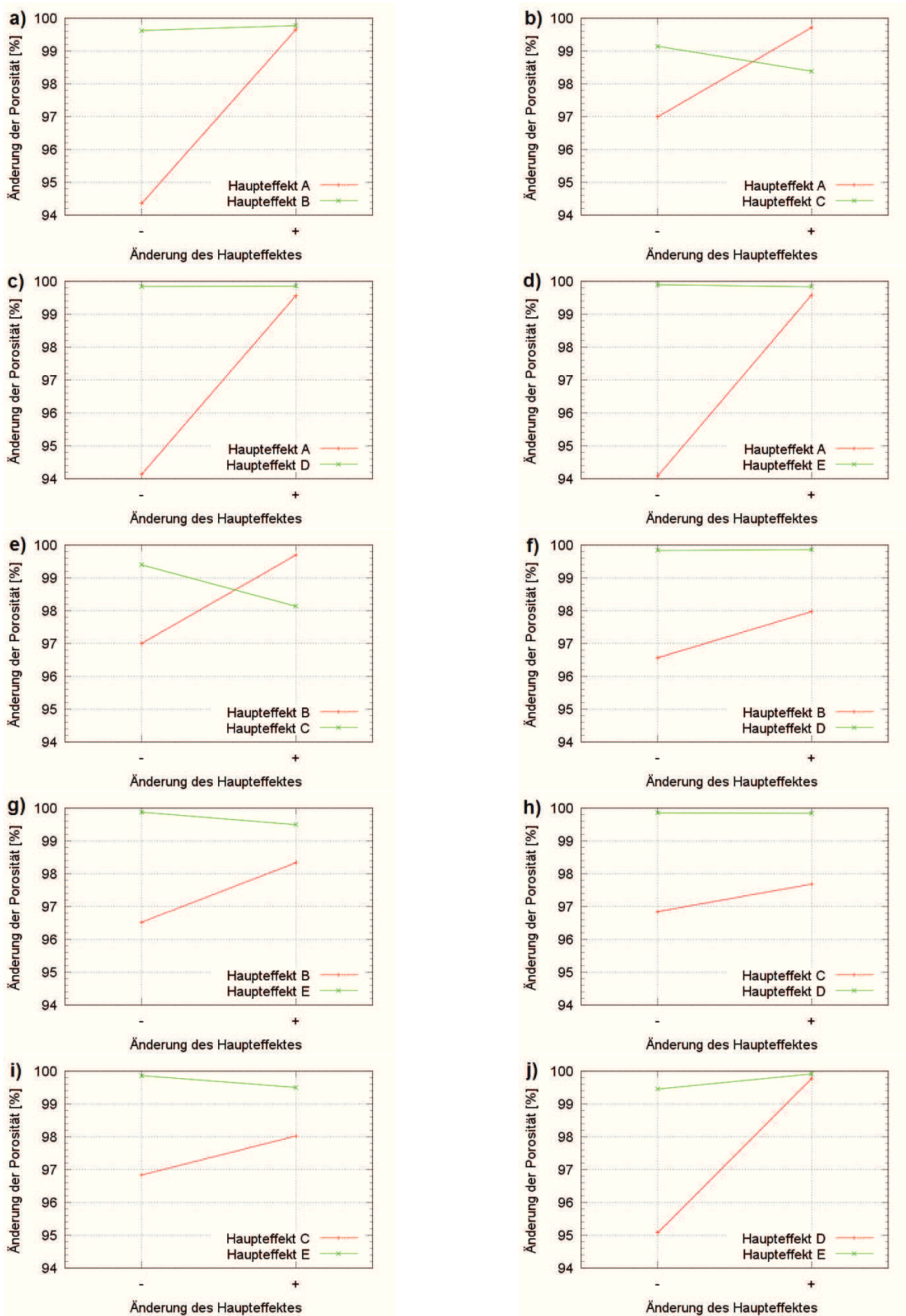
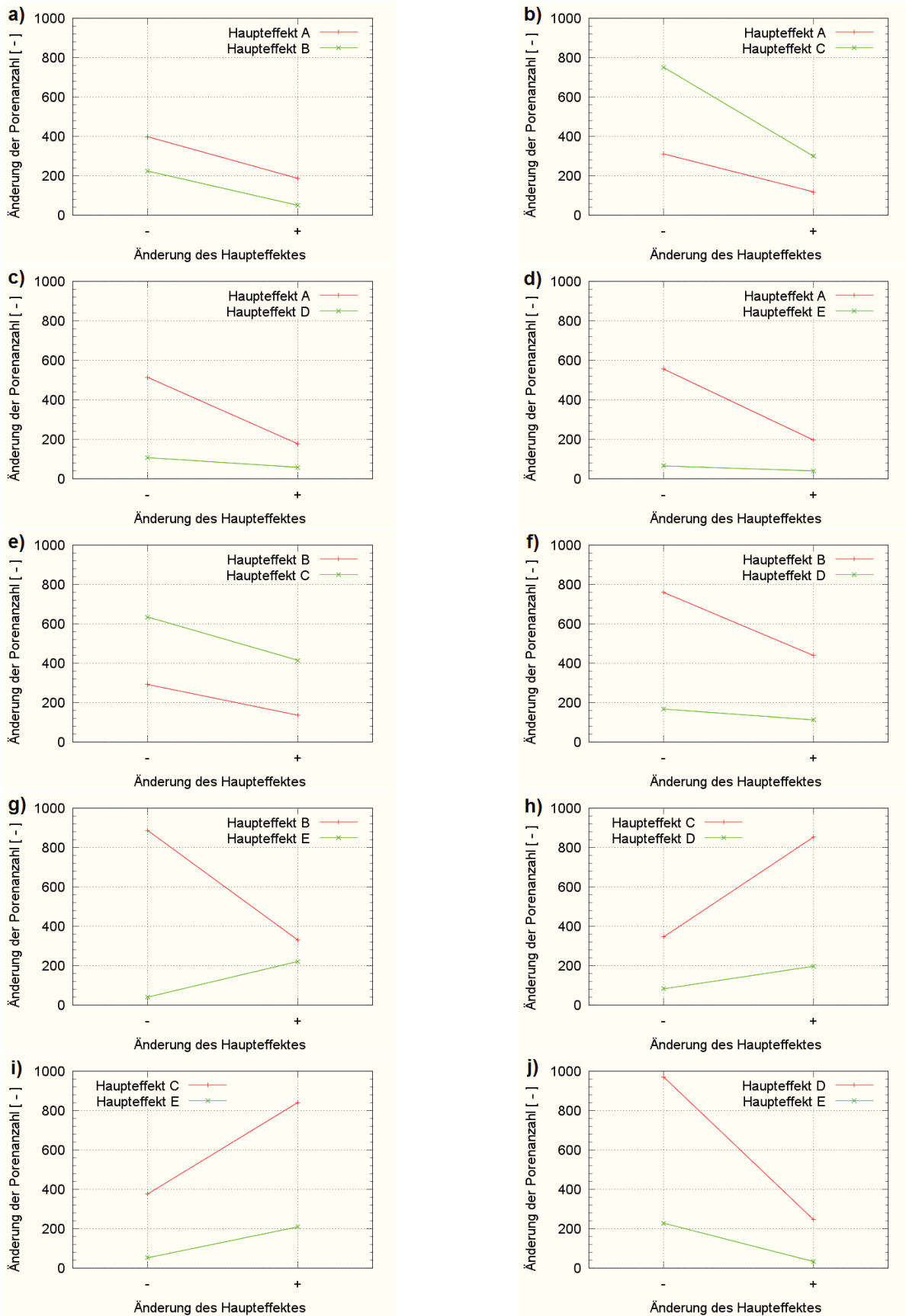
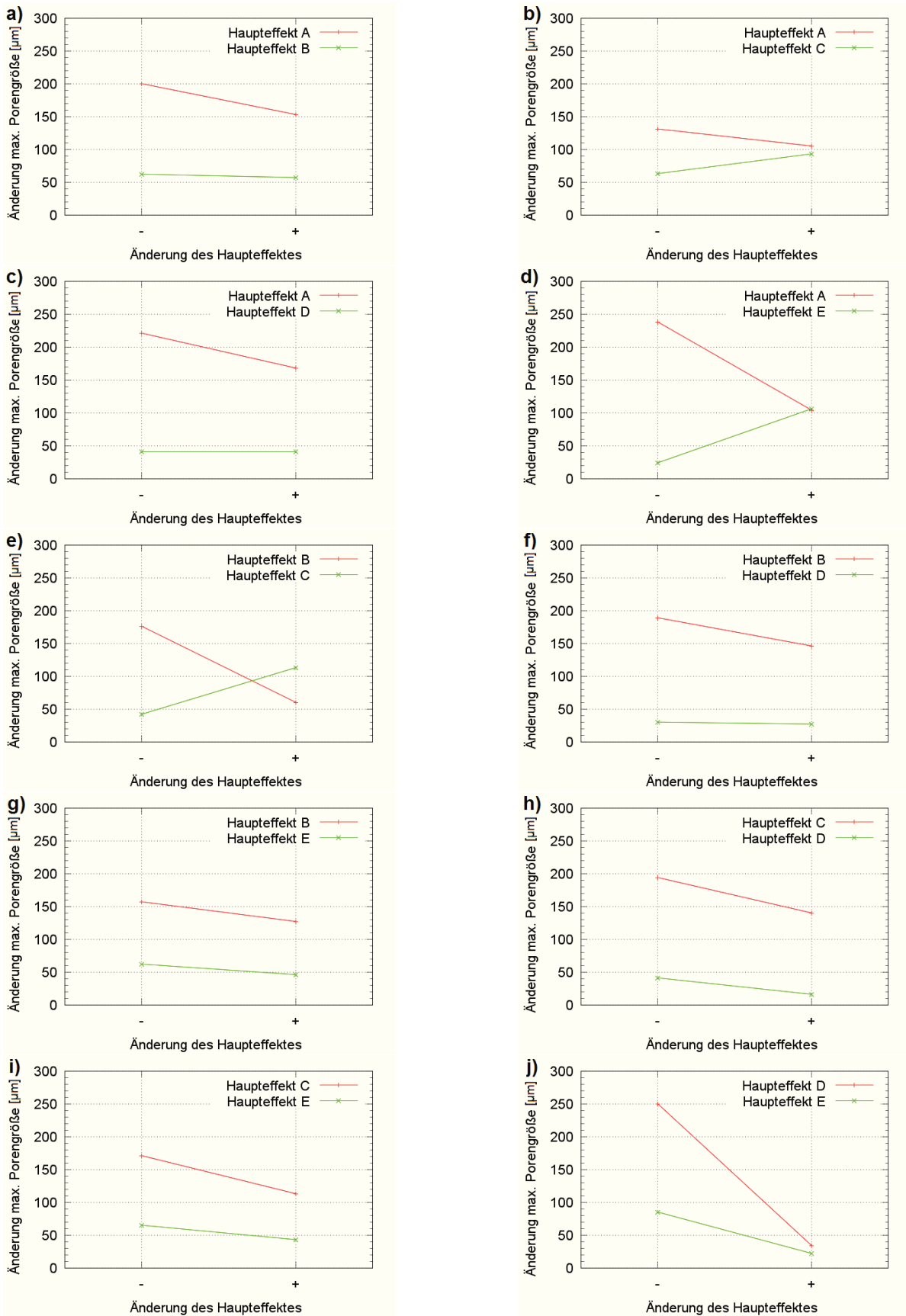


Abbildung 6.33 Wechselwirkungsdiagramme zur Änderung der Porositäten. Es wird jeweils die Wechselwirkung zweier Haupteffekte dargestellt.



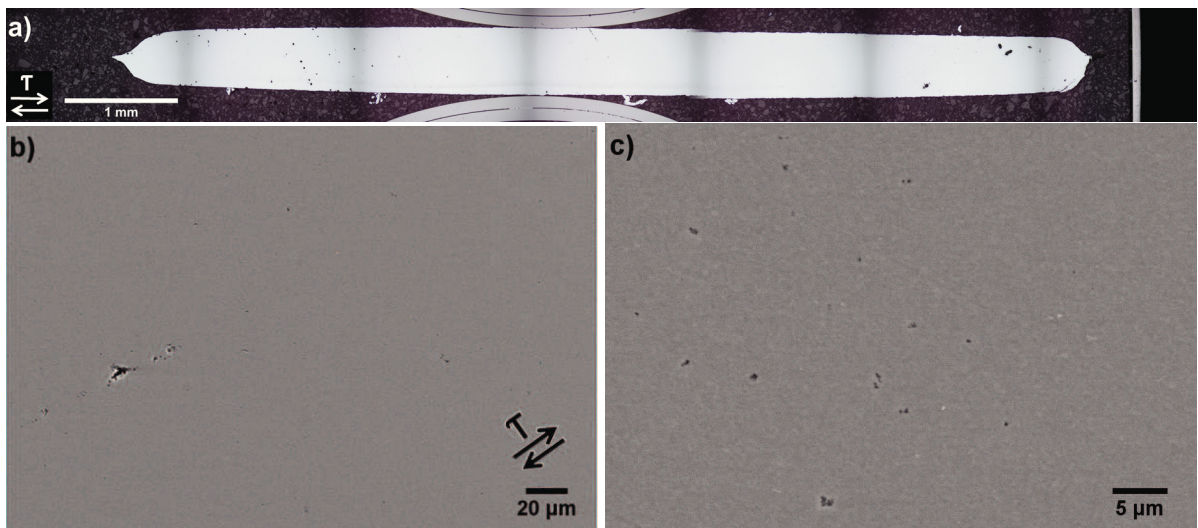
**Abbildung 6.34** Wechselwirkungsdiagramme zur Änderung der Porenanzahl. Es wird jeweils die Wechselwirkung zweier Haupteffekte dargestellt.



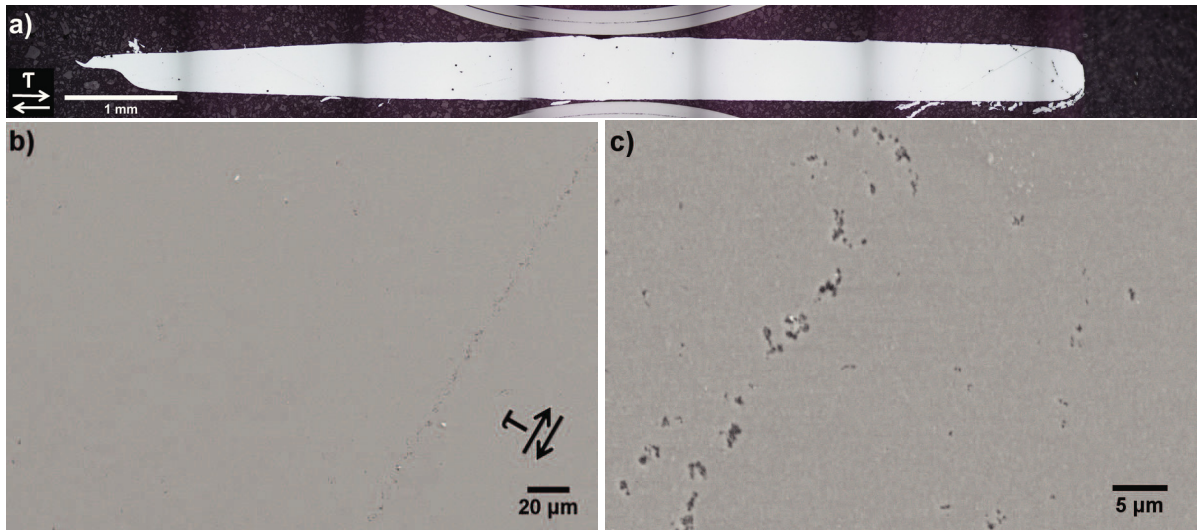
**Abbildung 6.35** Wechselwirkungsdiagramme zur Änderung der maximalen Porengröße. Es wird jeweils die Wechselwirkung zweier Haupteffekte dargestellt.



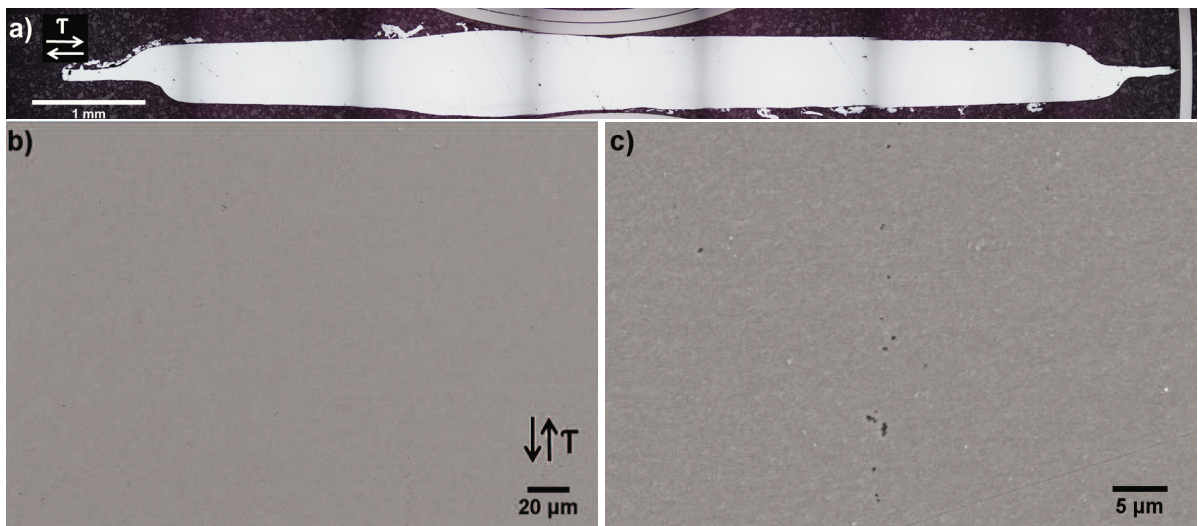
**Abbildung 6.36** Aluminiumprobe, die bei 170°C druckgeglüht wurde. a) Übersicht, b) raster-elektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei  $r = 2$  mm und c) vergrößert bei  $r = 2$  mm.



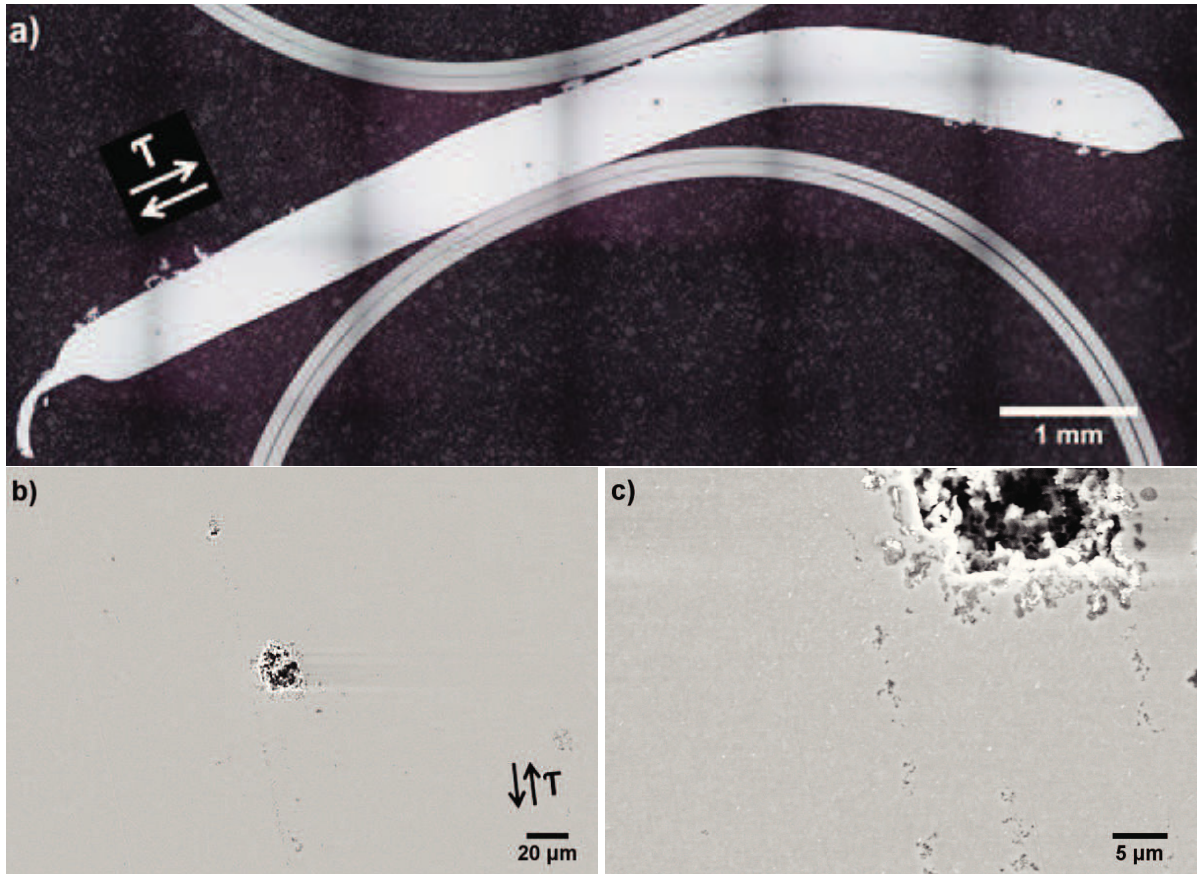
**Abbildung 6.37** Aluminiumprobe, die bei 270°C druckgeglüht wurde. a) Übersicht, b) raster-elektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei  $r = 3$  mm und c) vergrößert bei  $r = 3$  mm.



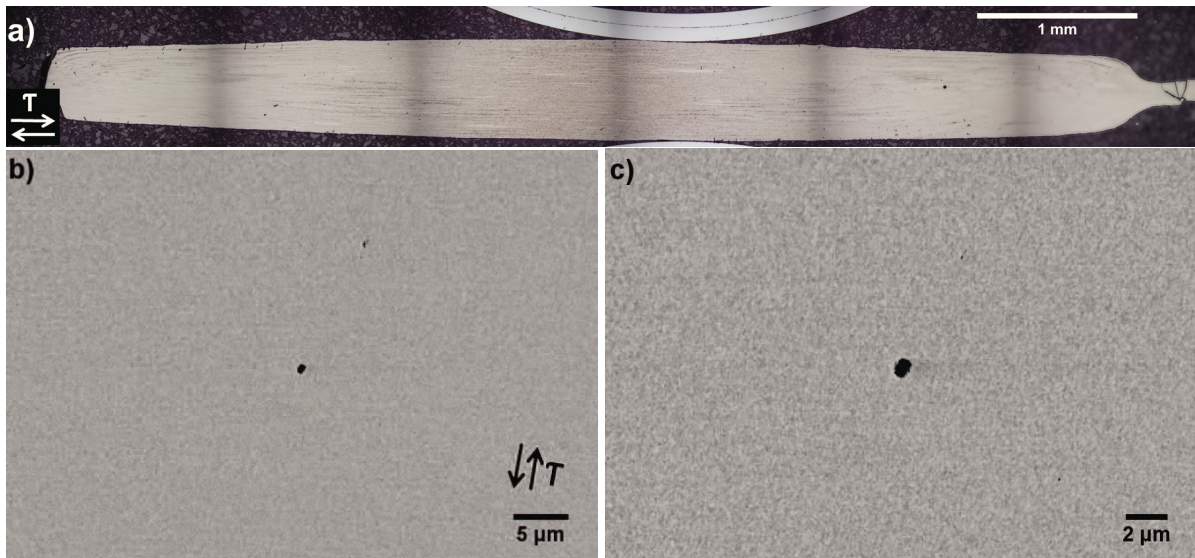
**Abbildung 6.38** Aluminiumprobe, die bei 370°C druckgeglüht wurde. a) Übersicht, b) raster-elektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei  $r = 2$  mm und c) vergrößert bei  $r = 2$  mm.



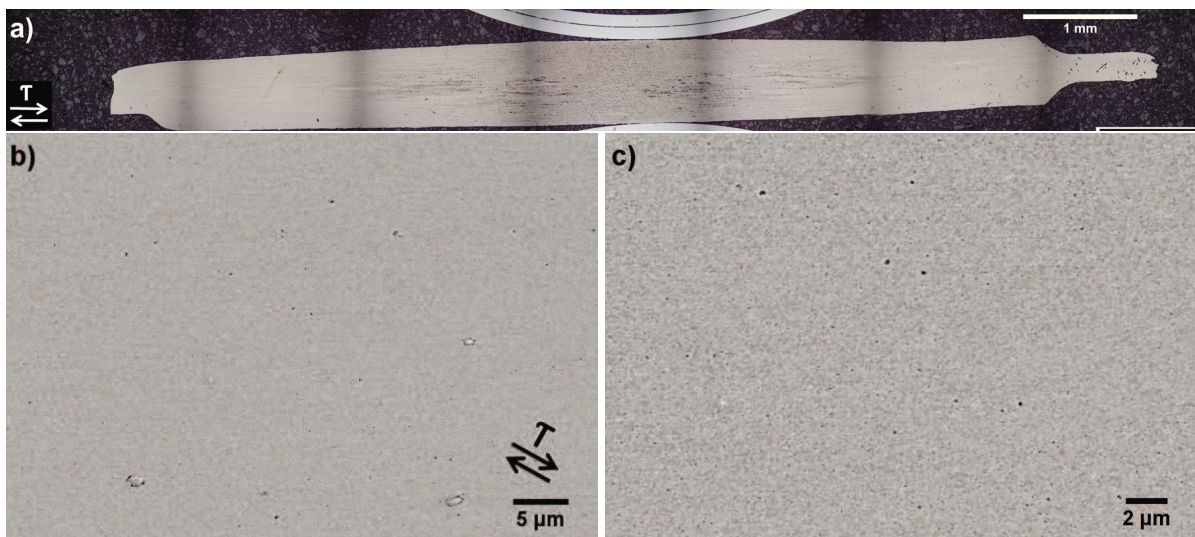
**Abbildung 6.39** Aluminiumprobe, die bei 420°C druckgeglüht wurde. a) Übersicht, b) raster-elektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei  $r = 2$  mm und c) vergrößert bei  $r = 2$  mm.



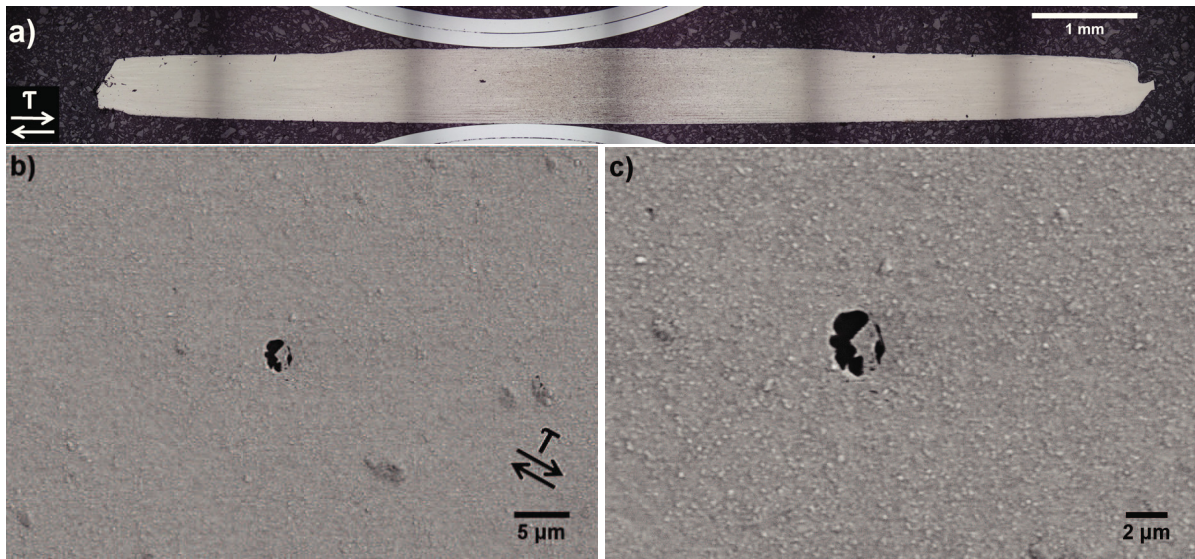
**Abbildung 6.40** Aluminiumprobe, die bei 520°C druckgeglüht wurde. a) Übersicht, b) raster-elektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei  $r = 3$  mm und c) vergrößert bei  $r = 3$  mm.



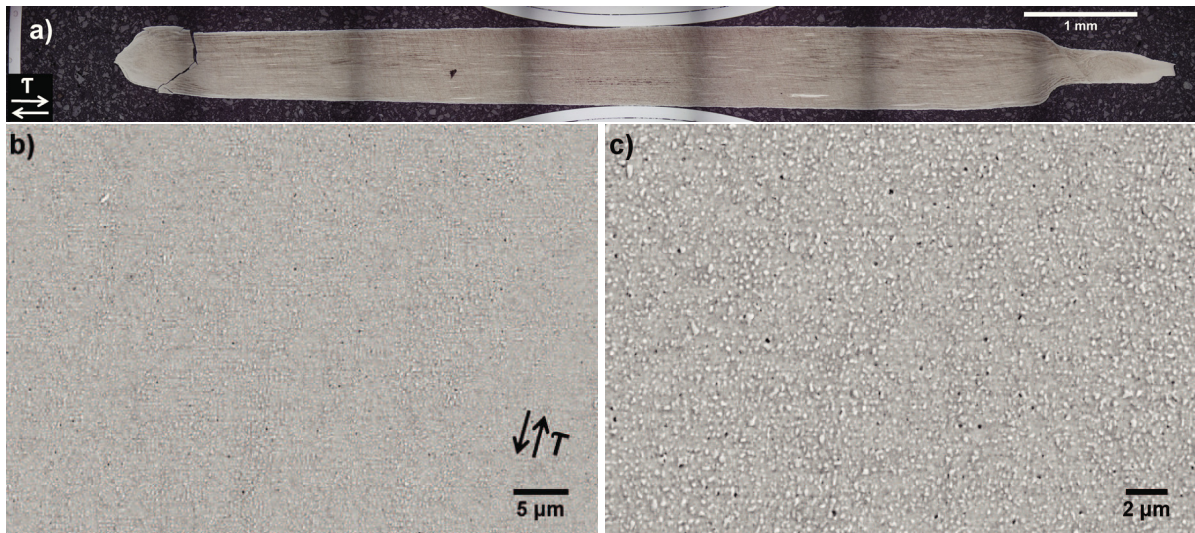
**Abbildung 6.41** Nickelprobe mit zusätzlicher Oxidschicht, die bei 200°C druckgeglüht wurde. a) Übersicht, b) rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei  $r = 2$  mm und c) vergrößert bei  $r = 2$  mm.



**Abbildung 6.42** Nickelprobe mit zusätzlicher Oxidschicht, die bei 400°C druckgeglüht wurde. a) Übersicht, b) rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei  $r = 3$  mm und c) vergrößert bei  $r = 3$  mm.



**Abbildung 6.43** Nickelprobe mit zusätzlicher Oxidschicht, die bei 500°C druckgeglüht wurde. a) Übersicht, b) rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei  $r = 1$  mm und c) vergrößert bei  $r = 1$  mm.



**Abbildung 6.44** Nickelprobe mit zusätzlicher Oxidschicht, die bei 700°C druckgeglüht wurde. a) Übersicht, b) rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei  $r = 3$  mm und c) vergrößert bei  $r = 3$  mm.



# Abbildungsverzeichnis

2.1	Schematische Darstellung des HPT-Verfahrens a) und b) die Matrizen mit angedeuteter Geometrie der Kavität und der Probe [10]. . . . .	5
2.2	Das HPT-Verfahren adaptiert mit induktiver Heizung a) und b) das HPT-Verfahren adaptiert mit Vakuumkammer. . . . .	7
2.3	Entwicklung von Poren und Rissen durch Glühen der Proben bei a) 320°C, b) 370°C, c) 420°C und d) 470°C. . . . .	9
2.4	Binäre Phasendiagramme von a) Ni - O [11–14] und b) Al - O [15–17]. . . .	10
2.5	Mechanismus der Oxidstabilisierung mit a) Ausgangsform des Pulvers, b) Kompaktierung und Beginn der Scherung der Körner, c) Scherung der Körner und beginnende Fragmentierung der Oxidschicht, d) Sättigungszustand, e) nach der Glühbehandlung und f) oxidiertes Nickeln Korn mit fehlerbehafteter Oxidschicht durch Glühen des Pulvers. . . . .	14
2.6	Härtewerte als Funktion des Probenradius von a) HPT-verformtem Nickel mit unterschiedlicher Oxidschichtdicke im Vergleich zu bulk-HPT-Nickel ohne Oxidteilchen [10] sowie b) HPT-verformtes Aluminium mit natürlicher Oxidschicht im Vergleich zu Härtewerten von bulk-HPT-Aluminium [8]. . . . .	16
2.7	Drehmomentkurve beim HPT-Umformen von Aluminium und Nickel mit natürlicher Oxidschicht und von Nickel mit zusätzlicher Oxidschicht durch Glühen des Pulvers bei 400°C für 10 min in Luftatmosphäre. . . . .	17
2.8	Themische Stabilität von a) Nickel [4, 21] und b) Aluminium [8]. . . . .	18
3.1	a) Querschnitt einer Nickelprobe, die ohne Prozessoptimierung in der HPT-Anlage umgeformt und bei 600°C geglüht wurde. b) und c) stellen rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen derselben Probe am Radius $r = 3$ mm bei unterschiedlichen Vergrößerungen dar. . . . .	21

3.2	a) Querschnitt einer Nickelprobe, die ohne Prozessoptimierung in der HPT-Anlage umgeformt und nicht gegläht wurde. Es sind nur sehr wenige Fehlstellen erkennbar. b) und c) sind rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen derselben Probe am Radius $r = 3$ mm bei unterschiedlichen Vergrößerungen. . . . .	22
3.3	a) Konstruktionszeichnung der Zugumkehr zur Pulverkompaktierung. b) Einfüllen des Metallpulvers in die Matrize und Stempel zur Kompaktierung. c) Über die Zugumkehr gestülpte Vakuumkammer und d) der Aufbau mit Ofenheizung. . . . .	30
3.4	Haupteffektdiagramm zur Darstellung der Dichteänderung der Nickelproben.	37
3.5	Haupteffektdiagramm zur Darstellung der Änderung der Porenanzahl der Nickelproben. . . . .	38
3.6	Haupteffektdiagramm zur Darstellung der Änderung der maximalen Porengröße der Nickelproben. . . . .	39
3.7	Einfluss der Haupteffekte auf die Änderung der Dichte, der Porenanzahl und der maximalen Porengröße in den Proben. . . . .	42
3.8	Einfluss des Pressdrucks sowie der Pulvervorbereitung auf die Dichte des Presslings. a) verpresstes Nickelausgangspulver und b) vakuumgeglühtes Nickelpulver. . . . .	43
3.9	Probe 32 ohne Prozessoptimierung mit a) Übersicht, b) den ROI's sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 3$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 3$ mm. . . . .	45
3.10	Probe 13 mit optimaler Prozessoptimierung. a) Übersicht, b) mit den ROI's sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 3$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 3$ mm. . . . .	47
4.1	Aluminiumprobe, die bei $470^{\circ}\text{C}$ druckgeglüht wurde. a) Übersicht, b) rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei $r = 2$ mm und c) vergrößert bei $r = 2$ mm. d) Riss vermutlich ausgelöst durch schlechte Kompaktierung und e) vergrößerte Darstellung von d). . . . .	50
4.2	Nickelprobe mit zusätzlicher Oxidschicht, die bei $600^{\circ}\text{C}$ druckgeglüht wurde. a) Übersicht, b) rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei $r = 2$ mm und c) vergrößert bei $r = 2$ mm. . . . .	51
4.3	Thermische Stabilität der a) Aluminiumproben und b) der Nickelproben verglichen mit und ohne Prozessoptimierung. . . . .	52

6.1	Probe 1a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 2$ mm und d) vergrößert bei $r = 2$ mm. . . . .	57
6.2	Probe 2a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 3$ mm und d) vergrößert bei $r = 3$ mm. . . . .	57
6.3	Probe 3a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 0$ mm und d) vergrößert bei $r = 0$ mm. . . . .	58
6.4	Probe 4a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 1$ mm und d) vergrößert bei $r = 1$ mm. . . . .	58
6.5	Probe 5a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 0$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 0$ mm. . . . .	59
6.6	Probe 6a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 2$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 2$ mm. . . . .	59
6.7	Probe 7a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 1$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 1$ mm. . . . .	60
6.8	Probe 8a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 1$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 1$ mm. . . . .	60
6.9	Probe 9a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 1$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 1$ mm. . . . .	61
6.10	Probe 10a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 3$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 3$ mm. . . . .	61
6.11	Probe 11a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 3$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 3$ mm. . . . .	62

6.12	Probe 12a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 1$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 1$ mm. . . . .	62
6.13	Probe 13a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 3$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 3$ mm. . . . .	63
6.14	Probe 14a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 1$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 1$ mm. . . . .	63
6.15	Probe 15a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 3$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 2$ mm. . . . .	64
6.16	Probe 16a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 0$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 0$ mm. . . . .	64
6.17	Probe 17a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 1$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 1$ mm. . . . .	65
6.18	Probe 18a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 1$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 1$ mm. . . . .	65
6.19	Probe 19a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 2$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 2$ mm. . . . .	66
6.20	Probe 20a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 2$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 2$ mm. . . . .	66
6.21	Probe 21a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 3$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 3$ mm. . . . .	67
6.22	Probe 22a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 2$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 2$ mm. . . . .	67

6.23	Probe 23a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 2$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 2$ mm. . . . .	68
6.24	Probe 24a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 1$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 1$ mm. . . . .	68
6.25	Probe 25a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 0$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 0$ mm. . . . .	69
6.26	Probe 26a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 3$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 3$ mm. . . . .	69
6.27	Probe 27a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 1$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 1$ mm. . . . .	70
6.28	Probe 28a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 3$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 3$ mm. . . . .	70
6.29	Probe 29a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 0$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 0$ mm. . . . .	71
6.30	Probe 30a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 3$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 3$ mm. . . . .	71
6.31	Probe 31a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 0$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 0$ mm. . . . .	72
6.32	Probe 32a) Übersicht, b) mit den Auswertefeldern sowie rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei c) $r = 3$ mm und d) weiter vergrößert bei $r = 3$ mm. . . . .	72
6.33	Wechselwirkungsdiagramme zur Änderung der Porositäten. Es wird jeweils die Wechselwirkung zweier Haupteffekte dargestellt. . . . .	73
6.34	Wechselwirkungsdiagramme zur Änderung der Porenanzahl. Es wird jeweils die Wechselwirkung zweier Haupteffekte dargestellt. . . . .	74

6.35	Wechselwirkungsdiagramme zur Änderung der maximalen Porengröße. Es wird jeweils die Wechselwirkung zweier Haupteffekte dargestellt. . . . .	75
6.36	Aluminiumprobe, die bei 170°C druckgeglüht wurde. a) Übersicht, b) rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei r = 2 mm und c) vergrößert bei r = 2 mm. . . . .	76
6.37	Aluminiumprobe, die bei 270°C druckgeglüht wurde. a) Übersicht, b) rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei r = 3 mm und c) vergrößert bei r = 3 mm. . . . .	76
6.38	Aluminiumprobe, die bei 370°C druckgeglüht wurde. a) Übersicht, b) rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei r = 2 mm und c) vergrößert bei r = 2 mm. . . . .	77
6.39	Aluminiumprobe, die bei 420°C druckgeglüht wurde. a) Übersicht, b) rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei r = 2 mm und c) vergrößert bei r = 2 mm. . . . .	77
6.40	Aluminiumprobe, die bei 520°C druckgeglüht wurde. a) Übersicht, b) rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei r = 3 mm und c) vergrößert bei r = 3 mm. . . . .	78
6.41	Nickelprobe mit zusätzlicher Oxidschicht, die bei 200°C druckgeglüht wurde. a) Übersicht, b) rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei r = 2 mm und c) vergrößert bei r = 2 mm. . . . .	79
6.42	Nickelprobe mit zusätzlicher Oxidschicht, die bei 400°C druckgeglüht wurde. a) Übersicht, b) rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei r = 3 mm und c) vergrößert bei r = 3 mm. . . . .	79
6.43	Nickelprobe mit zusätzlicher Oxidschicht, die bei 500°C druckgeglüht wurde. a) Übersicht, b) rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei r = 1 mm und c) vergrößert bei r = 1 mm. . . . .	80
6.44	Nickelprobe mit zusätzlicher Oxidschicht, die bei 700°C druckgeglüht wurde. a) Übersicht, b) rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probe bei r = 3 mm und c) vergrößert bei r = 3 mm. . . . .	80

# Tabellenverzeichnis

3.1	Darstellung der vollfaktoriellen Versuchsplanung für die 32 Versuche. VG steht für Vakuumglühen, VK steht für Vakuumkompaktieren, T bedeutet erhöhte Temperatur, RT bedeutet Raumtemperatur. (-) steht für das unveränderte Einstellniveau, (+) steht für das veränderte Einstellniveau. . . . .	24
3.2	Teil 1 der Berechnung der Wechselwirkungen und Zuordnung zu den einzelnen Proben. Vertikal sind die einzelnen Versuchsnummern aufgetragen. Durch die Multiplikation der Werte der Einstellniveaus ergibt sich das Einstellniveau der Wechselwirkung. (-) bedeutet Einstellniveau des Ausgangszustandes, (+) bedeutet Einstellniveau mit geänderten Einstellparametern wie Druck oder Temperatur. . . . .	28
3.3	Teil 2 der Berechnung der Wechselwirkungen und Zuordnung zu den einzelnen Proben. Vertikal sind die einzelnen Versuchsnummern aufgetragen. Durch die Multiplikation der Werte der Einstellniveaus ergibt sich das Einstellniveau der Wechselwirkung. (-) bedeutet Einstellniveau des Ausgangszustandes, (+) bedeutet Einstellniveau mit geänderten Einstellparametern wie Druck oder Temperatur. . . . .	29
3.4	Auswertung der ROI's bezogen auf die Porositäten in den Nickelproben. Poren-V. steht für Porenvolumen und Material-V. steht für Materialvolumen. . . . .	33
3.5	Auswertung der ROI's bezogen auf die Porenanzahl in den Nickelproben. . . . .	34
3.6	Auswertung der ROI's bezogen auf die maximale Porengröße in den Nickelproben. . . . .	35
3.7	Ergebnistabelle der Haupteffekte bezogen auf die Dichteänderung in den Nickelproben. . . . .	37
3.8	Ergebnistabelle der Haupteffekte bezogen auf die Porenanzahl in den Nickelproben. . . . .	38
3.9	Ergebnistabelle der Haupteffekte bezogen auf die maximalen Porengrößen in den Nickelproben. . . . .	39

- 3.10 Reihung der Herstellungsmöglichkeiten mit Hilfe des Qualitätsfaktors Q. Prozessschritte mit niedrigem Qualitätsfaktor führen zu den bestmöglichen Ergebnissen.  $\bar{y}_{PO}$  ist der Mittelwert der Porosität, PA stellt die Porenanzahl und  $PG_{max}$  die maximale Porengröße dar. (+) und (-) beschreiben das positive und das negative Einstellniveau. Die Buchstaben A bis E weisen auf die Hauptfaktoren hin, wobei A die Pulvervorbereitung, B und C die Pulverkompaktierung, D die Verformungstemperatur und E die Glühbehandlung beschreiben. . . . 46
- 6.1 Hilfstabelle. VG steht für Vakuumglühen, VK für Vakuumkompaktieren, K für Kompaktieren, U für Umformen und DG steht für Druckglühen der Proben. 56



# Literaturverzeichnis

- [1] M. Dao et al. Toward a quantitative understanding of mechanical behavior of nanocrystalline metals. *Acta Materialia*, 55:4041–4065, 2007.
- [2] H. Shen et al. Influence of powder consolidation methods on the structural and thermal properties of a nanophase cu-50wt *NanoStructured Materials*, 6:385–388, 1995.
- [3] R.Z. Valiev et al. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in Materials Science*, 45:103–189, 2000.
- [4] Reinhard Pippan et al. Saturation of fragmentation during severe plastic deformation. *Annual Review of Materials Research*, 40:319–343, 2010.
- [5] M. Ashida. Effect of ball milling and high- pressure torsion for improving mechanical properties of al-al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposites. *Journal of Materials Science*, 47:7821–7827, 2012.
- [6] Christian Mitterer. *Skriptum nanostrukturierte Werkstoffe*. Department für Metallkunde und Werkstoffprüfung, 2011.
- [7] Andreas Vorhauer. *On the influence of temperature during severe plastic deformation and subsequent annealing*. PhD thesis, University of Leoben, 2005.
- [8] Andrea Bachmaier et al. Effect of oxide particles on the stabilization and final microstructure in aluminium. *Materials Science and Engineering A*, 528:7589–7595, 2011.
- [9] R. Z. Valiev et al. Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation. *JOM*, 58(4):33–39, 2006.

- [10] Andrea Bachmaier. *Generation of bulk nanocomposites by severe plastic deformation*. PhD thesis, University of Leoben, August 2011.
- [11] R.P. Elliott. *Constitution of binary alloys, first supplement*. New York, 1965.
- [12] I. Wakabayashi et al. Ni-o. *J. Phys. Soc. Jpn.*, 25:227, 1968.
- [13] J.P. Neumann. *Binary alloy phase diagrams*. Materials Information Soc., Materials Park, Ohio, 1990.
- [14] A.S. Fouda. Ni-o. *J. Electroanal. Chem. Interfacial Electrochem.*, 114:83, 1980.
- [15] B. Hallstedt. Binary systems. part 2: elements and binary systems from b-c to cr-zr. *J. Phase Equilibria*, 14:662–675, 1993.
- [16] H.A. Wriedt. Phase diagrams for binary alloys. *Bull. Alloy phase Diagrams*, 6:548–553, 1985.
- [17] J. R. Taylor et al. Acrialloy assessment of thermodynamic and phase diagram data for the al-o system. *Calphad*, 16:173–179, 1992.
- [18] Günter Gottstein. *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. Springer Verlag Berlin Heidelberg, 2007.
- [19] H. Clemens. *Skriptum Metallkunde I*. Department für Metallkunde und Werkstoffprüfung, 2009.
- [20] H. Clemens. *Skriptum Metallkunde II*. Department für Metallkunde und Werkstoffprüfung, 2013.
- [21] Andrea Bachmaier et al. New procedure to generate stable nanocrystallites by severe plastic deformation. *Scripta Materialia*, 61:1016–1019, 2009.
- [22] Martin Hafok. *Aufklärung der Verformungsvorgänge bei der Hochverformung*. PhD thesis, University of Leoben, 2007.
- [23] Tilo Pfeifer. *Qualitätsmanagement - Strategien, Methoden, Techniken*. Carl Hanser Verlag München Wien, 2001.

[24] Tilo Pfeifer. *Praxisbuch Qualitätsmanagement*. Carl Hanser Verlag München Wien, 2001.