



# **Mechanisches Legieren von Aluminium durch Rührreibprozesse**

**Dissertation**

zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor rer. nat.

eingereicht an der  
Mathematisch-Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät  
der Universität Augsburg

von  
**Maximilian Gnedel**  
aus Füssen

2023

Erstgutachter: Prof. Dr. Ferdinand Haider  
Zweitgutachter: Prof. Dr. Markus Sause  
Vorsitzender der mündlichen Prüfung: Prof. Dr. Liviu Chioncel

Tag der mündlichen Prüfung: 09.03.2023

*„Philosophie ohne Naturwissenschaft ist leer.  
Und Naturwissenschaften ohne Philosophie sind blind.“*  
- Richard David Precht



# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Abstract</b>	<b>7</b>
<b>2</b>	<b>Danksagung</b>	<b>8</b>
<b>3</b>	<b>Der Einsatz von FSP als Alternative für die Legierungsbildung</b>	<b>9</b>
<b>4</b>	<b>Legierungsbildung durch Extremverformung</b>	<b>11</b>
4.1	Fügen durch plastische Verformung . . . . .	11
4.1.1	Rührreibschweißen . . . . .	11
4.1.2	Accumulative Roll Bonding . . . . .	12
4.1.3	Magnetimpulsschweißen . . . . .	14
4.2	Mischen durch plastische Verformung . . . . .	14
4.2.1	Methoden zum mechanischen Legieren von Aluminium . . . . .	14
4.2.2	Der Rührreibprozess . . . . .	16
<b>5</b>	<b>Materialwissenschaftliche Grundlagen</b>	<b>18</b>
5.1	Prozessbedingte mikrostrukturelle Materialeigenschaften . . . . .	18
5.1.1	Eigenschaften rührreibgeschweißten und -prozessierten Materials . . . . .	18
5.1.2	Eigenschaften von Material gefertigt durch ARB . . . . .	20
5.1.3	Eigenschaften magnetpulsgeschweißten Materials . . . . .	20
5.2	Al-Cu . . . . .	20
5.2.1	Mechanische Eigenschaften und Ausscheidungsprozesse . . . . .	20
5.2.2	Bildung intermetallischer Phasen und Interdiffusion . . . . .	22
5.3	Al-Zr . . . . .	24
5.4	Al-Fe . . . . .	25
5.5	Al-C . . . . .	26
<b>6</b>	<b>Untersuchungsmethoden</b>	<b>27</b>
6.1	Bildgebende Verfahren . . . . .	27
6.1.1	Röntgencomputertomographie . . . . .	27
6.1.2	Lichtmikroskopie . . . . .	28
6.1.3	Rasterelektronenmikroskopie . . . . .	29
6.1.4	Bildauswertungsverfahren . . . . .	32
6.1.5	Transmissionselektronenmikroskopie . . . . .	34
6.1.6	Symmetrieauswertung von Beugungsbildern . . . . .	36

---

---

6.2	Mechanische Untersuchung . . . . .	37
6.2.1	Härtemessung . . . . .	37
6.2.2	Zugprüfung . . . . .	37
6.2.3	Druckverformung . . . . .	38
6.3	Thermische Untersuchung . . . . .	39
6.4	SQUID-Messung . . . . .	39
6.5	Präparationsmethoden . . . . .	40
6.5.1	Mechanische Trenn- und Oberflächenbearbeitung . . . . .	40
6.5.2	Präparation für die Transmissionselektronenmikroskopie . . . . .	41
6.5.3	Präparation für die Rasterelektronenmikroskopie (EBSD) . . . . .	43
<b>7</b>	<b>Simulation des Rührreibprozesses</b>	<b>45</b>
7.1	FE-Simulation des Temperaturverlaufs . . . . .	45
7.1.1	Grundlagen der FE-Simulation . . . . .	45
7.1.2	Aufbau des verwendeten FE-Modells . . . . .	46
7.2	Numerische Integration der IMC-Schichtbreite . . . . .	49
7.2.1	Abschätzung der gelösten Zusatzelementkonzentration . . . . .	50
<b>8</b>	<b>Versuche</b>	<b>53</b>
8.1	Versuche zum Rührreibprozess mit Temperaturmessung . . . . .	53
8.2	Versuche zum Accumulative Roll Bonding . . . . .	58
8.3	Versuche zum Magnetimpulsschweißen . . . . .	59
8.4	Versuche zur Wärmebehandlung . . . . .	59
8.5	Versuchsplan . . . . .	60
<b>9</b>	<b>Ergebnisse</b>	<b>61</b>
9.1	Al-Cu . . . . .	61
9.1.1	Experimentelle Ergebnisse zur Integration von Kupferzusätzen in Aluminium	61
9.1.2	Simulationsergebnisse zur Integration von Kupferzusätzen in Aluminium . . .	75
9.2	Al-Zr . . . . .	81
9.3	Al-Fe . . . . .	87
9.4	Al-C . . . . .	93
9.4.1	Integration von Kohlenstoffkurzfasern durch FSP . . . . .	93
9.4.2	Integration von Kohlenstoffkurzfasern durch ARB . . . . .	94

---

<b>10 Zusammenfassung &amp; Diskussion</b>	<b>96</b>
10.1 Prozesstechnik . . . . .	96
10.2 Metallphysikalische Phänomene . . . . .	97
10.2.1 Intermetallische Phasenbildung an Grenzflächen . . . . .	97
10.2.2 Gestörtes Gefüge und beschleunigte Diffusion . . . . .	98
10.2.3 Auflösungsmechanismen und Verstärkung durch Kupferzusätze . . . . .	99
10.2.4 Verständnis und Einflussnahme auf Grobkornbildung in AN EW-2195-Nähten	100
10.3 Übertragbarkeit der Ergebnisse . . . . .	102
10.3.1 Vergleich mit anderen Materialsystemen . . . . .	102
10.3.2 Industrielle Nutzbarkeit . . . . .	103
<b>11 Ausblick</b>	<b>104</b>
11.1 Ansätze zur technischen Weiterführung . . . . .	104
11.2 Zukünftiger Stellenwert des mechanischen Legierens . . . . .	105
<b>12 Literatur</b>	<b>106</b>
<b>13 Anhang</b>	<b>118</b>

---

## Abbildungsverzeichnis

1	FSW-Skizze . . . . .	12
2	ARB-Skizze . . . . .	13
3	FSW-Zonen . . . . .	19
4	Al-Cu-Phasendiagramm . . . . .	21
5	Geometrie der FE-Simulation . . . . .	47
6	Skizze zum Auflösungsmodell . . . . .	51
7	Flussdiagramm zum Auflösungsmodell . . . . .	51
8	Skizze zum Versuchsaufbau des FSP . . . . .	53
9	Fotos des FSP-Setups . . . . .	54
10	REM-Aufnahmen zum Vergleich der Kupferzusätze . . . . .	56
11	Skizze der Thermoelementplatzierung . . . . .	57
12	Integrationsergebnis bei Pinvariation . . . . .	62
13	CT-Scan von integrierter Kupferfolie . . . . .	62
14	Ätzbild einer Probe mit aufgelösten Kupferzusätzen . . . . .	63
15	Gemessene Prozesstemperaturen beim FSP . . . . .	64
16	Kupferverteilung am Rand der Rührzone . . . . .	65
17	Härtekarten von Proben mit aufgelösten Kupferzusätzen . . . . .	66
18	Aushärtbarkeit der FSP-Rührzone . . . . .	67
19	Bandkontrastmessungen am Rand der Rührzone . . . . .	67
20	DSC-Signal einer Rührzonenprobe mit aufgelösten Kupferzusätzen . . . . .	67
21	STEM- und SAD-Ergebnisse einer Al-Cu-Interdiffusionszone . . . . .	68
22	REM-Aufnahme einer gebrochenen Phase und Graph zur Phasenbreitenstatistik . . . . .	69
23	FIB-REM-Durchlauf einer Interdiffusionszone . . . . .	70
24	Arrhenius-Auftragung von Phasenbreiten erzeugt durch FSP . . . . .	70
25	Bildauswertungsverfahren zur Erzeugung von Partikelgrößenverteilungshistogrammen . . . . .	71
26	Graphen zum IMC-Phasenwachstum in ARB-Laminaten aus Al und Cu . . . . .	72
27	STEM/REM-Ergebnisse zum Grenzbereich erzeugt durch MPW . . . . .	73
28	Phasenbestimmung durch STEM in MPW-Proben . . . . .	74
29	Vergleich von gemessener und simulierter Prozesstemperatur beim FSP . . . . .	75
30	Ergebnis einer numerischen Berechnung des Phasenwachstums beim FSP . . . . .	76
31	IMC-Schichtbreitenabweichung . . . . .	78
32	Vergleich der Partikelgrößenverteilungen . . . . .	79
33	Gefügestabilisierung durch Zr-Zusätze . . . . .	81

34	CT-Scan der Zirconiumverteilung durch FSP . . . . .	82
35	Deformationsabhängigkeit der Grobkornbildung in AN EW-2195 . . . . .	82
36	Ätzbild einer aufgehaltene Rekrystallisationsfront . . . . .	83
37	EBSD-Ergebnisse am Rand eines Zr-reichen Bereichs . . . . .	84
38	EBSD-Ergebnisse an einer Rekrystallisationsfront . . . . .	85
39	Ätzbild einer durch Lokalverformung teilweise rekristallisierten Probe . . . . .	86
40	Ätzbilder zur Kinetik der Rekrystallisation . . . . .	86
41	Al-Fe-Phasendiagramm . . . . .	88
42	CT-Scans zum Integrationsergebnis von Eisenzusätzen . . . . .	89
43	REM-Ergebnisse zur Verteilung von Eisen . . . . .	90
44	TEM-Aufnahmen von elementaren Eisenpartikeln . . . . .	90
45	Hysteresekurven in Abhängigkeit des Eisenzusatzes . . . . .	92
46	REM-Aufnahme einer Probe mit durch FSP integrierten Kohlenstofffasern . . . . .	94
47	REM-Aufnahme einer Probe mit durch ARB integrierten Kohlenstofffasern . . . . .	95
48	Vergleich von Literaturwerten und numerisch berechneten Phasenbreiten im Al-Fe-System . . . . .	102
49	Lichtmikroskopaufnahmen Hauptversuchsreihe Al-Cu . . . . .	118
50	Vergleich Temperaturmessdaten und simulierte Profile über Abstand . . . . .	120
51	Vergleich Temperaturmessdaten und simulierte Profile über Überfahrten . . . . .	121
52	AlCu TEM-Strukturbestimmung . . . . .	122
53	Al <sub>2</sub> Cu TEM-Strukturbestimmung . . . . .	123
54	Al <sub>4</sub> Cu <sub>9</sub> TEM-Strukturbestimmung . . . . .	124
55	Partikel- und IMC-Größenverteilung 6_1 . . . . .	124
56	Partikel- und IMC-Größenverteilung 6_2 . . . . .	125
57	Partikel- und IMC-Größenverteilung 6_4 . . . . .	125
58	Partikel- und IMC-Größenverteilung 6_5 . . . . .	125
59	Partikel- und IMC-Größenverteilung 6_8 . . . . .	126
60	Partikel- und IMC-Größenverteilung 6_10 . . . . .	126
61	Partikel- und IMC-Größenverteilung 7_1 . . . . .	126
62	Phasenbreite über Partikelform . . . . .	127
63	Phasendiagramm Al-Zr-Cu . . . . .	127
64	Phasendiagramm Al-Zr-Cu-Li . . . . .	128
65	Phasendiagramm Al-Zr-Cu-Li-Ag-Mg . . . . .	128

## Tabellenverzeichnis

1	Parameter zu Schleif- und Polierbearbeitung . . . . .	41
2	Materialdaten der FE-Simulation . . . . .	47
3	Versuchsplan . . . . .	60
4	Kupfergehalt in der Rührzone . . . . .	65
5	Vergleich der Ergebnisse des Auflösungsmodells zu Messwerten . . . . .	80
6	Zusammensetzung Grundmaterial AN EW-2195 . . . . .	87
7	Magnetische Kennwerte errechnet für Proben mit Eisenzusätzen . . . . .	92
8	Versuchsparameter . . . . .	119

---

## 1 Abstract

Friction Stir Processing (FSP) can be used to locally modify properties in materials such as aluminium. Furthermore, the composition of the alloy can be changed by this technique. Dispersing metallic and fiber additions inside a matrix of lightweight aluminium-alloys by FSP can produce homogenous solid solutions of the two elements, if suitable processing parameters are used. Different material properties can be influenced positively by adding various elements. A substantial hardening effect is shown for copper, whereas Zirconium can help to improve grain stability. Starting from electron microscopy results on the formation and dissolution of copper based intermetallic compounds (IMCs) at addition particle / matrix interfaces during FSP, a modelling of the thermal conditions and IMC fracture as dominant dissolution mechanisms were conducted. The comparability of the integration on harder and less soluble metals like iron and zirconium was checked and could be partially validated. Even though detrimental grain growth in AN EW-2195 FS-welds could not be fully controlled by Zr-additions, valuable insights on the process could be gained. First studies on other possible applications of iron or carbon fibers were explored as well. The results can now be applied to effectively rise the addition content and strengthen FS welded joints as well as FSPed surfaces.

---

## 2 Danksagung

Doktorarbeiten sind sicherlich in den aller seltensten Fällen Vorhaben eines Einzelnen, sondern stark abhängig von funktionierendem Teamwork. Allen voran muss natürlich hierbei mein Doktorvater Prof. Dr. Ferdinand Haider erwähnt werden, dessen Begeisterung an purem Erkenntnisgewinn in meinem Bekanntenkreis absolut beispiellos ist. Eine bessere Betreuung und mehr eingeräumte Zeit für Diskussionen kann man sich sicherlich nicht wünschen. Meine Doktorandenkollegen sowohl in der Arbeitsgruppe aber auch lehrstuhlweit sind des Weiteren wegen ihrer stetigen Hilfsbereitschaft hier in jedem Fall persönlich zu nennen: Sebastian Pentz, Andrej Kamenac, Tobias Stegmüller, Johannes Luderschmidt, Roland Marstatt, Daniel Ott und Maximilian Sonner haben nicht nur Kaffee- sowie Mittagspausen, Feierabende und Schafkopfrunden immer unterhaltsam gestaltet, sondern auch keine Mühen gescheut, um in Fachdiskussionen Probleme zu lösen und während langer Nachmittage Geräte zu reparieren.

Auch wenn die während vieler Projekte betreuten Studenten ja quasi Koautoren dieser Arbeit sind, sollen sie trotzdem hier erwähnt werden, da Sachverhalte zu erklären noch immer am meisten bei ihrem Verständnis hilft. Florian Fleischmann, Moritz Winter, Chang Yin-Cheng Chan, Jamshed Okunov, Nima Nazari, Jounes Lutterbach, Olakunle Betiku, Manuel Schleicher, David Stein, Johannes Berlin und Razieh Fazeli waren mit ganzem Herzen dabei und halfen mit Tatkraft bei Experimenten und neuen Einblicken durch Diskussionen sehr.

Unsere Projektpartner am *iwb* der TU München, v.a. Amanda Zens, Prof. Dr. Michael F. Zäh und Roman Hartl, beherrschten den Rührreibprozess kompetent und waren immer offen für Vorschläge zu neuen Versuchsreihen. Auch Angestellte anderer Lehrstühle am Institut für Physik haben mich stets freundlich bei un- oder wenig bekannten Untersuchungsverfahren unterstützt. Thomas Guglhör und Florian Thum (CT), Michael Heigl (SQUID), Michael Schulz (UNAT) und Aladin Ullrich (TEM) halfen außerordentlich und nahmen sich gerne und oft Zeit für mehr oder weniger gute Fragen.

Zuletzt sei noch meiner wunderbaren Frau Tina gedankt, die nicht nur bei Formulierungen half, sich eindachte und in Fachdiskussionen Input lieferte, sondern mich vor allem während der Endphase dieser Arbeit ertragen und mich in jedem Moment hundertprozentig unterstützt hat.

---

### 3 Der Einsatz von FSP als Alternative für die Legierungsbildung

Die lokale Verbesserung der Materialeigenschaften in Leichtmetallen durch eine Änderung der Mikrostruktur und der chemischen Zusammensetzung ist heutzutage ein Thema mit umfangreichem Forschungsschwerpunkt in der physikalischen Metallkunde. In einigen Fällen wird dies mit Hilfe einer hohen plastischen Verformung erreicht, was allgemein als mechanisches Legieren bezeichnet wird. Zu diesem Zweck kann eine Vielzahl von Techniken angewendet werden und einige verschiedene, metallische und keramische Systeme wurden bereits untersucht, um zu bewerten, ob plastische Verformung dazu beitragen kann, relevante Materialeigenschaften zu verbessern.

Die fast seit Anbeginn der menschlichen Zivilisation bekannte Technik, durch Schmelzen eine Metallmischung zu erzeugen, welche das daraus produzierte Werkzeug den Bedürfnissen anpasst, ist bis heute die bei weitem gängigste Methode zur Erreichung dieses Ziels. Der Prozess unterliegt aber inhärenten Einschränkungen, wie einem maximal in Lösung zu bringenden Gehalt eines Legierungselements, welcher von der Abschreckrate und der thermodynamischen Löslichkeitsgrenze abhängt. Daher werden, angetrieben von der Nachfrage nach hochperformanten Leichtbauwerkstoffen aus der Automobil-, Luft- und Raumfahrtindustrie, immer mehr Anstrengungen unternommen, auch Alternativen auszuloten und die Grenzen der Machbarkeit bei der Werkstoffproduktion zu verschieben.

Da sich das Rührreibschweißen zur Erzeugung einer hochfesten Verbindung ohne die Nachteile konventioneller Fügeverfahren immer größerer Beliebtheit auch im europäischen Raum erfreut, liegt der Ansatz nahe, die Anwendbarkeit des Schwesterverfahrens genau zum vorhergenannten Zweck zu prüfen. So wurden sehr weitreichende Versuchsreihen umgesetzt, die auch weniger gängige Legierungspartner für Aluminium wie Eisen oder Kohlenstofffasern beleuchteten, um erste Schritte, immer eingehend mit metallphysikalischem Verständnisgewinn, bei dieser Technik zu gehen.

Konkreter Anstoß für dieses Forschungsvorhaben waren vielversprechende Ergebnisse zu schwerwiegenden Problemen in der Industrie mit der Materialerweichung von Rührreibschweißnähten aus Aluminium AN EW-2195 aufgrund von Grobkornbildung<sup>1</sup>. Bereits vor einigen Jahren kamen in der Arbeitsgruppe interessante Ergebnisse zu Stande [1], die allerdings mit etwas anderen Schweißparametern, als die während dieser Arbeit verwendeten, erzielt wurden. Es war damals der Konsens, dass die Zugabe und Verteilung einer Zirconiumfolie beim und durch Rührreibschweißen die Grobkornbildung effektiv unterdrücken kann. Auch die Prozesstemperatur schien sich als wesentlicher Einflussfaktor herauszustellen. Es lag somit der Ansatz nahe auch andere Zusatzstoffe mittels FSP zu integrieren, um auch andere Eigenschaften als die Rekristallisationsstabilität zu verbessern.

Nach dieser Einführung gliedert sich die Arbeit in zwei Kapitel mit einer Literaturübersicht zu den prozesstechnischen und materialwissenschaftlichen Grundlagen. Hiernach folgen Kapitel mit Be-

---

<sup>1</sup>Die Grobkornbildung trat vornehmlich bei kleinen Verformungsgraden der Naht während einer nachfolgenden Lösungsglühung auf.

schreibungen der Untersuchungs- und Simulationsmethoden. Im Detail werden anschließend erst die eigenen Versuche und dann die erzielten Ergebnisse aufgeführt. Abschließend folgt ein zusammenfassendes Kapitel und danach ein Ausblick. Teilergebnisse der vorliegenden Arbeit wurden in folgenden Aufsätzen publiziert [2–4].

---

## 4 Legierungsbildung durch Extremverformung

Seit über 50 Jahren wird bereits versucht, Leichtmetallverbundwerkstoffe durch plastische Verformung zu erzeugen. In diesem Kapitel soll ein Überblick über die gängigsten Verfahren gegeben werden, um die Versuche der Arbeit besser einordnen zu können. Speziell wird dabei auf *Accumulative Roll Bonding* (ARB) eingegangen, da dieses als Referenzverfahren zum Rührreibprozessieren eingesetzt wurde und natürlich Grundlegendes und Varianten des Rührreibprozesses beleuchtet.

### 4.1 Fügen durch plastische Verformung

#### 4.1.1 Rührreibschweißen

Seit das Rührreibschweißen (engl. *Friction Stir Welding*, FSW) 1991 am The Welding Institute (TWI) in England erfunden wurde [5], stellt es eine hochinteressante Alternative zu konventionellen Schweißverfahren für spezielle Anwendungsbereiche dar [6]. Das Prinzip, durch ein nicht zu konsumierendes, rotierendes Stahlwerkzeug Reibungswärme in ein metallisches Werkstück einzubringen, ermöglicht eine extreme plastische Verformbarkeit des Werkstoffs, ohne dass dieser dabei aufschmilzt. Nach einer kurzen Phase, in der das Werkzeug auf der Werkstoffoberfläche aufliegend rotiert, dringt ein Fortsatz daraufhin mit genügend Anpresskraft ins Material ein. Wie in Abbildung 1 dargestellt, besteht das Werkzeug klassischerweise einerseits aus einem zylinderförmigen Teil, der Schulter, die für den Eintrag von Reibungswärme und die Eindämmung des Materials gebraucht wird und auf der Werkstückoberfläche aufliegt. Andererseits befindet sich an der Unterseite der Schulter ein Stift, auch Pin genannt, der in das durch die Wärme plastifizierte Material eindringt und für eine Vermischung sorgt. Der durch den Prozess beeinflusste Bereich wird typischerweise in drei Zonen eingeteilt: die Rührzone, in der eine aktive Durchmischung und dynamische Rekristallisation stattfindet, die thermomechanisch beeinflusste Zone, welche verformt wird und sich durch die Prozess Temperatur teilweise wieder erholt oder ebenfalls dynamisch rekristallisiert, und die thermisch beeinflusste Zone, die meist geringen Einflüssen, bezüglich ihrer Mikro- und Ausscheidungsstruktur, durch die Prozesswärme unterliegt. Abbildung 3 zeigt eine reale Mikrostruktur mit markierten Zonen.

Typische Nachteile anderer Schweißverfahren wie mechanisch instabile Mikrostruktur, Oxidation, Abdampfen umweltschädlicher Gase und Porosität können dabei weitgehend vermieden werden. Je nach Herangehensweise kann sowohl durch den Wärmeeintrag (meist in Überlappstoßgeometrie) als auch durch mechanisches Verrühren der Werkstücke (meist in Stumpfstoßgeometrie) nun mit dem Fügepartner verschweißt werden, wobei Oxidschichten, welche die Verbindung verhindern, aufgelöst werden.

Wichtige Nomenklatur bei der Untersuchung des Rührreibprozesses ist einerseits die Unterscheidung

---

der Seiten rechts und links der Vorschubrichtung zwischen *advancing side* (Pindrehung mit Vorschubrichtung, AS) und *retreating side* (Pindrehung gegen Vorschubrichtung, RS). Zudem wird oft von „kalten“ oder „heißen“ Parametern gesprochen, was meist den Quotient aus Rotationsgeschwindigkeit  $\omega$  zu Vorschubgeschwindigkeit  $v$  bezeichnet, da dieser grob den Trend der Prozesstemperatur angibt. Ein *Pseudo Heat Index*  $\omega^2/v$  wurde hierfür definiert [7]. Genauer gilt für die Abschätzung der Prozesstemperatur für Aluminiumlegierungen allerdings der phänomenologische Ansatz:

$$\frac{T}{T_m} = K \left( \frac{\omega^2}{v \times 10^4} \right)^\alpha \quad (1)$$

Mit den Konstanten  $K \approx 0.7$  und  $\alpha \approx 0.05$  und der Schmelztemperatur der Legierung  $T_m$  in °C.

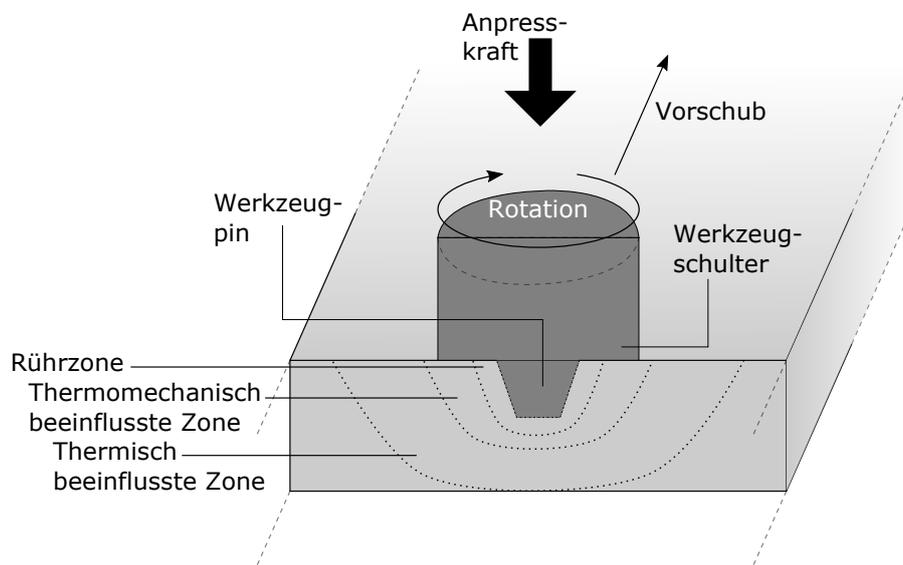


Abbildung 1: Skizze zum Prinzip des FSW.

#### 4.1.2 Accumulative Roll Bonding

Da ARB als Referenzverfahren während dieser Arbeit eingesetzt wurde, sollen die Grundlagen dieses weiteren Ansatzes zur mechanischen Legierung etwas genauer beleuchtet werden. Das Verfahren an sich existiert bereits seit Ende der 60er Jahre als Walzplattieren, doch ist für eine mechanische Legierung eine entwickelte Variante, das akkumulative Walzbinden (engl. *Accumulative Roll Bonding*, ARB), interessanter, welche erst Ende der 90er wirklich aktiv betrieben wurde [8, 9]. Motivation war hier allerdings vornehmlich die Herstellung von nanokristallinem Gefüge und die dadurch ermöglichte Superplastizität. Abbildung 2 zeigt das Prinzip des Verfahrens, bei dem zwei Platten mit gereinigten und aufgerauten Oberflächen aufeinandergelegt werden und dieser Stapel dann durch eine Walze verpresst wird. Dadurch werden die verbleibenden Oxidschichten der Metalle aufgebrochen

und eine Bindung erreicht. Dies kann bei Raumtemperatur oder mit geheiztem Werkstück und / oder Walzen geschehen, wovon auch die nötige prozentuale Dickenabnahme für eine wirksame Verbindung abhängt. Für ARB wird die Platte nun getrennt, erneut die Oberflächen bearbeitet und ein Stapel gebildet. Bei einem kalten Walzvorgang wird vor dem erneuten Durchlaufen der Walze meist eine Weichglühbehandlung durchgeführt, um übermäßige Versprödung durch Verfestigung zu vermeiden.

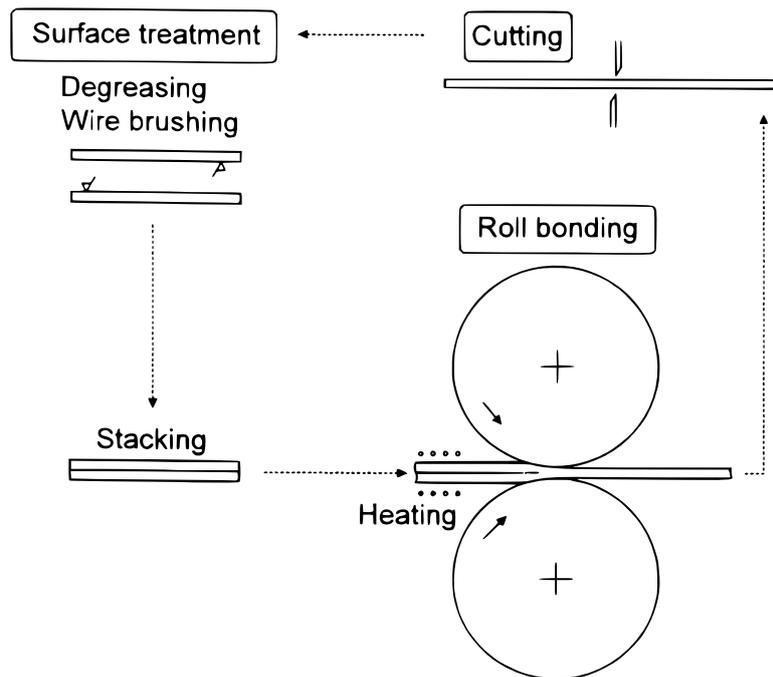


Abbildung 2: Skizze zum Prinzip des ARB [8].

AlNi war ein beliebtes System zur Untersuchung durch ARB, weil damit durch die Hart-Weich-Interaktion die Verformungsmechanismen studiert werden können und weil eine stark negative Mischungsenthalpie das Mischen begünstigt. Auch hier gilt eine Ko deformation, also starke Deformation beider Materialien, als entscheidendes Kriterium für die Legierungsbildung [10]. Als einschlägige Arbeiten zur Auswahl von ARB als Referenzverfahren zu FSP gelten Versuche zum System Al-Cu. Die Einsatzfähigkeit als Verstärkung von Strukturbauteilen durch Kupfer wurde durch das Laminieren von Cu und 5000er Aluminium getestet, wofür die Anbindung als Einflussfaktor auf die mechanischen Eigenschaften kritisch ist [11]. Noch interessanter ist die Untersuchung von durch Verformung beschleunigten Interdiffusionsphänomenen an Grenzflächen, die auch durch ARB realisiert werden kann [12]. Sowohl die Verformungs- und Anbindungsmechanismen als auch die Bildung intermetallischer Phasen (engl. *intermetallic compound*, IMC) und Auflösung von Kupferzusätzen nach starker Verformung [13] kann hier als Vergleich zum FSP herangezogen werden.

### 4.1.3 Magnetimpulsschweißen

Zum Verständnis der Al-Cu-Grenzfläche wurden auch Nähte, gefügt durch sogenanntes Magnetimpulsschweißen (engl. *magnetic pulse welding*, MPW), als Vergleichsverfahren untersucht. Seit den frühen 70er Jahren ist bekannt, dass nach dem Prinzip des Explosionsschweißens ein genügend schnelles Aufeinandertreffen von Fügepartnern unter günstigen Bedingungen einen Aufbruch von hinderlichen Oxidschichten und damit eine stabile Fügestelle bewirken kann [14]. Während der Anfänge dieses Verfahrens beschleunigte man vor allem größere Rohre mittels eines Magnetimpulses aus einer umgebenden Spule nach innen, um diese auf kleinere Rohre zu schweißen. Das externe Feld induziert dabei im Rohr ein entgegengerichtetes, welches das Bauteil dann beschleunigt. In aktuellerer Forschung wird nun meist ein Fügepartner, sog. *Flyer*, an einer Seite eingespannt und die andere Seite beschleunigt, welche dann an ein statisch eingespanntes Teil gefügt werden soll.

## 4.2 Mischen durch plastische Verformung

### 4.2.1 Methoden zum mechanischen Legieren von Aluminium

Bereits Anfang der 80er wurde im Zuge der Entwicklung neuer Untersuchungsmethoden auch bei der Probenherstellung von metastabilen Legierungen weitreichend experimentiert. Das prominenteste Verfahren, das Kugelmahlen, geht auf J. S. Benjamin bei der Firma The International Nickel Company zurück. Dabei werden in einem luftdichten, gekühlten Behälter durch Rotation eines innenliegenden Impellers meist Stahl- oder Keramikugeln bewegt. Fügt man grobes Metallpulver hinzu, so wird dieses stark umgeformt, versprödet dadurch, wird zerkleinert und zeitgleich kommt es zu einer Kaltverschweißung. Die beiden Prozesse halten sich im stationären Zustand die Waage, was zu einer gleichbleibenden Partikelgrößenverteilung und Härte führt [15]. Das so entstandene Produkt wird im Anschluss meist durch *equal channel angular pressing* (ECAP, dt. Strangpressen) wieder zu einem Prüfkörper verpresst. In vielzitierten Arbeiten [15, 16] wurde gezeigt, dass so mehrere hundert Prozent Verformungsgrad erreicht werden können. Häufig wurden so auch keramische Dispersoide eingebracht, wodurch extreme Härtesteigerungen erzielt werden können. Durch gezielte anschließende Wärmebehandlung kann das Werkstück außerdem homogenisiert und kontrolliert rekristallisiert werden, um erneut Duktilität zu gewinnen. Oft hat man sich dabei auf Ni-basierte Legierungen für Hochtemperaturanwendungen konzentriert; zudem wurden aber auch verschiedenste andere Systeme wie Cr und Fe [15] untersucht.

Als Referenz für diese Arbeit sind die Experimente zum Kugelmahlen mit der Komponente Kupfer [17–19] interessanter, welche erst Anfang der 90er aktiv betrieben wurden. Vor allem das System CuCo war und ist bei Versuchen zum mechanischen Legieren, auch über das Kugelmahlen hinaus, ein häufig untersuchtes System, unter anderem weil die Elemente eine positive Mischungswärme verbin-

---

det. Ein hoher Grad an Homogenität wird so auch für nicht mischbare Systeme erreicht und es konnte eine feste Lösung auf atomarer Skala mittels Differentialkalorimetrie (engl. *differential scanning calorimetry*, DSC) bereits nachgewiesen werden [19].

Einige weitere Metallkombinationen wurden zudem nach starker Umformung auch auf Amorphisierung hin untersucht [20], wobei Grundlagenwissen zu amorphen Metallen generiert werden konnte. Dies ist ein weiteres Argument, warum die Untersuchung von Metallmischungen nach starker Verformung von hoher Relevanz ist.

Eine wesentlich modernere Technik zur Erzeugung von Zwangslegierungen stellt das High-Pressure-Torsion-Verfahren (HPT) dar. Dabei werden metallische Proben kleiner Abmessungen mehrfach zwischen einem statischen und einem rotierenden Amboss unter extremem Druck in einer Kavität verformt. Beispielsweise konnte so für das nicht mischbare System CuFe, nachgewiesen durch Röntgenbeugung (engl. *X-ray diffraction*, XRD), eine Zwangslegierung erzeugt werden [21]. Auch für das nicht mischbare System CuCo gelang eine mechanische Auflösung und die Herstellung eines nanokristallinen Gefüges. Kondeformation zeigt dabei meist den Einsatz der Bildung einer Zwangslegierung an. Zuvor wird von einer abschleifenden Wirkung der weicheren Komponente durch Partikel der härteren Komponente gesprochen [22].

---

### 4.2.2 Der Rührreibprozess

Über die Jahre haben sich einige abgeleitete Verfahren zum FSW entwickelt. Ist die Fügung zweier Bauteile nicht das primäre Ziel, sondern eine reine Bearbeitung des Werkstoffs, so wird von einem Rührreibprozess (engl. *Friction Stir Processing*, FSP) gesprochen [23]. Das häufigste Primärziel von FSP ist sicherlich die Erzeugung einer dynamisch rekristallisierten, extrem feinen Kornstruktur [24]. Sogar nanokristallines Gefüge kann so erzeugt werden [25], wodurch sich die Festigkeit des Materials extrem steigern lässt. Auch superplastisches Verhalten kann durch FSP erreicht werden [26]. Der Grund dafür ist die massive Verformung von mehreren hundert Prozent sowie die Prozesstemperatur, die für Aluminium gewöhnlicherweise zwischen 400 und 550 °C liegt und die dadurch auftretende dynamische Rekristallisation. Zur Einstellung der Mikrostruktur sind die beiden Versuchsparameter Vorschub und Drehzahl entscheidend, die sich typischerweise im Bereich 20-100 mm/min und 200-3000 1/min bewegen.

Des Weiteren ist auch die Werkzeuggeometrie entscheidend. Hierzu wurden bereits eine Vielzahl an Untersuchungen durchgeführt, um auf die Prozesstemperatur und Durchmischung des Materials Einfluss zu nehmen [27]. Da gezeigt wurde, dass der Hauptwärmeeintrag ins Material über die Schulter erfolgt [6], wurde in Studien die Krümmung variiert und auch mit Gewinden und anderen Merkmalen experimentiert. Selbiges kann auch beim Pin verändert werden, dessen grundsätzliche Abmessungen, Profil und Merkmale wie Abflachungen und Gewinde einen großen Einfluss vornehmlich auf die Durchmischung haben [28].

Einige empirische Ansätze wurden entwickelt, um Abschätzungen für die Prozesstemperatur zu machen [29, 30]. Da es sich hier um ein gekoppeltes System handelt, bei dem die entstehende Umformwärme von der Fließspannung des Materials abhängt, die wiederum temperaturabhängig ist, kommt es gewöhnlich innerhalb der ersten Zentimeter des Prozesses zu einem stationären Zustand und eine konstante Temperatur neben dem Pin stellt sich ein. Die Messung der Temperatur kann dabei auf unterschiedliche Arten erfolgen. Weit verbreitet und auch im Zuge dieser Arbeit verwendet ist die Variante, Thermoelemente in gebohrte Löcher neben der Prozesszone für die Messung zu nutzen. Noch genauere Ergebnisse können durch ein Thermoelement im Pin erzielt werden [31]. Darüber hinaus kann zudem mit Infrarotspektrometern die Temperatur optisch bestimmt werden [32], was dann natürlich nur die Oberflächentemperatur anzeigt.

Neben der Einstellung der Kornstruktur ist die Produktion eines Verbundmaterials durch Durchmischung das zweite große Anwendungsziel des FSP. Damit tritt es in Konkurrenz zu den bereits genannten Verfahren und wurde zur Erzeugung vor allem von Metallmatrixverbunden mit keramischen Anteilen [33], aber auch von mechanisch erzeugten metallischen Legierungen [34, 35], eingesetzt.

Im Rahmen dieser Arbeit wird gezeigt, dass FSP eine effektive Technik ist, um zusätzliche Legierungselemente in verschiedenen Geometrien wie Pulver, Draht oder Folie in einer Aluminiummatrix

---

zu verteilen [2]. Insbesondere zur Visualisierung des Materialflusses während des Prozesses wurden bisher Cu-Folienstücke verwendet [36]. Zur gezielten Materialverstärkung kam Cu allerdings bislang selten zum Einsatz.

Das mechanische Legieren mit Pulver ist nach wie vor die dominierende Methode, um zusätzliche Elemente zu integrieren. Fe ist neben Cu beispielsweise ein weit verbreiteter Legierungspartner [37, 38]. Je nach gewähltem Element sind unterschiedliche Ziele die treibenden Kräfte für diese Studien. Während im Al-Fe-System häufig die magnetischen Eigenschaften untersucht werden, kann die Zugabe von Zr zur Verbesserung der mikrostrukturellen Stabilität beitragen [39]. Die meisten Elemente werden integriert, um die mechanischen Eigenschaften wie Härte oder Bruchzähigkeit zu verbessern, was auch für Cu gilt [40–43]. Darüber hinaus ist das Al-Cu-System, das durch die Erzeugung der  $\Theta'$ -Phase<sup>2</sup> während des Temperns effektiv härtbar ist, für industrielle Anwendungen sehr vielversprechend. Zusammen mit der einzigartigen Mikrostruktur, die durch FSP erzeugt wird, ist ein Einsatz für hochfeste und leichte, metallische Bauteile naheliegend. Die lokale Modifikation von Bauteilen durch mechanisches Legieren mit Cu ist denkbar, aber noch nicht untersucht.

Neben dem Ziel, eine Legierung mit speziell angepassten mechanischen Eigenschaften herzustellen, müssen die Mechanismen der Durchmischung während dieses Prozesses des teilweise diffusions- und teilweise mechanisch angetriebenen Mischens verstanden werden. Al-Cu als Modellierungssystem für Weich-Weich-Wechselwirkung und partielle Mischbarkeit ist neben den vorteilhaften mechanischen Eigenschaften ein hervorragendes System, um dies zu untersuchen. Es wurde bereits gezeigt, dass Cu-Pulver durch FSP weitgehend aufgelöst werden kann [35]; die entscheidenden Einflussgrößen sind jedoch noch nicht identifiziert worden.

---

<sup>2</sup>Eine metastabile Vorstufe der  $Al_2Cu$  oder  $\Theta$ -Phase.

---

## 5 Materialwissenschaftliche Grundlagen

Vier verschiedene Materialsysteme<sup>3</sup> wurden während dieser Arbeit untersucht und aufgrund der Kriterien relative Festigkeit und Löslichkeit in Bezug auf Aluminium gezielt ausgewählt.

Bevor die Unterschiede bei der Interaktion der verschiedenen untersuchten Zusätze mit Aluminium aufgezeigt werden, sollen zuerst materialkundlich interessante Vorgänge beim Rührreibprozess und den Vergleichsprozessen erwähnt werden.

Neben dem Hauptaugenmerk auf Al-Cu, welches für seine große Löslichkeit und eine weich/weich-Wechselwirkung ausgewählt wurde, vertreten Al-Fe und Al-Zr sehr geringe Löslichkeit und eine Weich-Hart-Wechselwirkung. Ein Ziel der Untersuchung war also die Überprüfung der These, dass sich die Löslichkeitsgrenze durch den Überschuss an Leerstellen aufgrund der starken Verformung sowohl für lösliche als auch für nicht lösliche Elemente übertreffen lässt. Somit könnten metastabile Zwangslegierungen mit neuartigen Eigenschaften erzeugt werden. Es wurde erwartet, dass die relative Festigkeit als entscheidender Faktor den Bildungsprozess beeinflusst. Darüber hinaus sollten allgemein die Anwendbarkeit von FSP zur Erzeugung von legierungsähnlichen Verbundwerkstoffen und dabei relevante metallphysikalische Prozesse untersucht und verstanden werden.

Al-C als einziger Vertreter der Verbindung aus Metall und Nichtmetall bildet dabei eine Ausnahme und wurde nur im Rahmen von Nebenprojekten behandelt.

### 5.1 Prozessbedingte mikrostrukturelle Materialeigenschaften

Allen verwendeten Prozessen ist gemein, dass extreme plastische Verformung zu starker Störung des Gefüges führt. Gerade bei erhöhten Prozesstemperaturen kommt es infolgedessen zu Erholungs- und Rekristallisationsvorgängen und sehr markanten Mikrostrukturen.

#### 5.1.1 Eigenschaften rührreibgeschweißten und -prozessierten Materials

Typischerweise bildet sich während des Rührreibprozesses im Zentrum der Rührzone ein sogenanntes *weld nugget* mit besonders feiner Kornstruktur aus (vgl. Abbildung 3), weil dort der Quotient aus Verformungsgrad und Prozesstemperatur am größten ist. Dies folgt direkt aus gängigen Theorien zur Rekristallisation, welche während des Vorgangs dynamisch abläuft, wenngleich der exakte Mechanismus der Kornneubildung noch nicht im Detail verstanden ist und auch Kornunterteilung als Hauptmechanismus in Frage kommt [44]. Aufgrund der räumlichen Dichte der Rekristallisationskeime resultiert eine feine Kornstruktur mit Korndurchmessern von typischerweise wenigen Mikrometern. Nach der dynamischen Rekristallisation bleiben lediglich Subkorn Grenzen und in den meisten

---

<sup>3</sup>Bez. Aluminium als Grundwerkstoff mit verschiedenen Zusätzen X bezeichnet als Al-X.

Fällen wenige andere Defekte im Material zurück [45].

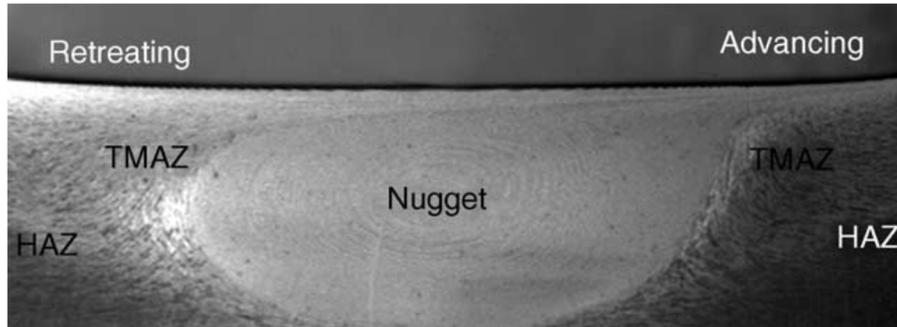


Abbildung 3: Typischer Querschnitt einer FSW-Naht mit klar erkennbaren Zonen sich unterscheidender Mikrostruktur: *Nugget* (Zentrum der Rührzone), *TMAZ* (thermomechanisch beeinflusste Zone, engl. *thermo-mechanically affected zone*) und *HAZ* (thermisch beeinflusste Zone, engl. *heat-affected zone*) [6].

Die Ausscheidungsstruktur ändert sich ebenfalls signifikant während des Prozesses, da es durch die hohe Prozessstemperatur, die Abscherung durch Verformung und die beschleunigte Diffusion durch Überschussleerstellen in den meisten Fällen zu einer kompletten Auflösung der initialen Ausscheidungen kommt [46].

In der thermomechanisch beeinflussten Zone reicht die Verformung nicht aus, damit Rekristallisation auftritt, weshalb hier eine hohe Defektdichte und eine Elongation der Körner beobachtet werden kann. Die thermisch beeinflusste Zone enthält normalerweise eine geringe Zahl an Defekten verursacht durch den Prozess, kann aber eine Vergrößerung von Ausscheidungen aufweisen.

Aufgrund der stetigen Produktion von Überschussleerstellen [47] während des Prozessierens, wurde eine vielfach beschleunigte Interdiffusion an Grenzflächen zu Fügepartnern und zu im Prozess integrierten Zusatzelementen beobachtet [35, 48, 49].

Die erwähnten mikrostrukturellen Eigenschaften gelten prinzipiell für Prozesszonen unterschiedlichster Metalle. Da im Rahmen dieser Arbeit nur Aluminium mit geringen Mengen an Zusatzstoffen verwendet wurde, beziehen sich die Referenzen hauptsächlich darauf. Die dynamische Erholung ist im Speziellen für Aluminium, aufgrund dessen hoher Stapelfehlerenergie, dominant. Häufig findet man nach Rührreibprozessen hierbei auch eine resultierende  $\langle 111 \rangle // ND$ -Textur, welche sich aus der gewöhnlichen  $fcc^4$ -Schertextur entwickelt [44].

<sup>4</sup>*Face centered cubic*, dt. kubisch-raumzentriert.

### 5.1.2 Eigenschaften von Material gefertigt durch ARB

Das ARB gilt als das einzige, bislang bekannte Verfahren, mit dem eine kontinuierliche Produktion von ultrafeinkörnigem Gefüge möglich ist. Für Aluminiumlegierungen wurden bereits Korngrößen von 80 nm nachgewiesen [50]. Ähnlich dem Rührreibprozess ist auch beim ARB der Mechanismus zur Entstehung solch extrem feiner Körner noch nicht vollständig verstanden. Es wird allerdings ebenfalls von einem dynamischen Rekristallisationsprozess ausgegangen [51], obwohl durch ARB erzeugte, kleine Körner nach wie vor eine signifikante Defektdichte und eine stark deformierte Form aufweisen.

### 5.1.3 Eigenschaften magnetpuls geschweißten Materials

Durch Kollisionsschweißen und speziell durch MPW gefügte Nähte zeigen oft eine hochkomplexe Mikrostruktur, welche innerhalb von Mikrosekunden höchstwahrscheinlich durch starke Umformung aber auch ein partielles Aufschmelzen entsteht [52, 53]. Aufgrund der rapiden Abkühlung findet beim MPW meist keine Rekristallisation unter Neubildung kleiner Körner statt. Stattdessen kommt es zu einer Verformung der Grenzfläche unter Bildung wellenartiger Ausbuchtungen [53]. Insgesamt nimmt der durch den Fügeprozess beeinflusste Bereich oft weniger als 500  $\mu\text{m}$  zu beiden Seiten der Füge-stelle ein.

## 5.2 Al-Cu

Das Al-Cu-System, genauer Legierungen aus Aluminium mit bis zu 5 wt% Kupfer<sup>5</sup>, ist in Bezug auf die Bildung von intermetallischen Phasen und seine Ausscheidungsprozesse aufgrund seiner technischen Relevanz sehr gut verstanden. Dies bietet einerseits die Möglichkeit, beobachtete Phänomene schneller und besser deuten zu können, und andererseits kann weiteres, technisch relevantes Wissen, auch beispielsweise zur Phasenbildung bei Fügeprozessen, aufgebaut werden.

Damit liegt das Augenmerk auf der Schaffung von Grundlagenverständnis und der nutzbringenden Anpassung der mechanischen Eigenschaften.

### 5.2.1 Mechanische Eigenschaften und Ausscheidungsprozesse

Da unter den Untersuchten vor allem das Al-Cu-System Potential für technisch relevante, mechanische Eigenschaften bietet, werden nun typische Ausscheidungsprozesse und ihre Folge für die Materialstärke beleuchtet. Eine Übersicht der Gleichgewichtsphasen im System stellt das Phasendiagramm in Abbildung 4 dar.

---

<sup>5</sup>Auch als 2xxx-Legierungen bezeichnet; zudem wird oft EN AW für *European Norm Aluminium Wrought* für Knetlegierungen vorgestellt.

---



Phase beträgt ideal  $Al_3Cu$ , obwohl in realen Legierungen mittels Atomsonde oft weniger Kupfer gefunden wird [57]. GP-I- und -II-Zonen tragen signifikant zur Härte des Materials bei, da ein Schneiden der Platten diese durch Versetzungen absichert und Gitterverzerrung entsteht [58]. Zudem bilden sich GP-Zonen bereits bei Raumtemperatur [59, 60]. Obwohl die genauen Diffusionsprozesse, die dazu führen, noch nicht vollständig verstanden sind, ist rechnerisch die nötige Diffusion nur durch Überschussleerstellen möglich.

Aus diesen Platten bildet sich die teilkohärente, tetragonale  $\Theta'$ -Phase, welche oft erst während des Überaltens den Hauptanteil der Ausscheidungen ausmacht. Die Gleichgewichtsphase im betrachteten Zusammensetzungsbereich ist die inkohärente  $\Theta$ -Phase, welche auch Owen-Phase nach dem Entdecker [61] genannt wird. Das Al-Cu-Phasendiagramm kann konkretisiert werden, um auch die Bereiche anzudeuten, in denen es zur Bildung der erwähnten metastabilen Phasen kommt [62]. Dieser Ansatz hat aber nur begrenzte Richtigkeit, da hier die Temperaturgeschichte natürlich entscheidend ist.

Eine effektive Härtung mechanisch legierten Materials durch die Auflösung von Kupferpulver in Aluminium während des Rührreibschweißens mit anschließendem Glühprozess wurde zudem bereits gezeigt. Es konnte bislang, wahrscheinlich aufgrund zu geringer, gelöster Konzentrationen, jedoch keine technisch signifikante Steigerung der mechanischen Eigenschaften durch solche Verfahren erzielt werden [35].

### 5.2.2 Bildung intermetallischer Phasen und Interdiffusion

Von zentraler Bedeutung für diese Arbeit ist die Bildung intermetallischer Phasen aus Aluminium und Kupfer durch Interdiffusion. Experimente zur Kinetik der Interdiffusion, bei denen Diffusionspaare geschliffen, heißgepresst, mit Markern versehen und anschließend geglüht wurden, fanden bereits in den 70ern statt [63]. Dabei wurde auch auf die Bildung einzelner Phasen und deren jeweilige Interdiffusionskoeffizienten eingegangen. Ein Blick ins Al-Cu-Phasendiagramm zeigt, dass im Temperaturbereich 400 - 535 °C<sup>6</sup> fünf verschiedene Phasen stabil sind. Alle fünf Phasen,  $\gamma_2$  ( $Al_4Cu_9$ ),  $\delta$  ( $Al_2Cu_3$ ),  $\zeta_2$  ( $Al_3Cu_4$ ),  $\eta_2$  ( $AlCu$ ) und  $\theta$  ( $Al_2Cu$ ) treten auch in einigen konventionellen Diffusionsexperimenten auf [63]. Die Benutzung von Markern erlaubt zudem eine Abschätzung über den Kirkendall-Effekt, welcher in diesem Diffusionspaar nahelegt, dass Aluminium signifikant schneller als Kupfer diffundiert. Die meisten Experimente zeigen allerdings nur das Auftreten von  $Al_2Cu$ ,  $AlCu$  und  $Al_4Cu_9$  [64, 65]. Dabei wird mit der effektiven Bildungswärme argumentiert [64], welche für  $Al_2Cu$  am stärksten negativ ist und von der Konzentration des limitierenden Elements Kupfer abhängt. Es verwundert deshalb nicht, dass sich diese Phase auch als erste bildet. Aus thermodynamischen Berechnungen zu chemischen, elastischen und strukturellen Bildungsenthalpiebeiträgen folgt,

---

<sup>6</sup>Dies entspricht den Prozesstemperaturen beim Rührreibprozess, siehe Kapitel 4.2.2.

dass  $Al_4Cu_9$  und daraufhin  $AlCu$  gebildet werden [66].

In allen Fällen wird für die Kinetik der Phasenbildung sowohl eine Arrheniusabhängigkeit [67, 68] von der Temperatur als auch eine zeitliche Abhängigkeit  $\propto t^{0.5}$  nach der Lösung der Diffusionsgleichung zum doppelt-unendlichen Halbraum beobachtet, was belegt, dass die Phasenbildung tatsächlich diffusionslimitiert abläuft.

Selbst bei fügetechnikorientierter Produktion von Diffusionspaaren wie Explosionsschweißen [69], Reibschweißen [70] oder Rührreibschweißen [49] werden selten andere Phasen als die erwähnten drei gefunden, obwohl dort aufgrund starker lokaler Verformung sicherlich nicht von einer langsamen Entwicklung hin zum Gleichgewicht gesprochen werden kann.

In deformiertem Material läuft Diffusion beschleunigt ab. Die einfachste Erklärung dafür ist, dass substitutionelle Diffusion über den Sprung von Atomen in Leerstellen abläuft und in deformiertem Material Überschussleerstellen vorhanden sind. Dieses Phänomen wurde schon sehr früh im Zusammenhang mit mechanischem Legieren festgestellt [15]. Auch für Interdiffusion gilt dieses Prinzip und so wurde zum Beispiel in Rührreibschweißnähten aus Aluminium und Kupfer eine stark abgesenkte Aktivierungsenergie festgestellt [48, 49]. Überschussleerstellen heilen gewöhnlich während kurzer Zeiträume, verglichen mit denen der Zeitskala der Interdiffusion, aus, allerdings kommt es bei diesen und ähnlichen Verfahren zu einer stetigen Neuschaffung aufgrund von plastischer Deformation. Genauer können die Gründe für beschleunigte Interdiffusion durch vier (nicht unabhängige) Effekte erklärt werden: Anstieg des Diffusionskoeffizienten durch die Erzeugung von Überschussleerstellen bei der Bildung von Jogs durch sich schneidende Schraubenversetzungen, langsames Ausheilen von nicht-Gleichgewichtsleerstellen in intermetallischen Phasen und während der Ruhephasen zwischen plastischer Verformung, Interaktion von Diffusionsflüssen über Mischterme  $D_{ij}$  und Interaktion der diffundierenden Spezies mit der Phasengrenze [71]. Zudem tritt beschleunigte Diffusion typischerweise auch in Versetzungskernen sowie auf Korngrenzen auf. Beides könnte in FSW-Nähten zu einer leichten Erhöhung des Diffusionskoeffizienten führen. Die Beiträge sind aber wegen der komplexen Dynamik des Prozesses schwer abzuschätzen.

Diffundiert bei gewöhnlichen, nicht verformten Diffusionspaaren Aluminium, wie zu Beginn des Abschnitts beschrieben, schneller, so kann dieses Verhalten invertiert werden, indem die Aluminiumseite stetig verformt wird und damit einseitig Leerstellen eingebracht werden [36, 72]. Die Diffusion von Kupfer kann in Fällen extremer Diffusion, wie zum Beispiel beim Rührreibschweißen, sogar derart beschleunigt werden, dass Kirkendall-Löcher auf der Kupferseite des Diffusionspaares entstehen [49].

### 5.3 Al-Zr

Das zweite, intensiv untersuchte System während dieser Arbeit ist Al-Zr. Die Grundidee zum gesamten Projekt zur Untersuchung der Auflösung von metallischen Zusätzen durch Rührreibprozesse entstand bei der Suche nach einer Lösung des Problems, dass bei Verformung und Wärmebehandlung von Rührreibschweißnähten im industriellen Umfeld unkontrolliertes Kornwachstum auftritt [73, 74]. Dieses wird vornehmlich zur Stabilisierung der Kornstruktur verwendet, da sphärische, kohärente  $Al_3Zr$ -Ausscheidungen Großwinkelkorn Grenzen pinnen. Durch Erhöhung des Zirconiumanteils soll also die Gefügestabilität noch weiter verbessert werden. Zr ist in einer Aluminiummatrix praktisch unlöslich<sup>7</sup>, weshalb sich während der Herstellung beim Abkühlen der Schmelze sofort die genannten Ausscheidungen bilden und während nachfolgender Bearbeitungsprozessen meist bestehen bleiben. Da Rekristallisation und in ihrem Zusammenhang oft Kornvergrößerung meist mit einer Schwächung der mechanischen Eigenschaften einhergeht, ist sie ein Thema von zentralem Forschungsschwerpunkt. Die Arbeit von John Humphreys [75] ist hier zu nennen, der enorm zum Grundlagenverständnis dieser Phänomene beigetragen hat. Dennoch sind viele Spezialfälle von Rekristallisation noch keineswegs vollständig verstanden. Zum Beispiel reicht speziell in Rührreibschweißnähten bereits eine Verformung von wenigen Prozenten aus, um bei einer nachfolgenden Lösungsglühbehandlung unkontrollierte Grobkornbildung auszulösen. Dies negiert den Vorteil der feinen Kornstruktur in so gefertigten Nähten komplett und führt zum Versagen.

Zu Gründen hierfür gibt es unterschiedliche Theorien. Eine partielle Auflösung bzw. Vergrößerung der pinnenden Sekundärphasenpartikel in der Schweißzone könnte entscheidend sein [39]. Auch könnten gerade solche groben Partikel als Nukleationskeime fungieren und den Effekt hervorrufen. Allgemein ist akzeptiert, dass eine gröbere Kornstruktur, welche typischerweise von „heißeren“ Parametern hervorgerufen wird, wesentlich stabiler gegenüber Grobkornbildung ist [39, 73, 76]. Da die Korngröße innerhalb einer Schweißzone bereits stark variieren kann, stellt eine simple Anpassung der Prozessparameter oft keine schnelle Lösung dar. Gerade diese Variation wird von anderen als Ursache für Grobkornbildung gesehen, da auf den damit vorliegenden, langen Korngrenzen der Pinningeffekt von Ausscheidungen nicht ausreicht [77]. Die Aufheizrate während des Lösungsglühprozesses scheint ein weiterer kritischer Einflussfaktor zu sein, welcher zwischen kontrollierter Rekristallisation ohne kritische Vergrößerung und Grobkornbildung entscheidet [39, 73]. Interessanterweise scheinen auch geringere Verformungsgrade (<20 %) vor der Wärmebehandlung kritischer als höhere zu sein [73], was wiederum mit konventionellen Theorien zur Rekristallisation erklärbar wäre.

Eigenschaften des rekristallisierten Gefüges sind, dass oft eine Scherung der Textur um 25-35 ° zur kristallographischen  $\langle 111 \rangle$  Achse beobachtet wird, was an erhöhter Mobilität der 30-40°  $\langle 111 \rangle$  Korn-

---

<sup>7</sup>Theoretisch beträgt die maximale Löslichkeit 0.28 wt%. Die Löslichkeit wird durch Cu und Li aber weiter bis auf 0.04 wt% herabgesetzt (vgl. Kapitel 9.2).

grenzen im *fcc*-Gitter liegen könnte [77]. Möglichkeiten der Einflussnahme sind damit Versuche, die Korngröße über einem kritischen Wert zu behalten, der allerdings nach dem Model zur Stabilität zellulärer Mikrostrukturen von Humphreys [75] bei  $10\ \mu\text{m}$  liegen würde [39] oder eine schnelle Aufheizrate beim Glühprozess zu erreichen, was Z. B. durch Salzbäder bereits gezeigt wurde [39]. Dies führt dann ebenfalls zu kontrollierterer Rekristallisation, ist aber für größere Bauteile inpraktikabel. Exotischere Möglichkeiten zur Problemlösung sind, durch Walzen zusätzliche Verformung in Nähte einzubringen. Dies hat sich für 6000er Legierungen schon als wirksam herausgestellt [78].

## 5.4 Al-Fe

Al-Fe als zweites, unlösliches System wurde ebenfalls als Vergleichssystem für Al-Cu verwendet, auch weil Eisen als purer Zusatzstoff günstig und in vielen Varianten verfügbar ist. Legierungen aus Aluminium mit Eisen sind, auch aufgrund der hohen Dichte von Eisen und der für die mechanischen Eigenschaften nicht zuträgliche Ausscheidungsbildung, technisch bislang nicht relevant. Dennoch konnten schon einige Legierungen mit vorteilhaften Eigenschaften durch experimentelle Verfahren wie mechanisches Legieren hergestellt werden [79].

Eisen bildet bei technisch reinem Aluminium EN AW-1050 bereits mit  $0.4\ \text{wt}\%$  die häufigste Verunreinigung. Da nur  $0.0004\ \text{wt}\%$  maximal löslich sind, liegt es nicht vollständig gelöst im Werkstoff vor. Auch weil bei der Herstellung des Werkstoffs das Eisen wahrscheinlich nie aufgeschmolzen worden ist, liegt das Metall meist rein in Form von eckigen, mehrere  $\mu\text{m}$  großen Partikeln im Werkstoff und nicht in Form der Gleichgewichtsphase  $\text{Al}_3\text{Fe}$  vor. Zusätzliches Eisen kann im Werkstoff verteilt werden, indem es zum Beispiel zusammen mit Aluminiumpulver versintert [38], es durch Kugelmahlen kaltverschweißt [79] oder durch einen Rührreibprozess integriert wird [37, 80, 81].

An Al-Fe-Grenzflächen kann bei hohen Temperaturen Interdiffusion und eine Bildung intermetallischer Phasen herbeigeführt werden. Da Interdiffusion zwischen den Metallen allerdings mit einer Aktivierungsenergie von  $2.86\ \text{eV}$  [82] stark temperaturabhängig abläuft, treten leicht detektierbare Phasenbreiten dabei allerdings nur nahe des Schmelzpunkts innerhalb typischer Wärmebehandlungszeiten auf. Bei stark umformender Werkstoffbearbeitung wie Rührreibprozessieren kann allerdings, ähnlich zum Al-Cu-System, auch hierbei die Interdiffusion beschleunigt und es können Phasenbreiten von mehreren  $\mu\text{m}$  bestehend aus den Phasen  $\text{Al}_3\text{Fe}$  und  $\text{Al}_5\text{Fe}_2$  innerhalb nur weniger Sekunden bei FSP-typischen Prozesstemperaturen von ca.  $400\text{-}450\ \text{°C}$  [80] erzeugt werden [37, 81]. Das Brechen der teilweise reagierten Eisenzusätze kann hierbei zu sehr fein verteilten, ca.  $100\ \text{nm}$  großen, intermetallischen Partikeln führen, die die Festigkeit und Härte des Werkstoffs beträchtlich steigern können [37, 80]. Allerdings wurde bei diesen Partikeln bislang vornehmlich die  $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ -Phase nachgewiesen.

Auch die magnetischen Eigenschaften durch FSP verteilter Eisenpartikel wurden bereits untersucht

---

und interessante ferromagnetische Eigenschaften aufgrund sehr kleiner Hysterese gemessen [81]. Ein sehr geringes Koerzitivfeld von  $82.7 \text{ Oe}$  wurde festgestellt, das wegen des kleinen Partikeldurchmessers zustande kommt. Partikelgrößen im Bereich von wenigen  $\text{nm}$  könnten sogar superparamagnetisches Verhalten zeigen und für weichmagnetische Anwendungen in Frage kommen, was allerdings in ähnlich produzierten Legierungen noch nicht nachgewiesen werden konnte. Denkbar sind magnetische Messungen auch zur gezielten Analytik mechanisch legierter Werkstoffe, da HystereseKennwerte wiederum Aufschluss über die Partikelgrößenverteilung geben und auch auf die Umgebung von Eisenatomen geschlossen werden kann [83].

## 5.5 Al-C

Nicht nur durch metallische Zusätze lässt sich Aluminium verstärken. Besonders die Herstellung von Metallmatrixverbundstoffen (engl. *metal matrix composite*, MMC), welche keramische Zusätze und auch Kohlenstofffasern [84] beinhalten, ist Gegenstand aktiver Forschung, da so die mechanischen Eigenschaften erheblich verbessert und gleichzeitig das Gewicht verringert werden kann. Allerdings bildet die Benetzbarkeit dieser Fasern eine Hürde bei der Fertigung, welche aber durch geeignete Flussmittel [85] und Fertigungsprozesse [86], Z. B. Infiltration der Fasern durch eine Metallschmelze unter Druck, überwunden werden kann. Auch können metallische oder keramische Beschichtungen auf Fasern eine bessere Anbindung ermöglichen [87]. Am gängigsten ist hierbei eine Nickelbeschichtung, da diese typischerweise sauber an die Aluminiummatrix anbindet, allerdings kann es dabei zur Bildung einer spröden  $\text{Al}_3\text{Ni}$ -Phase kommen, welche die plastische Verformbarkeit des Werkstoffs stark einschränkt.

Diese gängigen Verfahren sind allerdings mit erheblichem Aufwand und Gefahren durch die verwendeten Salze verbunden, weshalb die Anwendbarkeit von FSP zur Integration untersucht wird [88]. Es können durch geeignete Prozessparameter so erhebliche Volumenanteile eingebracht werden, wobei eine saubere Anbindung entsteht und sowohl Abrieb- als auch Zugfestigkeit gesteigert werden können. Zwar werden eingebrachte Fasern durch den Prozess zerkleinert, aber trotzdem kann durch ausreichende Kraftübertragung die enorme Zugfestigkeit von Kohlenstofffasern in Längsrichtung genutzt werden.

## 6 Untersuchungsmethoden

Im Rahmen dieser Arbeit wurden einige Präparations- und Untersuchungsmethoden angewendet, welche innerhalb dieses Kapitels beschrieben werden. Speziell soll zudem praktische Erfahrung im Umgang mit Dienen dokumentiert werden. Es wird dabei auf alle durchgeführten Methoden mit Ausnahme des Rührreibprozessierens eingegangen, da dies ausschließlich bei unseren Projektpartnern am IWB der TU München durchgeführt wurde. Für jede angewendete Messmethode ist eine entsprechende Vorbereitung von Nöten, welche sich teilweise kritisch auf das Ergebnis auswirkt<sup>8</sup>. Nicht nur Geräte am Lehrstuhl für Experimentalphysik 1 der Universität Augsburg, sondern auch Geräte der Lehrstühle Experimentalphysik 2 und 4 wurden verwendet. Für die Mitbenutzung sowie die kompetenten Einweisungen und Tipps sei hiermit herzlich gedankt.

### 6.1 Bildgebende Verfahren

#### 6.1.1 Röntgencomputertomographie

Ein wichtiges Verfahren zur Visualisierung von in Aluminium eingebrachten Zusätzen war innerhalb dieser Arbeit die Röntgencomputertomographie (CT). Unter den zur Verfügung stehenden Verfahren ermöglicht es als einziges einen Blick unter die Oberfläche zu werfen und Aussagen über die 3D-Verteilung zu treffen. Im Phoenix Nanotom M 180 der Firma GE lassen sich durch geeignete Einstellungen sogar Voxelgrößen (3D-Pixel, „Vo“ von Volumen) von unter einem  $\mu\text{m}$  erreichen, weshalb es bereits vollmundig als Nano-CT bezeichnet wird. Die durch das Auftreffen von Elektronen auf ein Diamant-Target entstehende Röntgenstrahlung transmittiert dabei durch das Probenmaterial und erzeugt ein vergrößertes Durchlichtbild auf dem Szintillationsdetektor. Die Vergrößerung, die Voxelgröße und das Sichtfeld werden dabei einzig durch die Abstände von Probe und Detektor zur Quelle definiert. Für eine Probe aus der Schweißnaht der Dimensionen  $8 \times 8 \times 12 \text{ mm}^9$  führt die Ausdehnung des Sichtfelds zu einer Voxelgröße von  $5 \mu\text{m}$ . Kleinere Voxelgrößen sind durch eine Beschränkung des Sichtfelds auf Teile der Naht möglich. Die optimierten Parameter für die Röntgenröhre waren für Aluminiumproben  $120 \text{ kV}$  Beschleunigungsspannung und eine Stromstärke von  $100 \mu\text{A}$ .

Ein typisches Problem bei der Untersuchung von inhomogenen Proben im CT, das auch bei Proben in diesem Projekt auftrat, ist Strahlaufhärtung. Dadurch, dass in Kupfer niederenergetische Röntgenstrahlung stärker gedämpft wird, entsteht ein Überstrahlungseffekt im Bild, da die Röntgendichte höher erscheint, als sie tatsächlich ist. Eine Möglichkeit diesen Effekt zu reduzieren besteht darin, eine

---

<sup>8</sup>Z. B. Politur für EBSD.

<sup>9</sup> $8 \text{ mm}$  sind über die Blechdicke festgelegt und somit führt eine Nahtlänge von  $8 \text{ mm}$  zu einer quadratischen Grundfläche und damit einer in etwa konstanten Intensität auf dem Detektor während des Scans.  $12 \text{ mm}$  Probenhöhe resultieren aus der Nahtbreite aufgrund des Schulterdurchmessers.

---

Metallfolie aus dem strahlaufhärtenden Material vor der Quelle zu platzieren und somit die Untersuchung nur mit höherenergetischer Röntgenstrahlung durchzuführen. Die optimale Filterdicke wurde dazu über eine Berechnung der Intensitätsdifferenz zwischen Strahlen durch Aluminium und Strahlen durch Kupfer und Aluminium nach der Kramer'schen Regel durchgeführt. Danach liegt das Optimum für die angenommene Verteilung aus Kupferpartikeln in der Matrix bei ca.  $70 \mu\text{m}$ .

Vor der Aufnahme muss bei jeder Messung eine Kalibrierung des Detektors durchgeführt werden, um für verschiedene Intensitäten jeweils den Intensitätswert von Luft abschätzen zu können. Dabei wird die Stromstärke in drei Schritten variiert und über 100 Bilder gemittelt. Aus den 1000 anschließend aufgenommenen Durchlichtbildern während einer  $360^\circ$  Rotation wird durch Rekonstruktion mittels des zugehörigen Softwarepakets von Volume Graphics ein dreidimensionales Grauwertbild erstellt. Nachträglich kann zudem eine Korrektur aufgrund einiger doppelt aufgenommener Bilder durchgeführt werden, welche Rauschen und Unschärfe nochmals deutlich reduziert. Eine Öffnung der Ergebnisdatei in der Software *VG Max* ist zwingend erforderlich, da nur dann auch eine Betrachtung der Ergebnisse im kostenlosen Tool *MyVGL* möglich ist.

Eine Analyse der Ergebnisse bei typischen Dateigrößen von 30 GB und mehr verlangt der Grafikkarte im Rechner einiges ab. So muss bei leistungsschwächeren Systemen von teiltransparenten Renderings des Datensatzes meist abgesehen werden. Oberflächenvisualisierung, auch von Schnittflächen durch das Volumen, ist auch für schwächere Systeme kein Problem. Eine Auswertung der 3D-Größenverteilung von eingebrachtem Kupfer ist grundsätzlich möglich, allerdings reicht die Voxelgröße insbesondere für kleinere Partikel, erzeugt durch optimierte Prozessparameter, nicht aus. Deshalb wurde vor allem die grobe, räumliche Verteilung des Zusatzmaterials über CT ausgewertet.

### 6.1.2 Lichtmikroskopie

Die schnellste und einfachste Analyse einer Prozesszone ist sicherlich durch eine Betrachtung im Lichtmikroskop möglich. Im Olympus- wie auch im Reichert-Auflichtmikroskop können mit maximal 500-facher Vergrößerung selbst kleine Partikel von wenigen Mikrometern scharf abgebildet werden. Nach der Endpolitur mit OPU<sup>10</sup> reflektiert die glatte Aluminiumoberfläche gewöhnlich so stark, dass eine Anpassung von Belichtung und Weißabgleich notwendig ist. Deshalb und auch aufgrund des Farbunterschieds zwischen Zusatzpartikeln und Matrix ist eine klare Unterscheidung leicht möglich. Es drücken sich gewöhnlich Polierpartikel in die weiche Aluminiummatrix, was bislang noch nicht effektiv verhindert werden konnte, die Analyse aber auch nicht weiter beeinträchtigt.

Die meisten Untersuchungen am Lichtmikroskop wurden vor der Anschaffung des Keyence Digitalmikroskops getätigt, weshalb das Stitchingverfahren hierbei noch händisch geschah. Am Olympus-Mikroskop lässt sich der Tisch in X- und Y-Richtung über eine Milimeterskala per Drehung von

---

<sup>10</sup>Produktname der Fa. Struers für eine Suspension mit  $\text{SiO}_2$ -Nanopartikeln.

Schrauben verschieben, wodurch eine Abrasterung der Probe und ein Zusammensetzen der Bilder zu einer Gesamtaufnahme der Prozesszone möglich ist. Dadurch kann eine Partikelgrößenverteilung mittels Bildanalyse erstellt werden. Aufgrund der Auflösungslimitierung und Probleme durch inhomogene Belichtung bzw. starke Variation in Farbe und Helligkeit in und um Partikel, wurde dieses Verfahren aber auf das REM übertragen. Trotzdem bleibt der Vorteil einer farblichen Unterscheidung von Partikeln und Matrix bestehen, der mittels eines selbstgeschriebenen Makros für Fiji [89] sehr effektiv zur Binärisierung des Bildes verwendet werden kann.

Ein gängiges Verfahren in der Metallographie ist zudem das Anätzen von metallischen Oberflächen zur Verbesserung von unterschiedlichen Kontrasten wie Kornflächen, Korngrenzen oder Ausscheidungen. Speziell eine Kroll-Ätzung ( $H_2O + HNO_3 + HF$ ) liefert einen klaren Kontrast zwischen Aluminium mit und ohne gelöstem Kupfer und wurde daher von den Projektpartnern an der TU München bevorzugt eingesetzt. Zur Kornflächenätzung kann bei Aluminium eine Barker-Ätzung verwendet werden ( $HBF_4$  und Anodisierung durch angelegte Spannung). Speziell für die Untersuchung von Rekristallisationsvorgängen in AN EW-2195 war dieses Verfahren sehr nützlich, barg aber im Detail immer wieder Tücken. So sind die Parameter Spannung, Ätzzeit, Säurekonzentration sowie Sauberkeit der Elektroden allesamt kritisch und es sollte für jede Probengeometrie eine kleine Parameterstudie zur Optimierung durchgeführt werden. Typischerweise sind  $15\text{ V} / 1\text{ min} / 3.6\% / \text{blank}$  gute Startwerte, für größere und kleinere Proben kann aber eine deutliche Änderung nötig sein. Ein selbst konstruierter Aufbau an einer Gewindestange mit Haltern in einem großen Becherglas lieferte gute, aber nur teilweise reproduzierbare Ergebnisse. Mit der Anschaffung des LectroPol-3 von Struers war durch das Modul „externes Ätzen“ sodann eine Aufzeichnung der Stromkurve während des Ätzverfahrens möglich, was die Reproduzierbarkeit deutlich steigerte. Als essentiell stellte sich in jedem Fall ein anfängliches Umpolen mittels Dummyprobe heraus, da so eine komplett blanke Gegenelektrodenfläche erzeugt werden kann. Des Weiteren ist auch eine solide, elektrisch leitende Verbindung zur Probe wichtig, wobei im Laufe der Laborversuche von einem, in ein kleines Loch in der Probe geklemmten, Stab auf kolloidales Graphitpulver gewechselt wurde. Dies ermöglicht erstklassige Leitfähigkeit bei leichtem Handling. Nach der Ätzung erkennt man mittels vorpolarisierten Lichts und einem Analysefilter farbliche Unterschiede zwischen Kornflächen, weil das Licht je nach Orientierung der sich aufbauenden Schicht in der Polarisation gedreht wird.

### 6.1.3 Rasterelektronenmikroskopie

Zur hochauflösenden Abbildung und Analyse von elektrisch leitfähigem Material stellt das Rasterelektronenmikroskop (REM) eines der flexibelsten und potentesten Instrumente dar. Dabei rastert ein fokussierter Elektronenstrahl im Vakuum die Probenoberfläche ab, während die Intensität, Richtung und Energie entstehender Strahlung ermittelt wird. Halbleiterdetektoren werden dabei eingesetzt, um

höherenergetische, elastisch gestreute Primärelektronen (sog. Rückstreuelektronen) zu detektieren. Aufgrund des unterschiedlichen Streuvermögens verschieden schwerer Atomsorten werden diese Detektoren meist für Materialkontrast (nach der Kernladungszahl auch Z-Kontrast genannt) angewendet. Szintillatoren dagegen detektieren Sekundärelektronen, welche durch inelastische Streuung im Material entstehen und in wesentlich größerer Zahl vorkommen. Die Oberflächentopographie kann so abgebildet und laterale Auflösungen von unter einem  $nm$  erreicht werden.

Entstehende Röntgenstrahlung beim Wiederauffüllen von unbesetzten Zuständen, herbeigeführt durch ein Herausschlagen von Schalenelektronen durch Primärelektronen, wird mit Hilfe von energiedispersiven Halbleiterdetektoren gemessen (engl. *energy dispersive X-ray*, EDX). Die Menge an entstehenden Elektron-Loch-Paaren gibt dabei Aufschluss über die Energie des Röntgenquants, welche wiederum spezifisch für ein bestimmtes Element ist. Durch einen Fit des sich ergebenden Spektrums kann die Zusammensetzung des Materials mit einer Genauigkeit von einigen Zehntelprozent errechnet werden. Um eine Linie im Material anzuregen, wird immer mindestens das doppelte der Linienenergie als Beschleunigungsspannung benötigt. Allerdings zieht eine Erhöhung der Spannung auch immer eine Verbreiterung des angeregten Bereichs (sog. Anregungsbirne) nach sich, was die Ortsauflösung von EDX-Analysen auf maximal einige  $100\text{ nm}$  limitiert.

Eine weitere interessante Analyseform ist die Untersuchung der Elektronenrückstreubeugung (*electron backscatter diffraction* EBSD). Bei einer optimalen Beschleunigungsspannung der Primärelektronen von  $15\text{ kV}$  werden Elektronen so tief im Material inkohärent gestreut, dass die entstehende Kugelwelle an darüberliegenden atomaren Ebenen (in kristallinem Material) elastisch gebeugt wird und ein Interferenzmuster auf einem Phosphorschirm sichtbar wird. Typischerweise wird dazu die Probe  $70^\circ$  zur Strahlachse verkippt, da der Schirm seitlich angeordnet ist. Die entstehenden Doppellinien werden als Kikuchi-Pattern bezeichnet und können über eine Hough-Transformation gefittet werden. Für hinterlegte Kristallstrukturen kann dann eine Bestimmung der Orientierung des jeweiligen Kornes durchgeführt werden. Als weiterer wichtiger Parameter kann der Kontrast der Linien zum Hintergrund gemessen werden (sog. Bandkontrast), der ein Maß für die Defektfreiheit im Kristall darstellt. Die Auswertung der Orientierungsdaten kann auf unterschiedlichste Weisen erfolgen, wobei die Erstellung einer Polfigur zur Visualisierung von Texturen sowie eine Verteilungskarte mit einer farblichen Kodierung der Orientierungen relativ zu den kristallographischen Hauptachsen am häufigsten ist [90]. Hervorzuheben ist, dass speziell bei EBSD-Untersuchungen eine Driftkorrektur (genannt „Autolock“ in der Oxford Aztec-Software) extrem hilfreich ist, da aufgrund der großen Probenströme und des vorgekippten Halters oft große Driftstrecken während der teilweise stundenlangen Mappings auftreten können.

Für die REM-Untersuchungen in diesem Projekt wurde fast ausschließlich das Zeiss Merlin mit Gemini-II-Säule, Feldemissionskathode, NTS-BSD-, EDX- und EBSD-Detektor verwendet, da größ-

tenteils mit exzellent leitfähigen, metallischen Proben gearbeitet wurde. Lediglich zur Untersuchung von in Epoxidharz eingebettetem Pulver wurde auf ein ESEM des Herstellers Philips zurückgegriffen, das in der Lage ist einer zu starken Aufladung der Oberfläche durch eine dünne Wasseratmosphäre vorzubeugen. Bei der Untersuchung von Proben des Al-Cu-Systems kann durch Optimierung des Z-Kontrasts am Zeiss-Gerät deutlich die Grenze der Rührzone mit gelöstem Kupfergehalt sichtbar gemacht und mittels EDX-Analyse Homogenität und Quantität des Gehalts bestimmt werden. Reduziert man die Landeenergie auf 3 kV, so gelingt auch die Trennung eines intermetallischen Phasensystems im Konzentrationsprofil, obwohl die einzelnen Phasen nur jeweils einige 100 nm breit sind. Eine EBSD-Untersuchung mit Standardparametern gab dabei eine verlässliche Auskunft über Korngrößenstatistik und Textur. Die wichtigsten Messungen für diese Arbeit zur Phasenbreiten- und Partikelgrößenstatistik wurden ebenfalls an diesem Gerät durchgeführt. Während für eine Statistik über die Größenverteilung der Al-Cu-Interdiffusionszone lediglich eine Bildaufnahme mittels BSE-Detektor von einigen 100 Partikeln nötig war und daher keine technischen Kniffe erforderte, so war für die Gewinnung einer hinreichend genauen Partikelgrößenverteilung mehr Optimierung erforderlich. Als geeignetes Vorgehen stellte sich die Aufnahme eines Bildrasters mit optimierten Aufnahmeparametern heraus, das dann zur Korrektur der Bildpositionen zusammengesetzt und wieder getrennt wurde. Klarer Materialkontrast zwischen Al und Cu lässt sich bei größeren Arbeitsabständen und damit größtem Sichtfeld am besten mit dem NTS-BSD, einem Vier-Quadrantendetektor, erreichen. Mit dem maximalen Probenstrom von 32 nA können kleinste Partikel noch aufgelöst, jedoch die Akquisezeit minimiert werden. Ein selbstgeschriebenes Makro ermöglicht nun nach der Festlegung des Rasterbereichs ein automatisiertes Aufnehmen der Kacheln mit extrem hoher Pixelzahl. So kann im Zeitraum von mehreren Minuten eine Probenfläche von einigen cm<sup>2</sup> mit einer Pixelgröße von 300 nm und einem Grauwert von Cu nahe weiß und Al nahe schwarz aufgenommen werden.

Das FIB-SEM wurde neben dem Einsatz zur Präparation von TEM-Lamellen und das gezielte Polieren für EBSD auch für die Aufnahme von 3D-Stacks von Elektronenbildern eingesetzt. Dabei wird alternierend immer eine feine Schicht der Probe abgetragen und anschließend werden Sekundär- und Rückstreuielektronenbilder aufgezeichnet. Wichtig ist dabei ein ausgeklügeltes Prinzip zur Tiefenbestimmung, Drift- und Bildkorrektur. Schreibt man vor der Aufnahme drei Bahnen in die Probenoberfläche, von denen die äußeren beiden aufeinander zu laufen, so kann über den Abstand die Bildtiefe, über die Position der Drift und über die Schärfe der Fokus angepasst werden. Für optimalen Kontrast kann schlicht ein Strich mit einem schwarzen Filzstift gezogen und die mittels Ionenstrahl geschnittenen Linien mit Platin aufgefüllt werden. Der aufgezeichnete Bilderstapel muss (z. B. mittels der Software Fiji) korrekt ausgerichtet und beschnitten werden. Anschließend kann nun eine 3D-Visualisierung und Auswertung von z. B. der Porengrößen durchgeführt werden.

Für eine Studie der Grobkornbildung in AN EW-2195 war vor allem EBSD am Zeiss Merlin nütz-

lich. Einerseits ist eine Kornstrukturcharakterisierung vor dem Kornwachstum sinnvoll, um speziell anfällige Bereiche zu identifizieren. Andererseits können durch EBSD Orientierungsunterschiede an einer Rekristallisationsfront gemessen und womöglich mit lokalen Zirkoniumgehaltunterschieden verknüpft werden. Wenn Zirkoniumzusätze durch FSP in Lösung gebracht oder stark zerkleinert wurden, so blieb der Gehalt allerdings unterhalb der Auflösungsgrenze von EDX.

Bei der Integration von Fe-Pulver durch FSP half das REM ebenso bei der Auswertung präziser Partikelgrößenverteilungen, während die Anbindung von Ni-beschichteten Kohlefasern durch Abbildung und Elementprofile studiert wurde.

#### 6.1.4 Bildauswertungsverfahren

Zur Erstellung der Partikelgrößenverteilungen als Basis für eine numerische Simulation wurden verschiedene Bildauswertungsverfahren verglichen. Einfach und schnell funktioniert dabei die Anwendung einer Stufenfunktion auf das zu analysierende Bild, wodurch ein Binärbild erstellt wird, das klar Signal und Hintergrund trennt. Die Stufenfunktion kann mittels der Fiji-Software [89] klassisch über den Grauwert, aber auch über Farbwerte angewendet werden. Ersteres eignet sich vor allem für BSE-SEM-Bilder, letzteres für Lichtmikroskopiebilder, wenn das Zusatzmaterial eine andere Färbung aufweist. Dazu wurde ein Makro entwickelt, das es ermöglicht, Farbwerte aus im Bild markierten Bereichen zu erkennen und ein Fenster für alle drei Farbkanäle zu berechnen. Anschließend kann die Binärisierung aller Pixel aufgrund des festgelegten Farbbereichs stattfinden.

Da die räumliche Auflösungsfähigkeit des Lichtmikroskops bei optimierten Prozessparametern zur Abbildung der kleinsten Partikel nicht ausreichte, wurde im Laufe der Arbeit auf die Auswertung von BSE-SEM-Bilder gewechselt. Ein weiterer Vorteil dieser Technik ist die Vermeidung von Fehldetektionen, da Rückstreuielektronenbilder fast ausschließlich Materialkontrast enthalten. Das Festlegen des korrekten Grauwerts fällt dabei aufgrund der klar trennbaren Spitzen im Grauerthistogramm leicht.

Nach der Binärisierung können zudem Binäroperationen wie *close*-, *fill* und *watershed* helfen, z. B. durch Schmutz auf Partikeln verursachte Flecken aufzufüllen und Partikelcluster zu trennen. Fiji bietet mit der „Analyze Particles“-Routine eine effiziente und mächtige Möglichkeit zur Partikelanzählung. Alle gewünschten Parameter können unter „Set Measurements“ ausgewählt werden, wobei vor allem *fit ellipse* und *shape descriptors* zusätzlich zu *area* für eine Bestimmung der Größenverteilung nützlich sind. Da oft trotz des guten Kontrasts durch die Verwendung von BSE-Bildern die genaue Wahl der Grauwertstufe einen signifikanten Einfluss auf die korrekte Kantenerkennung hat, wurde zudem mit dem Programm Ilastik [91] gearbeitet.

Ilastik ist ein auf Matlab basierendes Tool, das die Erkennung und Klassifizierung von Objekten mit Hilfe eines neuronalen Netzes durchführt. Dabei trainiert der Benutzer das Netz über eine selektive

---

Markierung von Signal und Hintergrund auf dem Bild. Innerhalb des Signalbereichs kann dann auch noch eine Klassifizierung einzelner Objekte stattfinden. Sind die Kriterien einmal definiert und das Netz trainiert, kann die Auswertung automatisiert für große Bilderserien erfolgen. Im Folgenden wird er gesamte Arbeitsablauf genauer beschrieben:

Da für den Zweck der Arbeit eine Objektklassifizierung benötigt wird, sollte die Option „Pixel Classification + Object Classification“ gewählt werden. Es folgt ein zweistufiger Prozess, bei dem zuerst eine Kriterienauswahl und ein Training und anschließend eine Objektunterscheidung durchgeführt wird. Nach dem Laden von exemplarischen Bildern kann aus vielen Kriterien gewählt werden, nach denen das neuronale Netz die Signal- und Hintergrundfläche unterscheidet. Diese Kriterien beziehen sich z. B. auf die Position, Form und Grauwerteigenschaften von Objekten. Die genaue Kenntnis der angewendeten Kriterien unterscheidet die Arbeit mit Ilastik von anderen Blackbox-KI-basierten Verfahren und nützt der Interpretierbarkeit der Ergebnisse. Hiernach kann mit der Markierung der Bildbereiche begonnen werden. Als praktikabel stellte sich ein Markieren der Partikel ohne Überschreitung des Randes heraus, wobei ein Haken bei *live* eine stetige Aktualisierung des Einteilungsvorschlags des Netzes anzeigt. Nun sollten mit der Hintergrundfarbe einige Partikel genauestmöglich von außen begrenzt werden. Nach einer Markierung von ca. 10 Partikeln unterschiedlicher Größen nach diesem Schema deckt sich der Vorschlag typischerweise schon sehr gut mit der Meinung des Benutzers. Anschließend kann noch eine Untergruppe der bis dahin erkannten Partikel über die Größe selektiert werden, um beispielsweise Einzelpixel auszuschließen. Eine Unterteilung des Objektsets ist hiernach über eine weitere Benutzermarkierung möglich und kann für die Unterscheidung von Clustern und Einzelpartikeln verwendet werden. Unter „Output“ wird der Zielordner und die Form von Ausgabebildern und Textdateien festgelegt. Eine Normierung des Ergebnisses auf drei Werte für Hintergrund (schwarz), Cluster (grau) und Einzelpartikel (weiß) ist zur übersichtlichen, optischen Ergebnisbewertung sinnvoll. Eine Ausgabe der Daten erfolgt in Tabellenform, wobei unterschiedliche Formate wie HDF5<sup>11</sup> oder CSV möglich sind. Als Projekt gespeichert kann dann im letzten Schritt die Routine auf einen beliebig großen Stapel an Bildern unter „batch processing“ angewendet werden.

Basierend auf den Ausgabedateien wurden mittels Python Auswerteroutinen entwickelt. Wichtig ist hierbei die Angaben zu den Partikeldimensionen in Pixel mit der korrekten Pixelgröße zu verrechnen. TIF-Bilder, gespeichert durch die SmartSEM-Software von Zeiss, enthalten als Tag die „Image Pixel Size“, welche entweder automatisiert durch ein ImageJ-Makro aufgerufen oder auch durch das Öffnen der Bilder in Texteditoren erfahren werden kann. Üblicherweise wurden die Partikeldaten mittels eines Histogramms über einer logarithmischen X-Achse für den Durchmesser in Form eines Flächenanteils dargestellt. Jeder Partikel geht gewichtet mit seiner kreisförmigen Schnittfläche ein, welche auf die initiale Fläche von Kupferpartikeln vor dem Prozess normiert wurde. Zudem wurde die Hi-

---

<sup>11</sup>Hierfür gibt es sogar ein Plug-In zum direkten Import in ImageJ.

stogrammform mit einer Gaussverteilung gefittet und Mittel- und Medianwerte berechnet. Um eine Vergleichbarkeit zu gewährleisten wurde die X-Achse von 100 nm bis 100  $\mu\text{m}$  stets in 50 gleich große Bins aufgeteilt.

### 6.1.5 Transmissionselektronenmikroskopie

Das grundsätzliche Funktionsprinzip eines Transmissionselektronenmikroskops (TEM) ist dem eines REMs sehr ähnlich. Trotzdem gibt es wesentliche Unterschiede und andere Anwendungsbereiche. Im Vergleich zum REM ist die Elektronensäule wesentlich länger, enthält viel mehr elektronenoptische Bauteile und ist damit auch deutlich schwerer einzustellen. Es wird eine dünne Probe mit Beschleunigungsspannungen von meist 100-200 kV durchstrahlt und Wechselwirkungen detektiert. Die inhärenten Vorteile dieses Prinzips sind, dass einerseits die Wellenlänge der Elektronen dadurch stark abnimmt, also kleinere Strukturen aufgelöst werden können, und andererseits keine Strahlaufweitung wie im Bulkmaterial stattfindet. Zudem kann, ähnlich zum bereits angesprochenen Prinzip genutzt bei EBSD, an kristallinem Material gebeugte Strahlung zur Gittercharakterisierung verwendet werden.

Allgemein lassen sich die Anwendungen von TEM auf zwei Funktionsvarianten aufteilen. Wird ein Bereich der Probe mit parallelem Strahl beleuchtet (sog. TEM-Modus), kann schlicht ein vergrößertes Bild der Probe, zusätzlich kontrastiert durch die Auswahl eines oder mehrerer gebeugter Reflexe zum Beitrag an der Bildgebung durch eine Objektivblende, erzeugt werden. Bei spezieller Verwendung des Beugungsbilds<sup>12</sup>, wozu die hintere Fokusebene abgebildet wird, spricht man vom Beugungsmodus und es kann die Symmetrie des Kristallgitters und Störungen dessen untersucht werden. Wird der Bereich, welcher zum Beugungsbild beiträgt, durch eine weitere Blende eingeschränkt, so spricht man von Feinbereichsbeugung (engl. *selected area diffraction*, SAD). Im TEM-Modus kann bei über 50000-facher Vergrößerung bereits aufgrund des Phasenkontrasts von Elektronenstrahlen, welche nahe an Atomsäulen transmittieren, atomare Auflösung erreicht werden (HRTEM). Bereits seit den Anfängen der Methode in den 30er Jahren beruhen viele Entdeckungen der Metallphysik (und auch dieser Arbeit) auf Erkenntnissen aus dem TEM, da so beispielsweise Gitterfehler wie Versetzungen, Korngrenzen und Ausscheidungen direkt abgebildet und untersucht werden können.

Der zweite und modernere Modus ist der STEM-Modus, bei dem analog zum REM der gesamte Strahl zu einem möglichst feinen Spot fokussiert wird und dieser dann über die Ablenkung durch Scanspulen über die Probe rastert. Da dies mit Hilfe von Korrektoren und monochromatischen Elektronenquellen mittlerweile ebenfalls weit unter atomarer Auflösung betrieben werden kann, ist nicht nur eine Bildgebung über elektronenempfindliche Detektoren, sondern auch Analytik durch EDX-Detektoren, Beugung und Elektronenenergieverlustspektroskopie (engl. *electron energy loss spectroscopy*, EELS) mit der selben Ortsauflösung möglich. Bei EELS werden transmittierte Elektronen durch ein magne-

---

<sup>12</sup>Meist nur klar ersichtlich, wenn eine Kristallrichtung parallel zur Strahlrichtung orientiert ist.

tisches Feld nach ihrer Energie getrennt, wodurch z. B. auf die Zahl angeregter Plasmonen und damit auf die Probendicke geschlossen werden kann.

Zum Ende dieser Arbeit standen drei unterschiedliche Transmissionselektronenmikroskope zur Verfügung. Die Aneignung der Benutzungsfertigkeiten begann deshalb natürlich beim ältesten, einem Philips CM12, das ausschließlich zur Übung und Vorführung bei Praktika benutzt wurde. Aufgrund der hohen Anforderungen an die Probenqualität, der vielen Justageschritte und der Komplexität der Bedienelemente, erscheint die Lernkurve beim Start in die Transmissionselektronenmikroskopie extrem steil. Ist die Präparation geglückt und man arbeitet mit einer Probe, die einen ausreichend großen, dünnen Bereich besitzt und wenig Kontamination zeigt, kann sich auf die korrekte Justageeinstellung des Geräts konzentriert werden. Grundsätzlich ähneln sich die Justageschritte aller drei verwendeten Geräte stark, da stets von oben nach unten eine „On-Axis“-Ausrichtung des Elektronenstrahls aller (justierbaren) elektronenoptischen Elemente durchgeführt wird. So wird der Strahl schlicht in die Mitte des Leuchtschirms ausgerichtet und durch periodische Änderung der Ströme eine gerade Transmission durch die Linsen sichergestellt. Grundsätzlich muss immer auch eine Zentrierung der Kondensorblende und eine Z-Verschiebung der Probe zur Einstellung der euzentrischen Höhe vorgenommen werden. Gerade bei den größeren, notwendigen Verkippungen zur parallelen Ausrichtung einer bestimmten Zonenachse des Kristallgitters zur Strahlrichtung ist diese Einstellung natürlich kritisch, weil sich die Probenstelle sonst bei einer Kippung aus dem Sichtfeld bewegt.

Ein eigenes STEM-Alignment ist dagegen nur beim neusten der Geräte, einem Jeol NeoARM 200, notwendig. Das Gerät ist zwar speziell auf hochauflösendes STEM ausgelegt, trotzdem ist zur Erreichung atomarer Auflösung in diesem Modus ein hochgenaues Alignment erforderlich. Optimalerweise wird dies mittels des Ronchigramms durchgeführt, einer Erscheinung auf dem Leuchtschirm oder der CCD-Kamera, die zustande kommt, wenn der rasternde Strahl auf der Probe angehalten und ein wenig weg vom Fokuspunkt gebracht wird. Führt man dies auf einer amorphen Probenstelle<sup>13</sup> durch, so erscheint im perfekt eingestellten Fall eine runde Struktur ohne Vorzugsrichtung. Die zwei Hauptaberrationen, die hier korrigiert werden müssen, sind Koma und Astigmatismus der Kondensorlinse. Es muss der Strahl also exakt parallel zur optischen Achse und genau in der Mitte durch die Linse geführt werden. Sind diese Abbildungsfehler korrigiert und eine kleine Kondensorblende wurde ins Zentrum gesetzt, so muss an der interessanten Probenstelle<sup>14</sup> die Ausrichtung der gewünschten Kristallorientierung sehr präzise erfolgen. Hiernach kann rasternd eine Feinfokussierung auf das Kristallgitter erfolgen. Eine der modernsten Methoden der Transmissionselektronenmikroskopie ermöglicht durch enorm schnelle Bildaufnahme die rasternde Aufnahme von Beugungsbildern, erzeugt durch konvergente Elektronenbeugung. Dies erfolgt offensichtlich im STEM-Modus und wird ge-

---

<sup>13</sup>Bei elektrolytisch gedünnten Proben am Lochrand, bei FIB-Lamellen am Pt-Steg.

<sup>14</sup>Am besten mit stark defokussiertem Strahl suchen, da so ein wenig vergrößertes, aber scharfes Bild der Probe zu sehen ist.

wöhnlicherweise mit der kleinsten verfügbaren Kondensorblende durchgeführt, um eine Trennung der Beugungsscheiben zu erreichen. Durch die Aufnahme eines kompletten Beugungsbilds pro untersuchtem Pixel, können die Datensätze schnell viele GB groß werden. Jedoch sind potentere Rechner dadurch im Stande, hochinteressante Auswertungen durchzuführen und beispielsweise Verzerrungsfelder aus der Verschiebung der Scheibenpositionen zu errechnen (sog. 4DSTEM).

Nach einer langen Reihe an Versuchen, durch Dimpeln und Ionenpolieren eine TEM-Probe mit elektronentransparenter Partikel-Matrix-Grenzfläche zu präparieren, brachte erst eine Zielpräparation mittels FIB das gewünschte Ergebnis. Es war dann sogar möglich, von verschiedenen Nähten Vergleiche zwischen den Grenzflächen anzustellen. Der Fokus der TEM-Untersuchung innerhalb des Al-Cu-Projekts war eine genaue Bestimmung der intermetallischen Phasen an der Grenzfläche. Somit waren präzise Konzentrationsmessungen über EDX und Feinbereichsbeugung innerhalb von Körnern der einzelnen Phasen nötig. Die Herausforderung bei der Feinbereichsbeugung ist vor allem die Ausrichtung der kleinen Körner, welche meist nur einige 100 nm groß sind. Zum Ende des Projekts wurde zudem versucht, Verzerrungsfelder im Matrixgefüge hin zur IMC-Grenzfläche durch 4DSTEM zu erstellen.

Feinbereichsbeugung, STEM und EDX wurden auch eingesetzt, um Ausscheidungsvorgänge des durch FSP gelösten Kupfers zu untersuchen. Da hierbei größere Matrixkörner im Bereich von  $\mu\text{m}$  ausgerichtet werden müssen, ist auch eine gezielte Auswahl der Zonenachse möglich. Es handelt sich damit um eine Standarduntersuchung von Ausscheidungsdichten, wie sie normalerweise bei Proben aus Schmelzlegierungen vorgenommen wird. Der Vorteil der STEM-Gitterabbildung für die Untersuchung kleiner Ausscheidungen, im Vergleich zum konventionellen HRTEM ist ganz klar, dass die Bilder oft leichter zu interpretieren sind, da fast ausschließlich Z-Kontrast vorliegt<sup>15</sup>.

### 6.1.6 Symmetrierauswertung von Beugungsbildern

Zur Auswertung von Interferenzmustern, gewonnen durch Feinbereichsbeugung, wurde die Software CrystBox [92] verwendet. Nach der Eingabe des Input-Bildes, der Pixelgröße sowie der Kristallstruktur wird eine Kandidatenauswahl durch Kreise um Intensitätsmaxima vorgeschlagen, welche vom Benutzer noch manuell geändert werden kann. Anschließend fittet ein RANSAC-Algorithmus (*random sample consensus*) [93] ein regelmäßiges 2D-Gitter unter Berücksichtigung möglichst vieler Kandidaten. Resampling-Algorithmen dieser Art sind speziell geeignet, wenn Modellübereinstimmungen in Datensätzen mit vielen Ausreißern gefunden werden sollen. Am Ende wird die Übereinstimmung mit den Ebenenabständen und Winkeln der Zonenachse mit der geringsten Abweichung in Form eines Ratings angezeigt. Sind alle relevanten Phasen in Form von .CIF- oder .CELL-Dateien eingepflegt, so kann unter Variation der Phasenauswahl und einer Neuberechnung sehr einfach Strukturbestimmung

---

<sup>15</sup>Bei der Benutzung von Dunkelfeld-Ringdetektoren (engl. *high angular annular dark field*, HAADF).

betrieben werden.

## 6.2 Mechanische Untersuchung

Messungen der mechanischen Eigenschaften machten zwar nur einen geringen Teil der Laborarbeit aus, führten aber zu zentralen Erkenntnissen, weshalb eine Beschreibung der Arbeitsweise notwendig ist. Auch die gezielte mechanische Umformung, bei der nur sekundär die Eigenschaften gemessen wurden, soll dabei erwähnt werden.

### 6.2.1 Härtemessung

FSP führt durch die starke Veränderung der Mikrostruktur zu interessanten Härteverläufen vom Basismaterial zur Prozesszone. Üblicherweise werden Reihen von Härteeindrücken erstellt und als Streudiagramm dargestellt. Da für aufgelöste Kupferzusätze eine starke Härtezunahme erwartet wurde und auch die Homogenität der Verteilung von Zusatzelementen von Interesse war, wurde nach einer Möglichkeit zur rasternden, hochauflösenden Härtemessung gesucht. Durch einen Asmec-UNAT-Nanoindenter konnte dies erreicht werden, indem eine Berkovich-Spitze<sup>16</sup> mit einer geringen Prüfkraft (100 g) automatisiert ein festgelegtes Raster auf der Probenoberfläche abprüfte. Als essentiell wichtiger Teil der Rasterdefinition ist das Setzen von Annäherungspunkten zu nennen, an welchen die absolute Höhe der Oberfläche durch eine langsame Annäherung gemessen wird. An diesen Punkten kann nach der Messung kein Härteeindruck mehr erfolgen, aber trotzdem konnte selbst bei sehr planarer Probenoberfläche nur durch eine Annäherung nach jeweils 20 Eindrücken eine problemlose Messroutine ermöglicht werden. Zur Auswertung kann durch eine simple Formel aus der Eindringtiefe der Spitze die Härte errechnet werden. An den Annäherungspunkten wurde jeweils ein Durchschnittswert aus den vier umliegenden Messungen gebildet. Die Wichtigkeit einer planaren Oberfläche wurde bereits betont, jedoch ist die allgemeine Oberflächenqualität ebenso entscheidend. Es sollte bis zur feinsten Stufe poliert werden, um den Einfluss der Topographie zu minimieren, da dieser bei kleinen Prüfkraften mehr ins Gewicht fällt.

### 6.2.2 Zugprüfung

Eine Zugprüfung fand vornehmlich zur Klärung des Einflusses von Kohlenstofffasern auf die Festigkeit walzgebundener Aluminiumplatten<sup>17</sup> statt, welche als Referenzproben zum Metallmatrixverbundstoff, hergestellt durch FSP, diente. Dabei wurden Streifen mit parallelen Seiten, ohne die typische Verjüngung in der Mitte, gewählt und die Parameter der Norm DIN EN ISO 6892-1 zur

---

<sup>16</sup>Eine dreiseitige Pyramide mit ca. 65°-Winkel von Spitze zu Fläche.

<sup>17</sup>Vor allem bearbeitet durch Jamshed Okunov, während seiner Bachelorarbeit 2019.

---

Bestimmung der Festigkeit metallischer Werkstoffe verwendet. Die Zugprüfmaschine Zwick Z50 ermöglichte eine ausreichend genaue Verformungsmessung auch ohne zusätzliche optische oder taktile Kontrolle der Dehnung. Es kam stets zum Riss ca. in der Mitte des Streifens, weshalb sich die verwendete Geometrie als tauglich erwies.

### 6.2.3 Druckverformung

An einer hydraulischen Zugprüfmaschine der Firma Instron wurden einige Versuche zum Einfluss von Warmverformung auf die Rekristallisation in AN EW-2195 durchgeführt. Eine gezielte Einstellung des Druckverformungsgrades war hier mit limitierter Präzision möglich, während die Temperatur durch einen Dreizonenofen kontrolliert wurde. Die Vorgehensweise [94] war hier stets, dass vor dem Anschalten der Maschine die massiven Stahlstempel samt erster Probe auf die nötigen 150 °C vorgeheizt wurde. Schaltet man die Maschine ein, so führt Kühlwasser die Wärme der hydraulischen Presse ab. Je nach Außentemperatur kam es hierbei nach ca. 1 h zu einer Überhitzung des Kühlwasserreservoirs, was zur sofortigen Abschaltung der Maschine führte. Es galt also, nach dem Einschalten sofort mit der Prozedur zu beginnen.

Die Probengeometrie wurde im Laufe der Experimente optimiert. Typischerweise sind zylindrische Proben, bei denen die Höhe größer als der Durchmesser ist, optimal für Druckverformungsversuche. Es kommt so zu einer gleichmäßigen Verformung in der Mitte der Probe. Da allerdings 6.7 mm breite Kernbohrungsproben aus der Schweißzone die Übersicht über den Nahtquerschnitt einschränken, wurde auf eine quaderförmige Geometrie mit Abmessungen von 12 x 12 x 8 mm gewechselt. Stets wurde zudem mit dem Schmiermittel Molykote gearbeitet, welches  $MoS_2$  enthält und die Reibung zwischen Proben- und Stempeloberfläche reduziert. Nach einer Annäherung des unteren Stempels bis zum Kontakt der Probenoberseite mit dem oberen Stempel, festgestellt durch die Messung einer Vorkraft von 50 N, schließt der Pressvorgang an. Es wurden 2% pro Minute als Prüfgeschwindigkeit während der Druckverformung verwendet und der erreichte Verformungsgrad mit der Zielvorgabe nach dem Prozess verglichen. Aufgrund von Ungenauigkeiten in der Verformungskontrolle und den Einflüssen von Temperatur und elastischer Verformung, musste stets eine ca. 1.5% höhere Verformung angegeben werden, als tatsächlich erreicht wurde.

Wegen der erwähnten Probleme mit dem Versuchsaufbau, wurden speziell angefertigte, längere Stempel zur Benutzung einer Thermokammer besorgt. Diese waren für die schon für die Zugprüfung angewendete Zwick Z50 verfügbar und ermöglichten eine homogenere und konstante Temperaturverteilung. Auch war eine präzisere Einstellung des Verformungsgrades und ein längeres Arbeiten ohne Maschinenausfälle an diesem Prüfgerät möglich.

---

### 6.3 Thermische Untersuchung

Die Thermische Untersuchung durch Differentialkalorimetrie (engl. *differential scanning calorimetry*, DSC) ist ein Standardverfahren zur Untersuchung von Entmischungsvorgängen in metallischen Legierungen. Dabei durchlaufen eine Probe in einem runden Tiegel mit ca. 3 mm Durchmesser und zusätzlich ein leerer Referenztiegel ein Temperaturprogramm, während die Temperatur bei definierter Heizleistung gemessen wird und so der Wärmefluss bestimmt werden kann. Normiert man diesen auf die Probenmasse und trägt das Ergebnis über die Zeit oder Temperatur auf, so deuten Spitzen endotherme und Täler exotherme Reaktionen an. Durch den Abzug des Signals, gemessen am Referenztiegel, isoliert man das Signal der Probe.

Bei Benutzung des Netzsch 204 F1 Phoenix mit Autosampler ist eine automatisierte Messung mehrerer Proben z. B. über Nacht möglich. Zur Untersuchung der Entmischungsvorgänge von durch FSP aufgelöstem Kupfer und schmelzmetallurgisch hergestellten Referenzproben wurde nach einem Standardprogramm mit  $10\text{ K/min}$  von Raumtemperatur (RT) auf  $530\text{ °C}$  geheizt, wieder auf RT gekühlt und anschließend noch ein zweiter Zyklus zur Unterscheidung reversibler und irreversibler Prozesse durchgeführt. Sogar eine grobe Ortsauflösung kann durch die Zerteilung einer Schweißzone in Würfel mit 3 mm Kantenlänge erreicht werden [95].

### 6.4 SQUID-Messung

Neben der wesentlich geringeren Löslichkeit von Eisen in Aluminium im Vergleich zu der von Kupfer ist auch der Ferromagnetismus von Eisenclustern ein entscheidender Unterschied zu den anderen, verwendeten Zusätzen. So kam die Idee auf, mit magnetischen Messmethoden Schweißzonenproben mit integriertem Eisenzusatz zu untersuchen. Eine sehr moderne und ausgereifte Methode zur Messung der Magnetisierung einer Probe in einem externen Feld ist die Anwendung eines SQUID-Magnetometers<sup>18</sup>. Mit dem SQUID-VSM von LOT-QuantumDesign ist es möglich, durch supraleitende Spulen auch kleinste Magnetfelder im Material durch dessen Reaktion auf ein äußeres Wechselfeld zu messen. Die Probe wird dazu in einen Plastikstrohhalm geklemmt und kann rotiert werden, um richtungsabhängig zu messen. Vermisst man Würfel mit 3 mm Kantenlänge aus Nähten mit unterschiedlichen Eisenkonzentrationen, so lassen sich bei den resultierenden Hysteresekurven klare Unterschiede feststellen. Es kann so nicht nur der Eisengehalt abgeschätzt, sondern auch eine Aussage über die Größenverteilung aufgrund des Koerzitivfeldes getroffen werden.

---

<sup>18</sup>Engl. *superconducting quantum interference device*.

---

## 6.5 Präparationsmethoden

Die mechanische Bearbeitung besteht bei metallurgischen Versuchen in fast jedem Fall aus Trennen, Schleifen und Polieren, weshalb auf diese Grundlagen genau eingegangen wird.

### 6.5.1 Mechanische Trenn- und Oberflächenbearbeitung

Da zum Beispiel zu untersuchende Schweißnähte meist in einem Format von 20 x 30 *cm* am Institut eintrafen, musste zuerst eine Grobtrennung vorgenommen werden. Mittels eines Nasstrennschleifers Servocut 301-MA kann unter Zuführung von Kühlwasser mit geeigneten Trennscheiben für weiche und harte Materialien mit einem Materialverlust von 5 *mm*, aufgrund der Trennscheibendicke, eine Grobzerlegung vorgenommen werden. Sinnvolle Parameter waren dabei eine minimale Vorschubgeschwindigkeit von 100 *mm/min* und 1000 *1/min* Rotationsgeschwindigkeit. Zur Entnahme von Nahtquerschnitten und noch kleineren Proben aus diesen wurde ausschließlich eine Präzisionssäge des Typs Bühler ISOMET 1000 mit Diamantsägeblatt mit 0.5 *mm* Stärke verwendet, welche durch geringe Rotationsgeschwindigkeit und ein effektives Kühlmittel des Typs Bühler IsoCut Fluid zu minimalem Wärmeeintrag während des Trennvorgangs führt. Dies ist besonders kritisch, wenn hiernach Auslagerungsexperimente geplant sind, sodass Erwärmung während der Bearbeitung zu einer Verfälschung führt. 300 *1/min* Umdrehungszahl, ein ausreichender Kühlmittelfüllstand, sodass stets ein kleiner Tropfen am Bauteil sichtbar ist, sowie ein Anpressdruck von einigen Gramm, haben sich als sinnvolle Parameter hierbei erwiesen.

Proben für Licht- und Rasterelektronenmikroskopieuntersuchungen (LM und engl. *scanning electron microscopy*, SEM), aber auch für Härte- und CT-Messungen, hatten typischerweise Dimensionen von 15 x 8 x 2 *mm*, während zur Vorbereitung für die Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) feine Scheibchen von 0.5 *mm* Dicke nötig waren. Zur Oberflächenbearbeitung wurde anfänglich stets eine Einbettung in kaltaushärtendes Methylmethacrylat des Typs Technovit 5071 vorgenommen, um daraufhin eine automatische Schleifbearbeitung durchführen zu können. Da dieses Einbettmittel allerdings für SEM-Untersuchungen schlecht geeignet ist, da es sich unter Elektronenbeschuss zersetzt und ausgast, wurde bereits zu Beginn der Experimente dazu übergegangen, die Abschnitte mittels Sekundenkleber auf eigens angefertigte Stahl- und Aluminiumteller mit 1 *cm* Dicke und 4 *cm* Durchmesser zu kleben, welche dann genau in den Halter des Schleifautomaten des Typs Bühler Ecomet 250 passen.

Um eine für die Metallographie ausreichende Oberflächenglätte zu erreichen, wurde eine Abfolge an Schleif- und Poliergängen (aufgeführt in Tabelle 1) durchgeführt. Bei allen Schleifgängen wurden stets die Parameter „gegenläufige Drehrichtung“ von Halter und Platte und 100 bzw. 50 *1/min* Drehfrequenz, runde Schleifpapierblätter trocken gehalten durch ein Noppenhaftsysteem und reichlich

---

Leitungswasser zum Spülen verwendet. Lediglich für den feinsten Schleifgang bei einer Körnung von P4000<sup>19</sup> musste speziell für Proben aus AN EW-1050 Ethanol zum Spülen verwendet werden, da ansonsten eine eigentümliche Kraterstruktur entstand.

Korngröße	Bearbeitungszeit [min]	Spülflüssigkeit
P320	1	Wasser
P600	1	Wasser
P1000	1	Wasser
P4000	1	Ethanol
3 $\mu\text{m}$ Diamantsusp.	3	Ethanol (wenig)
1 $\mu\text{m}$ Diamantsusp.	3	Ethanol (wenig)
20 nm SiO <sub>2</sub> Susp. (OPU)	5	Wasser (distilliert)

Tabelle 1: Parameter zu Schleif- und Polierbearbeitung.

Bei den Polierschritten wurden Poliertücher unterschiedlicher Faserlänge verwendet, das Tuch mit etwas Ethanol angefeuchtet und einige Tropfen aus der geschüttelten Flasche mit Diamantsuspension aufgetragen. Wegen der vielen Grenzflächen im Material bewirkt eine Benutzung von OPS (Poliersuspension der Firma Struers mit 20 nm SiO<sub>2</sub>), das gewöhnlich mit H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> zu leichter Ätzung und einer Kornflächenkontrastierung führt, bei rührreibprozessierten Proben mit metallischen Zusätzen oft ein Herauslösen einzelner Körner. Deshalb wurde statt dessen OPU, ein ähnliches Produkt ohne einen Säurezusatz, verwendet.

### 6.5.2 Präparation für die Transmissionselektronenmikroskopie

TEM-Probenhalter sind auf dünne Scheibchen eines Durchmesser von 3 mm ausgelegt. Wie bereits erwähnt, muss dazu eine maximal 0.5 mm dünne Scheibe vom Material abgetrennt werden, aus welcher im Anschluss mittels einer speziellen Stanze Scheiben ausgestanzt werden können. Dabei kann nun in gewissen Grenzen entschieden werden, welcher Teil auf der Probe später im TEM betrachtet werden soll. Die beiden Probenhalter für das ältere *Jeol ARM2000F* und das neuere *Jeol NeoARM 200* haben beide unterschiedlich tiefe Aussparungen (180 bzw. 100  $\mu\text{m}$ ), sodass nach dem Ausstanzen hier am besten auf eine Zieldicke von 100  $\mu\text{m}$  geschliffen wird, da zur Benutzung des alten Halters ein Platzhalterring eingelegt werden kann. Eine genaue Erreichung der Zieldicke wurde meist durch kurzes Nassschleifen auf P2500-Schleifpapier mittels eines speziell angefertigten, zylindrischen Probenhalters mit zylindrischem Loch und Stopfen in der Mitte bewerkstelligt. Der Stopfen kann dabei mittels Mikrometerschraube höhenverstellt werden. Drückt man den Stopfen ins Loch und lockert

<sup>19</sup>Korngrößensystem nach FEPA (Federation of European Producers of Abrasives). Weitere Informationen unter <https://fepa-abrasives.org>.

die Schraube, sodass die Probe gut Platz findet, kann man, wenn man den Halter aufs Papier stellt, die Schraube anziehen, bis ein leichter Widerstand auftritt. Nun schleift man ca. 10 s und kontrolliert anschließend mittels Messschraube die Dicke. So kommt man in ca. 30  $\mu\text{m}$ -Schritten (je nach verbleibender Rauheit des Papiers) mit jeder Folge aus Schraube anziehen, Schleifen und Messen voran. Scheiben von 100  $\mu\text{m}$  Dicke können als Grundlage für die beiden gängigsten Methoden zur weiteren Dünnung benutzt werden.

Proben für TEM-Untersuchungen dürfen aufgrund des Messprinzips, zumindest an einigen Stellen, nur 10-100 nm dick sein, um hinreichend elektronentransparent zu werden. Die während dieser Arbeit am häufigsten angewendete Methode ist das elektrolytische Dünnen, wobei mit einem *TenuPol-3* des Herstellers Bühler Elektrolyt, gekühlt auf  $-21\text{ }^{\circ}\text{C}$  (meist 80% Methanol, 20% konzentrierte  $\text{HNO}_3$  65%ig), von beiden Seiten auf die Probe, eingespannt in einem Halter, gespritzt wird. Wird dabei eine Spannung angelegt, werden je nach Strömungsprofil des Elektrolytstrahls Metallionen abgetragen und es erfolgt die gewünschte Dünnung. Der Vorgang wird optisch kontrolliert und gestoppt, sobald Licht durch ein entstandenes Loch fällt. Die Dünnung ist hier gewöhnlich nach ca. 10 s abgeschlossen. Stellt man die Strömgeschwindigkeit so ein, dass die beiden Strahlen sich gerade berühren, erhält man in der Mitte der Probe einen homogen dünnen Bereich und außen einen stabilen, ungedünnten Rand. Die Oberfläche glänzt hiernach blank, was als erstes Qualitätsmerkmal nach dem Prozess gesehen werden kann. Die erwähnte Elektrolytzusammensetzung ist Standard für Aluminiumproben, führte jedoch bei Nahtproben mit eingebrachten Eisenzusätzen zu einem Herauslösen dieser. Als wesentlich effektiver erwies sich ein säurefreier Elektrolyt (Zusammensetzung beschrieben in [96]), der auch die Grenzflächen zu Partikeln in einigen Fällen homogen abtrug. Dieser Effekt stellt gerade die Limitierung des elektrolytischen Dünnens dar, weil oft nur homogene Proben effektiv gedünnt werden können und Grenzflächen entweder besonders angegriffen oder ein Material wesentlich schneller als ein anderes abgetragen wird. Sobald im Laufe der Experimente eine teilweise Auflösung kleiner Kupferpartikel durch FSP gelang, war das Material auch homogen genug, um elektrolytisches Dünnen anzuwenden. Große, durch FSP integrierte Kupferpartikel wurden vorher immer herausgelöst. Abhilfe für inhomogene Proben schafft ein zweites, verbreitetes Verfahren: das Dimpeln und Ionenpolieren. Dabei wird ausgehend von der 100  $\mu\text{m}$ -dicken Scheibe erst mechanisch abgetragen, indem die Probe, auf einem rotierenden Halter geklebt, von oben durch ein Schleifrad bearbeitet wird. Es wurde Bornitrid als Schleifmittelsuspension aufgetragen und die abzuschleifende Dicke durch einen höhenverstellbaren, elektrischen Kontakt eingestellt. Nach beidseitiger Bearbeitung sollte eine Dicke von 10  $\mu\text{m}$  mittig auf der Probe übrig bleiben, wonach sie auf einen beidseitig außentragenden Halter zur Ionenpolitur aufgeklebt wird. Das PIPS (*precision ion polishing system*) des Typs Gatan 691 rotiert die Probe im Vakuum, während Argonionen unter flachem Winkel knapp über den Rand der Probe fliegen und die Mitte weiter dünnen. Der außentragende Halter ermöglicht, dass beide verfüg-

baren Ionenkanonen genutzt werden, um beide Seiten zeitgleich polieren zu können. Auch hier wird die Bearbeitung abgebrochen, sobald Licht durch ein kleines Loch in der Probe transmittiert. Hierbei kann die Endpolitur, je nach Material und Dicke nach dem Dimpeln, einige Stunden Zeit in Anspruch nehmen. Das Verfahren wurde im Laufe der Experimente nur anfänglich für Präparationsversuche einer Grenzfläche zwischen Aluminiummatrix und Kupferpartikel verwendet. Aufgrund der geringen Kontrolle über die genaue Position der elektronentransparenten Stelle auf der Probe, die gewöhnlich einen 20-30  $\mu\text{m}$  großen Radius um das Loch umfasst, wurde mit der Verfügbarkeit des FIB-SEMs (engl. *focussed ion beam scanning electron microscope*) auf dieses neue Verfahren gewechselt, weil eine exakte Zielpräparation dadurch möglich ist.

Das FIB-SEM Zeiss Crossbeam 550 beinhaltet neben der Funktion als hochauflösendes Rasterelektronenmikroskop auch eine Ionensäule mit der Ga-Ionen erzeugt, beschleunigt und fokussiert werden können, um  $\mu\text{m}$ -genauen Materialabtrag durch Ionenbeschuss zu ermöglichen. Zugleich kann, über die Zufuhr von platin-enthaltendem organischem Gas, amorphes Platin durch Aufbrechen der Gas-moleküle abgeschieden werden. Die Bearbeitungsmöglichkeiten zusammen mit einem Transfer über einen Mikromanipulator in der Kammer machen die Präparation einer elektronentransparenten Lamelle an einer definierten Position möglich. Eine genaue Erklärung jedes Bearbeitungsschrittes würde den Rahmen dieses Kapitels sprengen, weshalb dazu ein eigenständiges Dokument erstellt wurde. Ein Präparationsrezept für Standardlamellen an metallischen Grenzflächen inklusive Screenshots soll als Anleitung für zukünftige Arbeitsgruppenmitglieder dienen. Notwendig für den Erfolg einer Präparation ist Erfahrung und Sorgfalt. Konkreter sollen hier drei wichtige Punkte aus der Experimentiererfahrung angemerkt werden. Die ausreichende Dimensionierung der anfänglichen Trapezausschnitte ist absolut kritisch, um genug Sicht auch auf den unteren Teil der Lamelle zu erhalten. Hierbei ist man dazu verleitet, Zeit durch kleinere Ausschnitte zu sparen. Zweitens ist eine korrekte Positionierung des Mikromanipulators an der Lamelle und der Lamelle selbst am TEM-Grid (Halter zum Anbringen der Lamelle) wichtig, um stabilisierendes Platin richtig und dick genug aufzubringen. Als dritter Punkt soll noch ein wertvoller Trick von einem Zeiss-Mitarbeiter angemerkt werden, der vorschlug, vor dem Losschneiden der Lamelle einen „Wackeltest“ durch kleine Mikromanipulatorbewegungen durchzuführen, um sicher zu gehen, dass Lamelle und Manipulator fest verbunden sind.

### 6.5.3 Präparation für die Rasterelektronenmikroskopie (EBSD)

Die Elektronenrückstreubeugung (*electron backscattering diffraction*, EBSD) benötigt möglichst deformationsfreie Oberflächen, weshalb hierzu spezielle Polituren angewendet werden müssen. Speziell für sehr weiches Aluminium kann selbst durch die oben genannten Schritte bereits zu viel Deformation eingebracht werden. Eine Vorbearbeitung in Form von Schleifen ist dann bis zu einer Körnung von P1000 - P2500 ausreichend, bevor ein elektrolytisches Polieren angewendet werden sollte. Die-

---

ses Verfahren erfolgt ähnlich zur Dünnpräparation für das TEM, da es auf dem selben Prinzip beruht, allerdings wird nur einseitig und mit höheren Flussraten angeströmt. Die Arbeitstemperaturen und Spannungen sind aber ebenfalls vergleichbar. Ein Vorteil des verwendeten Struers LectroPol-3 ist, dass auch eine Stromdichtekurve über die Spannung aufgenommen werden kann, welche das Polierplateau und damit den optimalen Arbeitspunkt aufzeigt. Meist ist auch hier der Elektrolyt, bestehend aus  $HNO_3$  und Methanol, effektiv. Es können so je nach Maske mehrere  $cm^2$  poliert werden. Eine kleine Parameterstudie zu Spannung, Flussrate und Elektrolyt lohnt sich hier sehr, wenn neuartiges Material poliert werden soll.

Es treten allerdings auch die gleichen Probleme wie bei der TEM-Dünnung auf, da bei nicht homogenen Materialien oft Grenzflächen angegriffen werden und es zu ungleichmäßigem Abtrag kommt. Bei stark inhomogenen Materialien und größeren Probendimensionen wurde auch schon eine Ionenpolitur im FIB-SEM erfolgreich durchgeführt, wobei unter sehr flachem Winkel (ähnlich zum PIPS-Prinzip) und hohen Ionenstromstärken auch über mehrere  $100 \mu m$  effektiv poliert werden kann und exzellente Ergebnisse mittels EBSD erzielt werden können.

An einem Vorführgerät konnte für eine Woche auch das Vibrationspolieren an weichem Aluminium für anschließendes EBSD mit einigem Erfolg getestet werden. Es ermöglicht eine homogene, deformationsfreie Endpolitur, allerdings mit extremem zeitlichen Aufwand von einigen Stunden pro Poliergang.

---

## 7 Simulation des Rührreibprozesses

Dass in der Naturwissenschaft auf Simulationsmethoden zurückgegriffen wird, kann viele Gründe haben. Nützlich sind Simulationsergebnisse z. B. dann, wenn Messungen relevanter Größen nicht ohne weiteres möglich sind. Dies war während dieser Arbeit der Fall, da der für Diffusionsprozesse entscheidende, zeitliche Verlauf der Prozesstemperatur in der Schweißzone an einer Position entlang der Naht nur entweder weit entfernt gemessen und dann extrapoliert oder aufgrund der Maximaltemperatur, gemessen im Pin, abgeschätzt werden kann.

Häufig sollen aber auch Messungen validiert und dadurch ein Verständnis des Experiments durch die Entwicklung eines Modells erlangt werden. Dies war der Antrieb zum Aufbau einer numerischen Simulation der Evolution von Partikelgrößenverteilungen während FSP, da zwar das Resultat nach dem Prozess mittels mikroskopischer Methoden sehr genau beobachtet werden konnte, aber Verständnis zu den Auflösungsprozessen fehlte.

Aufgrund dieser Gegebenheiten wurde eine dreistufige Simulation zur Modellierung des Rührreibprozesses erstellt, welche erst mittels FE-Simulation den zeitabhängigen Temperaturverlauf in der Rührzone nachstellt, anschließend die Phasenbildung durch Interdiffusion berechnet und schließlich eine gelöste Zusatzelementkonzentration durch Fragmentierung und Verteilung der IMC-Phase abschätzt.

### 7.1 FE-Simulation des Temperaturverlaufs

#### 7.1.1 Grundlagen der FE-Simulation

Das bereits mehr als 50 Jahre alte und industriell am häufigsten eingesetzte Simulationsverfahren, die Finite-Elemente-Methode (FEM), beruht auf der Lösung eines Systems partieller Differentialgleichungen durch das Variationsprinzip [97]. Auf diskreten Punkten zwischen den begrenzten (finiten) Elementen einer vernetzten Geometrie wird die physikalische Antwort auf äußere Randbedingungen iterativ angepasst, bis der Gleichgewichtszustand erreicht ist und alle Randbedingungen erfüllt werden. Dabei können unterschiedliche Finite-Element-Typen definiert werden, um die numerisch abzubildende Struktur oder Teile von ihr korrekt zu repräsentieren. Eine geeignet feine Vernetzung und die richtige Auswahl der Elemente ist dabei entscheidend, um numerischer Instabilität, z. B. bei großen Gradienten in einer physikalischen Größe, vorzubeugen. Zur Einführung in die Methode wird meist ein Fachwerk aus Stabelementen einer bestimmten Länge und jeweils einem Knoten am Ende genutzt, welches an einigen Punkten fest eingespannt ist, während auf andere Knoten eine Kraft ausgeübt wird. Diese einfachen Elemente lassen nur eine Kraft entlang der Stabachse zu und so kann

---

nach dem Hooke'schen Gesetz die elastische Deformation der Gesamtstruktur in Folge der Kraftwirkung berechnet werden.

Wird statt der Verschiebung von Knoten die Temperatur als Freiheitsgrad und Wärmeleitungsgleichungen zwischen diesen definiert, so lassen sich auch thermische Simulationen mit der FEM durchführen. Dadurch kann die resultierende Temperaturverteilung im stationären Zustand abhängig von Wärmequellen und anderen Randbedingungen, wie einer festgesetzten Raumtemperatur, berechnet werden. Festkörper in 3D werden meist durch Volumenelemente mit drei- oder viereckiger Grundfläche modelliert. Ob tetraeder- oder quader-ähnliche Elemente verwendet werden sollten, hängt von der jeweiligen Geometrie, aber auch vom Gradienten des erwarteten Temperaturverlaufs, ab. Tetraeder-ähnliche Elemente lassen dabei eine flexiblere und sich räumlich verfeinernde Aufteilung zu, während quader-förmige Elemente öfter für kleine Gradienten und eine gröbere Aufteilung genutzt werden, um damit Berechnungszeit einsparen zu können.

### 7.1.2 Aufbau des verwendeten FE-Modells

Da die Temperatur während des FSP nur wenige Millimeter von der Rührzone entfernt gemessen werden konnte, wurde eine Finite-Elemente-Simulation mittels der Software Comsol [98] durchgeführt, um eine Vorstellung von der Temperatur zu erhalten, bei der die relevante Interdiffusion als Teil der Auflösung von Zusatzpartikeln stattfindet. Das Grundmodell wurde nach den Ergebnissen von Krutzlinger *et al.* [99] entwickelt, dann aber auf den genauen Aufbau für FSP im Gegensatz zu FSW von Aluminium und Kupferplatten angepasst. Abbildung 5 zeigt die vernetzte Geometrie der halben<sup>20</sup> Aluminiumplatte, des Werkzeugs, der Einspannung und der Trägerplatte. Bei der Vernetzung (engl. *meshing*) wurde vor allem darauf geachtet, dass nahe der Wärmequelle eine extrem feine Aufteilung durch Tetraederelemente die Abbildung der erwarteten großen Temperaturgradienten korrekt wiedergibt. Auf die Modellierung der Nut, gefüllt mit Pulver, wurde hier verzichtet, da einerseits die Wärmeleitung durch dicht gepackte Partikel schwer abzuschätzen und andererseits durch den kleinen Querschnitt kein signifikanter Einfluss auf die Wärmeableitung zu erwarten ist.

---

<sup>20</sup>Aufgrund der Symmetrie wurde nur die halbe Geometrie simuliert.

---

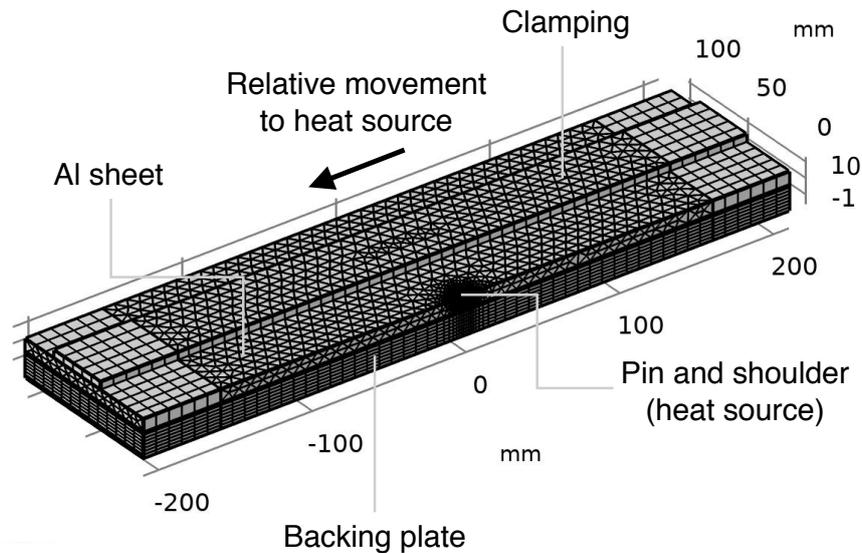


Abbildung 5: Vernetzte Geometrie eines stationären FE-Modells, das eine Wärmequelle an den Stift- und Schulterflächen, eine Trägerplatte und eine Klemmung aus Werkzeugstahl sowie halbunendliche vordere und hintere Enden enthält.

Die verwendeten Materialdaten für die vier Komponenten des Modells sind in Tabelle 2 zusammengefasst. Es zeigte sich, dass vor allem eine exakte Beschreibung der Trägerplatte mit einem realistischen Wärmeleitkoeffizienten einen großen Einfluss auf das Simulationsergebnis hat. Aus diesem Grund wurde auf Basis von Messdaten auf gängigen Datenblättern zum verwendeten C45U-Stahl (1.1730) eine lineare Interpolation für den Abfall der Wärmeleitfähigkeit mit der Temperatur definiert.

Komponente	Material	Wärmeleitfähigkeit [W/(m·K)]	Wärmekapazität [J/(kg·K)]
Einspannung	Werkzeugstahl	45*	470
Trägerplatte	Werkzeugstahl	45*	470
Werkstück	Aluminium AN EW-1050	231	900
Pin	Sinterstahl	42	500

Tabelle 2: Verwendete Materialdaten für die FE-Simulation. \*Eigens definierte Interpolation für Temperaturabhängigkeit; linearer Abfall auf  $38.3 \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$  bei  $690 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Anders als beim Vorgehen in [99] wurde, orientiert an einem Beispielmodell in der Comsol-Bibliothek, ein stationäres Modell über eine relative Bewegung aller Komponenten, außer des Pins, zu diesem definiert. Dieser Trick spart enorm Berechnungszeit und führt dennoch zu einer realistischen Modellierung des realen Versuchsaufbaus und damit einer treffenden Wiedergabe der Messdaten. Dazu sind die Außenbereiche in Abbildung 5 als halbunendlich definiert, um Einflüsse auf den interessanten

Bereich in der Mitte zu vermeiden. Durch die Relativbewegung lässt sich dann der Abstand zum Pin in die Prozesszeit umrechnen.

An den Außen- und Innenflächen der Geometrie müssen jeweils sinnvolle Randbedingungen definiert werden. Für die Ober-, Unter- und Seitenfläche können konstante Wärmetransferkoeffizienten angenommen werden, da dort ein zeitlich konstanter Wärmeaustausch mit der Umgebungsluft auf Raumtemperatur<sup>21</sup> stattfindet. Es wurden dazu Wärmetransferkoeffizienten für die Unter- und Oberseite von 6.25 bzw. 12.25  $W/(m^2 \cdot K)$  festgelegt, während die dem Pin abgewandten Seitenfläche analog als Oberseite definiert wurde. Die Seitenfläche am Pin, welche gleichzeitig die Symmetrieebene darstellt, wurde deshalb als thermisch isolierend definiert. An den Außenflächen der halbunendlichen Komponenten wurde schlicht die festgelegte Raumtemperatur als fester Variablenwert gesetzt. Der Wärmeeintrag durch FSP kommt an den Stellen der Pinmantelfläche, der Pinunterseite und der Schulterfläche zustande.

Das Erreichen eines stationären Zustands, bei dem eine maximale Prozesstemperatur in der Rührzone erreicht wird, hängt von der Fließspannung des bearbeiteten Materials ab. Da es nicht zu einem Aufschmelzen kommt, kann stets eine temperaturabhängige Fließspannung definiert werden, von deren Höhe wiederum der Wärmeeintrag abhängt. Zur Abschätzung dieses Verlaufs auch für höhere Temperaturen, wo experimentelle Referenzwerte schwer zu generieren sind, wurde das Johnson-Cook-Modell [100] verwendet. Es nutzt folgenden, phänomenologischen Zusammenhang zwischen Schmelztemperatur, Fließspannung und Prozesstemperatur:

$$\tau = \tau_R \cdot \left[ 1 - \left( \frac{T - T_R}{T_m - T_R} \right)^m \right] \cdot \text{sgn}(T_m - T) \quad (3)$$

- $\tau_R$ : Fließspannung bei Raumtemperatur
- $T_R$ : Raumtemperatur
- $T_m$ : Schmelztemperatur
- $m$ : Johnson-Cook-Exponent

Zur Erreichung numerischer Stabilität ist anzuraten, in den Zähler des Bruchs von Gleichung 3 einen kleinen Temperaturwert (z. B. 0.01  $K$ ) zu addieren, da die Potenz von 0 sonst zu Fehlern und einem Simulationsabbruch führen kann. Für  $\tau_R$  wurde ein Literaturwert von 172  $MPa$  verwendet [101]. Der verwendete Wert von 0.85 für  $m$  führt zu einer nahezu linearen Abnahme der Fließspannung bis 0 für die Schmelztemperatur, während die Signum-Funktion negative Spannungen für höhere Temperaturen verhindert.

---

<sup>21</sup>Für RT wurde hierbei stets 293.15  $^{\circ}C$  angenommen.

Nach dem TMP-Modell von Schmidt und Hattel [30] kann schlicht das Coulomb'sche Reibungsgesetz verwendet werden, um aus der Fließspannung die effektive Wärmeleistung pro Fläche zu errechnen:

$$q_{FSP} = \tau \cdot \omega \cdot r \quad (4)$$

$\omega$ : Winkelgeschwindigkeit abhängig von der Drehzahl

$r$ : Abstand zum Pinzentrum

Über die verwendeten Parameter kann bei Comsol dann bequem systematisch variiert werden, sodass automatisiert z. B. die Drehzahl verändert und neu berechnet wird.

## 7.2 Numerische Integration der IMC-Schichtbreite

Basierend auf den gewonnen Temperaturprofilen wurde die IMC-Phasenbildung durch Interdiffusion mittels numerischer Integration berechnet. In einer Veröffentlichung [4] wurde das Verfahren zur Integration bereits beschrieben, mit dem aus dem angenommenen Temperaturverlauf der inkrementelle Phasenbreitenzuwachs pro Zeitschritt berechnet werden kann. Weil das Phasenwachstum durch Diffusion geschwindigkeitsbestimmt wird, ist die Annahme, die Phasenbreite mit der Diffusionslänge gleichzusetzen, gerechtfertigt. Zu Grunde liegt dabei das Temperaturprofil aus der FE-Simulation, das zur Berechnung des Diffusionskoeffizienten  $D$  gebraucht wird. Die Diffusion als temperaturaktivierter Vorgang wird durch eine Arrhenius-Abhängigkeit für  $D$  dargestellt. Folgender Ausdruck für die Berechnung der Diffusionslänge  $x$  für einen doppelt unendlichen Halbraum als Lösung der Fick'schen Diffusionsgleichung kann somit angewendet werden:

$$x(T,t) = \sqrt{2D(T,t)t} \quad (5)$$

$D$ : Diffusionskoeffizient

Konkret wird der Zuwachs in jedem Zeitschritt durch ein semi-implizites, numerisches Verfahren errechnet, welches auf dem impliziten Euler-Verfahren beruht und auch für kleine, anfängliche Phasenbreiten stabil ist. Ein Vergleich zu anderen Lösungsmethoden für Anfangswertprobleme, wie zum Beispiel zu einer „forward difference“-Methode, ergab bei einer üblichen Zeitschrittlänge im Zehntelsekundenbereich keine Unterschiede, insbesondere da die Temperaturkurven wegen des Ursprungs aus der FE-Simulation immer stetig und rauschfrei sind.

$$\Delta x = x_{n+1} - x_n = \sqrt{2D(T_n, t_n) \cdot (t_n + \Delta t)} - x_n = \quad (6)$$

$$= \sqrt{2D \cdot \left( \frac{x_0^2}{2D(T_n, t_n)} + \Delta t \right)} - x_n = \sqrt{x_0^2 + 2D(T_n, t_n)\Delta t} - x_n \quad (7)$$

- $\Delta x$ : Phasenbreitezuwachs
- $x_{n+1}$ : Phasenbreite nach Zeitschritt
- $x_n$ : Phasenbreite vor Zeitschritt
- $\Delta t$ : Zeitschrittlänge

### 7.2.1 Abschätzung der gelösten Zusatzelementkonzentration

Es wird ausgehend von den experimentellen Ergebnissen vorausgesetzt, dass der Hauptauflösungsmechanismus in der Fragmentierung der IMC-Schicht um die Zusatzelementpartikel besteht. Um dies quantitativ zu modellieren, wurde jedem Partikel der Ausgangsgrößenverteilung eine Schale der zuvor berechneten IMC-Phasenbreite hinzugefügt, welche anschließend um einen nachfolgend beschriebenen Wert reduziert wurde. Der so fragmentierte Anteil verteilt auf die Prozesszone ergibt den Anteil in Lösung.

Die Phasenbreite  $\Delta x$ , um die die Gesamtbreite am Ende des Temperaturprofils reduziert wird, wurde basierend auf einer linearen Fitfunktion, die den Unterschied zwischen der berechneten und gemessenen Phasenbreite als Funktion der Prozessparameter beschreibt, bestimmt. Als Maß für die pro Volumen eingebrachte Energie des Prozesses und damit die Wahrscheinlichkeit einer Fragmentierung wurde ein modifizierter *Pseudo Heat Index* definiert (vgl. Gleichung 8).

Anfänglich wurde zudem ein Verfahren zur Simulation eines Phasenabbruchs auf Basis einer Abschätzung der Bruchwahrscheinlichkeit über eine Weibull-Statistik entwickelt. Dabei wurde während inkrementeller Zeitschritte des Temperaturprofils jeweils eine Neuberechnung der gesamten Größenverteilung durchgeführt. Dies schien gerechtfertigt, da nach einem Bruch ein fortgesetztes Phasenwachstum wieder mit gesteigerter Geschwindigkeit stattfinden kann, weshalb so eine genauere Prozessmodellierung möglich sein sollte. Da die berechneten Ergebnisse weit von den gemessenen abwichen, wurde das vorher beschriebene, simplere Modell vorgezogen.

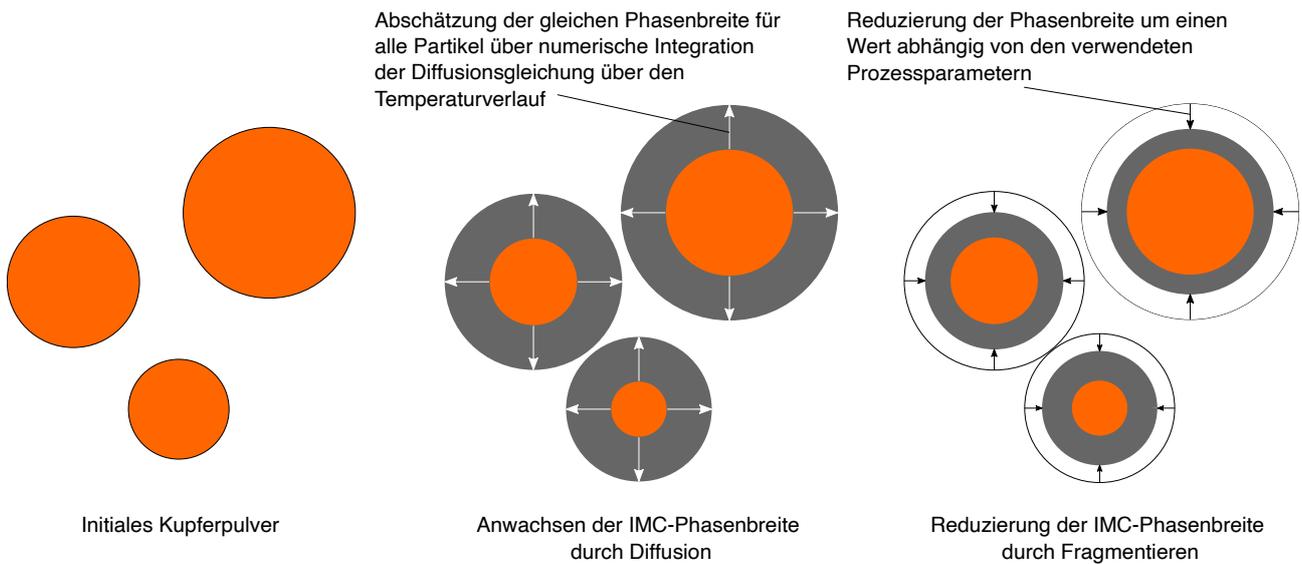


Abbildung 6: Skizze des Auflösungsmodells zur Vorhersage des gelösten Kupferanteils, abhängig vom Temperaturverlauf während des FSP.

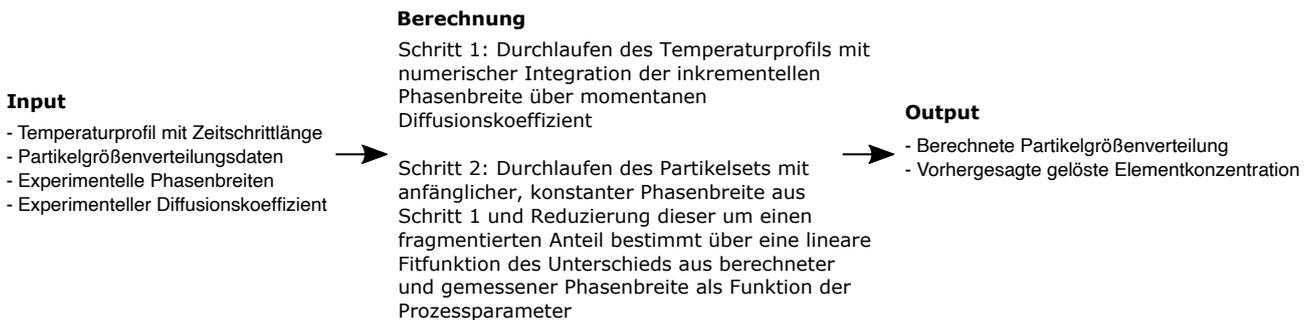


Abbildung 7: Flussdiagramm des Auflösungsmodells, das Eingabedateien und -werte, das grundlegende Berechnungsprinzip sowie Ausgabedateien und -werte beschreibt. Die Berechnung der Phasenbreite  $x$  basiert auf einer Integration des Diffusionskoeffizienten in Abhängigkeit von den Parametern  $Q$  und  $D_0$ . Im zweiten Schritt wird ein Bruchanteil über eine Fitfunktion bestimmt, um den die Phasenbreite reduziert wird.

In Abbildung 6 sind die zwei finalen Modellschritte nochmals veranschaulicht, während Abbildung 7 die Ein- und Ausgabeparameter darstellt.

Zur Berechnung der aufgelösten Kupferkonzentration wurde stets von einer Flächenkonzentration des Zusatzelements ausgegangen. Als Startwert gilt die Gesamtfläche von Partikeln, ausgewertet durch einen Anschliff von in Harz eingebettetem Pulver- bzw. Flockenstaub.

Nach der Berechnung wird die Schnittfläche der resultierenden Partikel aufsummiert, wobei die gebildete IMC-Schicht mit dem Faktor 0.55 für ihren durchschnittlichen Kupfervolumenanteil gewichtet wird. Man subtrahiert das Ergebnis hiernach vom Startwert der Gesamtfläche, teilt durch die typische Fläche der Rührzone und konvertiert das Resultat über das molare Volumen der Elemente zu einer

atomaren Konzentration. Dies ist nach dem Delesse-Prinzip zur Gleichheit von Flächen- und Volumenanteilen zulässig [102, 103]. Selbiges wird auch für experimentelle Partikelgrößenverteilungen durchgeführt und kann dann verglichen werden.

---

## 8 Versuche

Hauptsächlich wurde sich in dieser Arbeit auf die Untersuchung von Nähten aus Rührreibprozessen konzentriert. Dennoch fiel in ergänzenden Untersuchungen auf, dass bei anderen Verfahren zum Fügen oder mechanischen Legieren die Bildung intermetallischer Phasen ähnlich abläuft. Deshalb werden auch relevante Versuche zum ARB und zum Magnetimpulsschweißen kurz beschrieben, um die nachfolgenden Ergebnisse besser einordnen zu können.

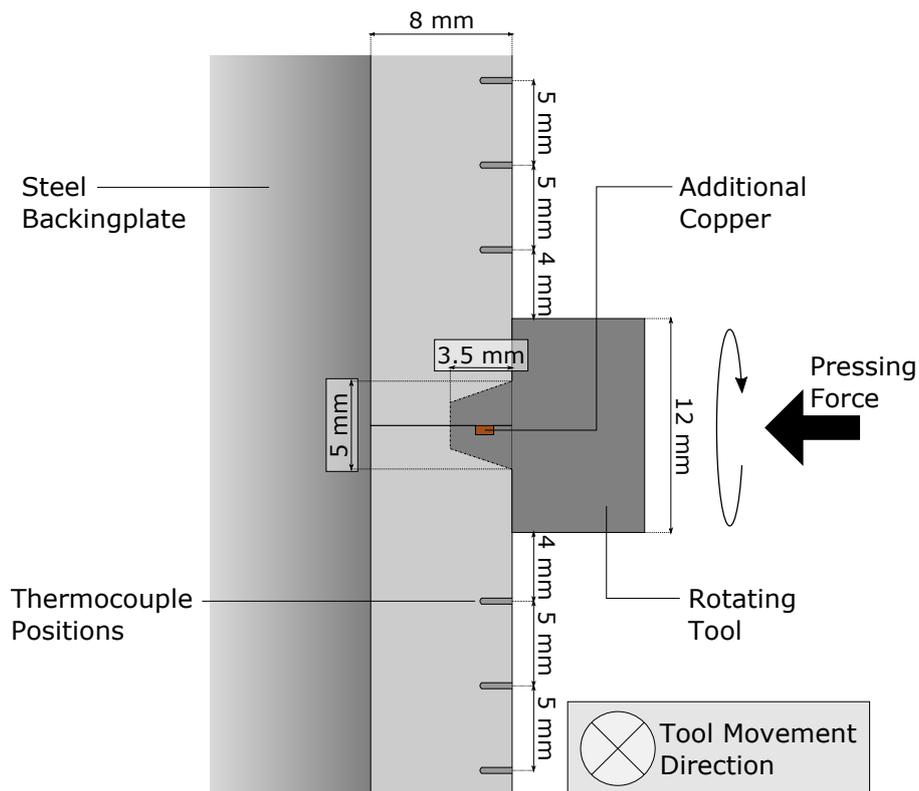


Abbildung 8: Schematische Darstellung der Probenherstellung durch eine Kombination aus Rührreibprozessieren und Rührreibschweißen zur Verbindung zweier Al-Bleche mit dazwischenliegendem Kupferpulver. Eine Nut im unteren Blech ist mit handelsüblich reinem Kupfer gefüllt und die Temperatur während des Prozesses wird mit Thermoelementen gemessen. Ein rotierender Stahlstift mit einer Schulter verteilt das zusätzliche Kupfer innerhalb der Al-Matrix.

### 8.1 Versuche zum Rührreibprozess mit Temperaturmessung

Der Versuchsaufbau bestand stets aus zwei Aluminiumblechen, die vertikal in Stumpfstoßkonfiguration ausgerichtet waren. Diese Geometrie wurde für alle Versuche verwendet und folgt aus der Konstruktion der umgerüsteten CNC-Fräsmaschine Heller MCH250 am Institut für Werkzeugmaschinen und Betriebswissenschaften (*iwb*) der Technischen Universität München, auf der die For-

schungspartner den Rührreibprozess durchführten. Eine massive Stahlplatte hinter den Werkstücken wird zur Kompensation der enormen Prozesskräfte im  $kN$ -Bereich benötigt. Das Spannen erfolgt über Schraubzwingen und Stahlstreifen quer über die beiden Platten. Abbildung 8 zeigt den Aufbau schematisch und Abbildung 9 zeigt Fotos des Aufbaus, eines Pins und fertiger Nähte.

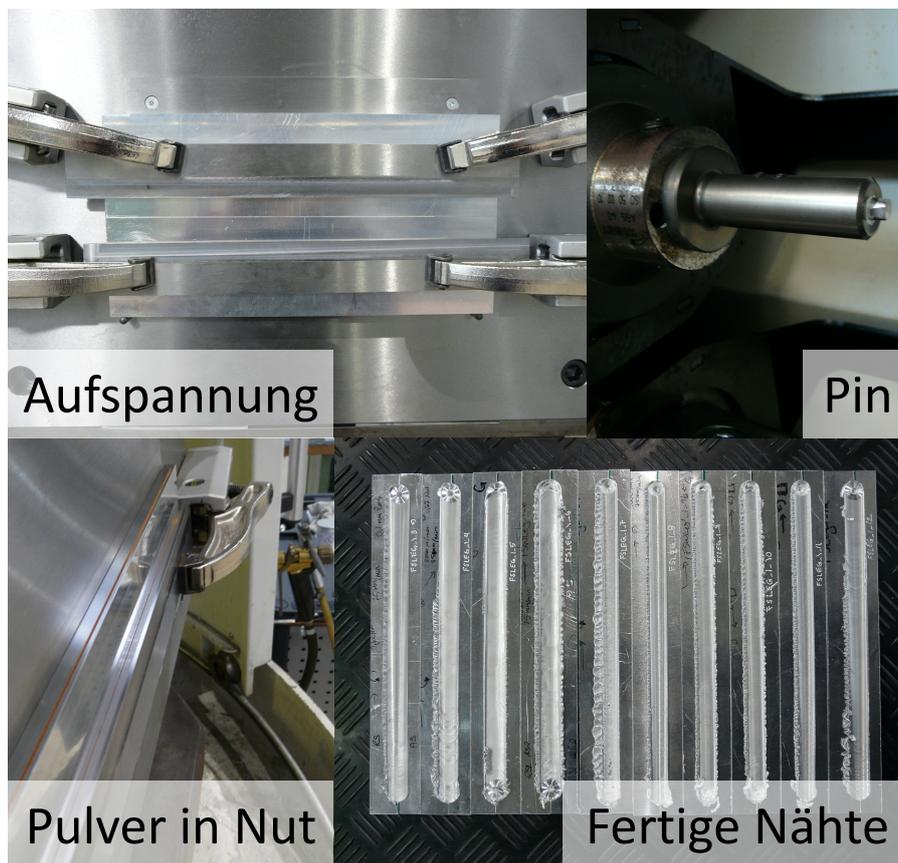


Abbildung 9: Fotos der Aufspannung beim Rührreibprozess, eines verwendeten Pins, der Nut mit Kupferpulver und fertig prozessierter Nähte.

Zu Anfang der Untersuchungen stand vor allem die Abgrenzung eines geeigneten Fensters für die Prozessparameter zur homogenen Verteilung von Zusatzstoffen im Fokus. Alle relevanten Parameter für jedes Experiment sind in Tabelle 8 im Anhang aufgeführt. Variationen bei der Pingeometrie und bei den Größen Vorschub und Drehzahl haben signifikanten Einfluss auf die Nahtqualität und das Integrationsvermögen. So wurde mit typischen Pineigenschaften wie Abflachungen und Gewinde, der Schulterbreite (12 - 16 mm), der Anzahl an Überfahrten (1 - 4), dem Vorschub ( $v = 75 - 750 \text{ mm/min}$ ) und der Drehzahl ( $n = 1000 - 2000 \text{ RPM}$ ) experimentiert. Mit einer Pinlänge von 3.5 mm wurden die 8 mm dicken Bleche nur zu etwa einer Hälfte miteinander verbunden, um ein Anhaften an der hinteren Stahlplatte zu verhindern. Dabei wurde recht grobes Kupferpulver, angegeben mit  $< 50 \mu\text{m}$ ,

eingebraucht und dessen Verteilung studiert. Als Matrixmaterial wurde anfangs ausschließlich EN AW-1050 verwendet, da es leicht zu verarbeiten, kostengünstig und für Versuche zum grundsätzlichen Prozessverständnis weit verbreitet ist. Nach wenigen Stichversuchen zur Drehrichtung im Uhrzeigersinn wurde die Richtung anschließend gegen den Uhrzeigersinn festgelegt und auch bei weiteren entgegengesetzten Überfahrten unverändert gelassen. Dies führte somit stets zu einem Seitenwechsel von *advancing* und *retreating side*. Die Nut war dabei stets 1 mm breit und wurde in ihrer Tiefe um 0.5 mm leicht variiert.

Anschließend kam eine Serie zum Vergleich unterschiedlicher Zusatzstoffgeometrien und erstmals auch eine Variation des Zusatzelements durch die Verwendung von Eisen ins Spiel. Es stand Eisen in Pulver-, Folien- und Drahtform und Kupfer in Pulver- und Folienform zur Verfügung, wobei die Nut im unteren Aluminiumblech stets entsprechend angepasst wurde. Die Parameter Pin mit Abflachungen mit einer Schulterbreite von 12 mm,  $v = 75 \text{ mm/min}$  und  $n = 1500 \text{ mm/min}$  wurden hierbei konstant gelassen, um den Parameter der Geometrie isoliert betrachten zu können.

Hiernach schlossen zwei weitere Serien zur Eingrenzung des Parameterfensters an, wobei die Nut auf 1 x 0.1 mm verkleinert und damit Kupferpulver lediglich zur Nachverfolgung des Materialflusses eingesetzt wurde. Zum Ende der Serie kam feineres Pulver (Durchmesser ca. um einen Faktor 10 kleiner) zum Einsatz. Der Fokus lag bei diesen Serien allerdings auf einer feineren Variation von  $v = 25 - 100 \text{ mm/min}$  und  $n = 1000 - 1500 \text{ RPM}$  sowie der Pineigenschaften. Eine zusätzliche Variation der Anpresskraft (Z-Kraft) hatte keinen messbaren Einfluss. Es wurde hiernach die Konfiguration  $v = 50 \text{ mm/min}$ , Pin mit Abflachungen sowie Gewinde und eine Schulterbreite von 12 mm festgesetzt. Diese Konfiguration wurde anschließend nur noch selten variiert. Im Rahmen dieser Serien wurde erstmals auch eine Referenznaht ohne Zusatzstoff gefertigt. Stichversuche mit Eisenpulver und Ni-beschichteten Kohlenstofffasern waren ebenfalls Teil der Serien und wurden mit denselben Parametersätzen durchgeführt.

Nach diesen weitreichenden Parameterstudien folgte die Hauptserie zur Integration von Kupfer in Aluminium, nachfolgend immer mit 6\_1 - 6\_11 und 7\_1 bezeichnet. Mit dem Ziel eine möglichst homogene und weitgehende Auflösung zu erreichen, wurde hier feines Kupferpulver des Typs CW008A mit Durchmesser 3.25-4.75  $\mu\text{m}$ , Kupferflocken ähnlicher Größe mit einer durchschnittlichen Dicke von 1-2  $\mu\text{m}$  in einer wesentlich vergrößerten Nut von 0.5 mm Tiefe<sup>22</sup> verwendet.

In Abbildung 10 sind die Ausgangsstoffe der Kupferzusätze durch REM-Aufnahmen dargestellt. Es fällt auf, dass die Pulvergeometrie eine wesentlich höhere Oberfläche- sowie Schüttdichte aufweist und teilweise bereits einzelne Poren in den Partikeln vorhanden sind.

---

<sup>22</sup>Innerhalb typischer Prozesszonengrößen sollte die Dimensionierung bei kompletter Auflösung zu einer Konzentration von 2 at% führen.

---

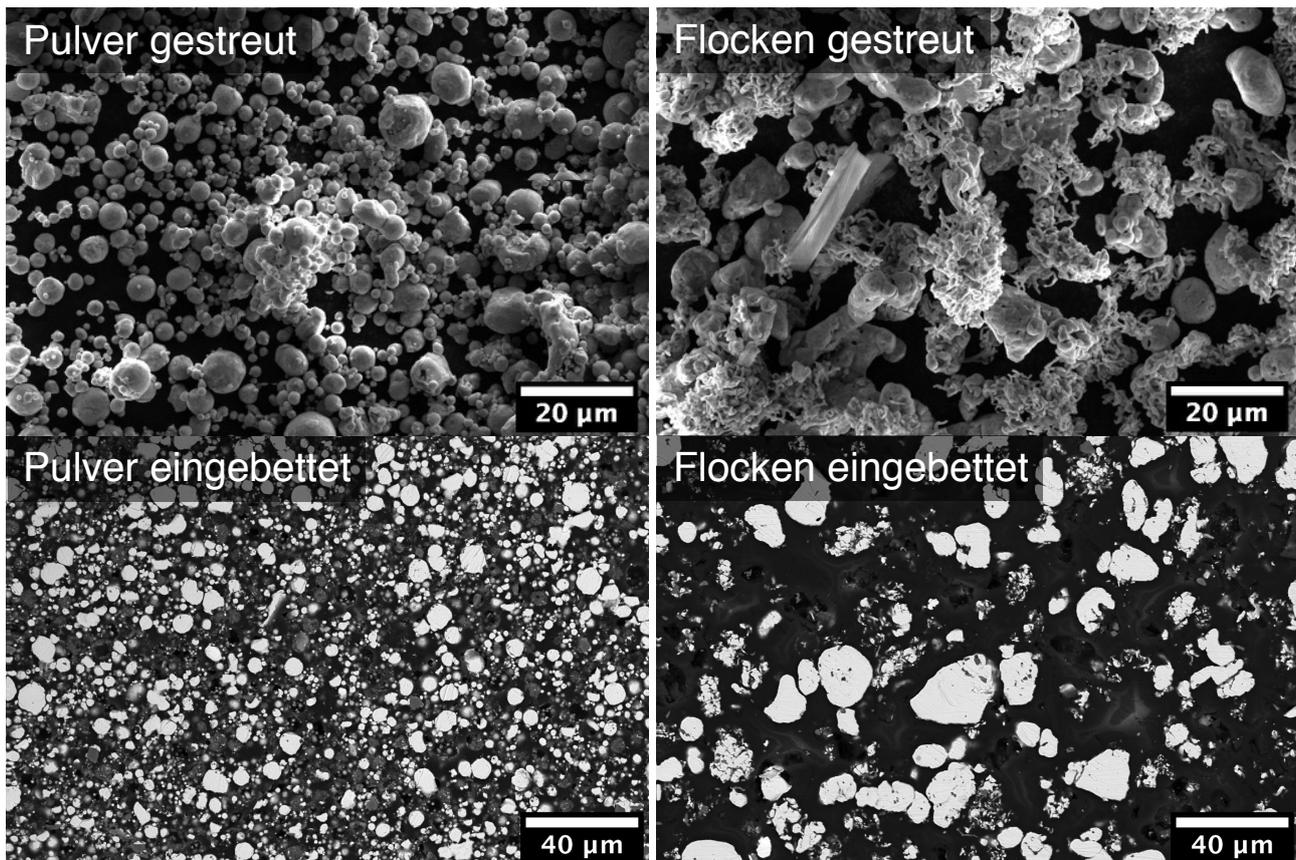


Abbildung 10: SE-REM-Aufnahmen der Kupferzusätze vor dem FSP (links Pulver, rechts Flocken) ausgestreut auf einem leitfähigen Kohlenstoffpad (oben). BSE-REM-Aufnahmen der Kupferzusätze in Harz eingebettet und angeschliffen (unten).

Zudem wurde erstmals auch die Temperatur neben der Naht mit Thermoelementen in kleinen Bohr-  
löchern gemessen. Zum Vergleich erfolgten auch Referenzexperimente mit den gleichen Parameter-  
sätzen aber mit (vergleichsweise wesentlich größerem) Eisenpulver.

Da diese Experimente nachfolgend den zentralen Untersuchungsgegenstand darstellen, soll hierbei  
die Geometrie nochmals detaillierter beschrieben werden. Der Pin führte entweder 2 oder 4 Über-  
fahrten durch das Material durch, wobei die Drehrichtung stets konstant gehalten wurde. Die Werk-  
zeugabmessungen betragen  $5.0\text{ mm}$  für die Basis und  $3.6\text{ mm}$  für den Spitzendurchmesser des leicht  
konischen Pins und  $3.5\text{ mm}$  für die Pinlänge. Die Eintauchtiefe der Schulter betrug  $0.1\text{ mm}$  und ein  
Werkzeugneigungswinkel von  $2^\circ$  wurde verwendet. Der Pin war zudem mit drei gleichmäßig verteil-  
ten Abflachungen versehen. Die CNC-Fräsmaschine wurde für alle Experimente im positionsgesteu-  
erten Modus verwendet.



## 8.2 Versuche zum Accumulative Roll Bonding

Als Referenzverfahren zum Rührreibprozess wurde, wegen der Verfügbarkeit im Labor, ARB für die Systeme Al-Cu und Al-C eingesetzt. Als Vergleichsverfahren zum FSP wurde der Prozess an einer elektrisch betriebenen, automatischen Walze durchgeführt. Um Korrosion an den Stahlwalzen zu vermeiden, werden sowohl die Tische, als auch die Walzen nach jeder Benutzung eingefettet. Beim Entfetten vor der Benutzung muss extrem gründlich gearbeitet werden und in mehreren Durchgängen Fett mit Putzpapier aufgesogen werden, bevor mit Aceton die letzten Reste entfernt werden. Fettreste auf der Walze führen dazu, dass die zu walzenden Streifen nicht eingezogen werden. Speziell bei starker Dickenreduktion von  $> 50\%$  ziehen nur komplett saubere Walzen das Material ein.

Diese starke Reduktion ist für das Prinzip des ARB essentiell, da nur eine ausreichende Streckung der Oberfläche zu genug oxidfreien Bereichen führt, an denen eine metallische Bindung zustande kommt. Zwei ca.  $1 \times 50 \times 200 \text{ mm}$  große Streifen aus AN EW-1050 wurden dabei mit einer Kupferfolie der Reinheit  $99.99\%$  in der Mitte verbunden [104]. Sehr hilfreich ist ein punktuell Widerstandsschweißen nahe der Ecken des Stapels, um eine relative Verschiebung während des Walzvorgangs zu verhindern. Auch sollte das Aluminium vor dem Vorgang auf der innenliegenden Seite gebürstet werden, da so die Oxidschicht reduziert werden kann, wenn der Walzprozess zeitlich unmittelbar folgt. Hat die Verbindung stattgefunden, so führt man einen Weichglühvorgang von  $30 - 60 \text{ min}$  bei  $350^\circ\text{C}$  im Muffelofen durch, um Versprödung bei weiterem Walzen vorzubeugen. Anschließend kann die Verbundplatte in der Mitte geschnitten und erneut punktgeschweißt werden.

Alternativ kann auch an einer Kante versucht werden, eine  $180^\circ$ -Biegung durchzuführen. Dies kann aber je nach Qualität der Anhaftung der Lagen untereinander bereits zu partieller Delamination führen. Durch diesen Effekt und auch durch Versprödung am Rand, welchen man dann normalerweise abtrennt, schrumpft die Größe des Verbundstücks im Allgemeinen von Walzgang zu Walzgang. Nach jedem Durchgang wurde die Härte vor und nach dem zwischenzeitlichen Weichglühprozess gemessen. So wurden bislang maximal 6-8 Durchgänge erreicht, welche die einzelnen Kupferschichten allerdings bereits auf wenige  $\mu\text{m}$  verjüngen.

Die Integration von Kohlenstoffkurzfasern in Aluminium AN EW-1050 war auch durch ARB möglich [105] und wurde analog zum Al-Cu-System umgesetzt. Anstatt der Kupferfolie wurden nickelbeschichtete Faserbündel verwendet und auf einer Aluminiumplatte in zufälliger Ausrichtung verteilt. Die Einzelfasern hatten dabei die Länge von ca.  $2 \text{ cm}$  und einen Durchmesser von ca.  $5 \mu\text{m}$ . Diese Ergebnisse wurden in Zusammenarbeit mit Manuel Schleicher und Jamshed Okhunov im Rahmen ihrer Bachelorarbeiten gewonnen.

---

### 8.3 Versuche zum Magnetimpulsschweißen

Die Ergebnisse einer Analyse von magnetimpulsgeschweißten Nähten [106] dienen im Rahmen dieser Arbeit als Referenzverfahren zur Phasenbildung unter extremer Verformung. Als Ausgangsmaterialien wurden hier auch 2 mm dicke Bleche aus Aluminium AN EW-1050, aber etwas reineres Kupfer Cu CW024A (Cu-DHP) verwendet. Die beste Nahtqualität ergab sich bei den relevanten Parametern im Bereich von 20 – 30 kJ, für die zur Beschleunigung des Flyers verwendete, magnetische Energie und 1 – 2.5 mm für den initialen Abstand zwischen den Blechen. Durch FE-Simulation abgeschätzt, führten diese Parameter zu Geschwindigkeiten von 300 – 600 m/s und Auftreffwinkeln von 7 – 30°. Diese Ergebnisse wurden in Zusammenarbeit mit David Stein im Rahmen seiner Bachelorarbeit gewonnen.

### 8.4 Versuche zur Wärmebehandlung

Mehrere Wärmebehandlungen wurden mit unterschiedlichen Methoden durchgeführt, um das Phasenwachstum und Entmischungsvorgänge zu untersuchen. Als präziseste Methode zur genauen Kontrolle der Temperatur, ohne die Notwendigkeit von schneller Abschreckung, bietet sich eine Behandlung in einem Salzbad im Muffelofen an. Die Temperatur sollte hierbei stets im Bad selbst gemessen und entsprechend nachgeregelt werden. Vornehmlich wurde das Salz AVS220 der Firma Durferriit benutzt, welches in einem Temperaturbereich von 220 - 550 °C ohne Zersetzung eingesetzt werden kann. Wenige Grad Schwankung wurden dabei festgestellt, da die Temperatur immer gut durch die Menge an Salz im Edelstahlbecher gepuffert wird. Zur Untersuchung des Phasenwachstums in ARB- und FSP-Proben, aber auch zum Lösungsglühen im Anschluss an eine Druckverformung von Aluminium AN EW-2195 mit Zr-Zusätzen wurden Zeiten von wenigen Minuten bis zu einer Stunde sowie Temperaturen von 450 - 500 °C verwendet und nach jeder vergangenen Minute kontrolliert. Die Proben wurden in ihrer Dicke stets möglichst reduziert, um ein rapides Aufheizen zu gewährleisten und wurden am Ende der Temperung in Wasser abgeschreckt. Lösungsglühprozesse als Vorbereitung auf eine weitere Alterung wurden teilweise in einem vertikal stehenden Röhrenofen durchgeführt, der speziell für optimale Abschreckbedingungen konstruiert wurde. Die Temperatur, welche durch Thermolemente in der eingeleiteten Stickstoff- oder Argonatmosphäre nicht in unmittelbarer Probennähe gemessen wird, unterliegt dabei Schwankungen von teilweise bis zu 5 °C, allerdings kann die Probe durch ein Durchtrennen des die Probe haltenden Drahts in ein Wasserbad unter dem Ofen fallen gelassen werden. So werden die Abschreckzeiten auf einen Bruchteil im Vergleich zur manuellen Abschreckung aus dem Salzbad reduziert.

Zur Untersuchung der Entmischung von durch FSP gelöstem Kupfer und von schmelzmetallurgisch erstellten Referenzproben waren wesentlich geringere Temperaturen nötig, bei denen die meisten kommerziell erhältlichen Salze noch fest sind. Zudem kann im Bereich von 150 - 200 °C die einfacher

zu handhabende Variante der Wärmebehandlung mittels eines Ölbad angewendet werden, welches auf einer durch einen Thermofühler kontrollierten Heizplatte mit Magnetrührer steht. Gewöhnlich beträgt die Abweichung der Temperatur bei dieser Methode nur maximal 1-2 °C.

## 8.5 Versuchsplan

In Tabelle 3 sind nochmals alle metallbearbeitenden Verfahren, Materialien und Nachbehandlungen zur besseren Übersicht aufgeführt.

Verfahren	Materialien	Nachbehandlung
FSP	Aluminium AA1050 + Kupfer CW008A	Temperung im Salzbad
FSP	Aluminium AA1050 + Eisen (techn. rein)	-
FSP	Aluminium AA1050 + Kohlenstoffkurzfasern	-
FSP	Aluminium AA2195 + Zirkonium (techn. rein)	Warmpressen und Temperung im Salzbad
ARB	Aluminium AA1050 + Kupfer (techn. rein)	Temperung im Salzbad
MPW	Aluminium AA1050 + Kupfer CW008A	-

Tabelle 3: Versuchsplan aller Experimente, Materialien und Nachbehandlungen.

## 9 Ergebnisse

### 9.1 Al-Cu

Aufgrund der technischen Relevanz von Aluminium-Kupfer-Legierungen für die Luft- und Raumfahrttechnik und der damit einhergehenden, vorhandenen Basis an Verständnis zum System waren diese der primäre Fokus dieser Arbeit. Gerade die Auflösungs- und Entmischungsphänomene sind extrem gut erforscht, jedoch gibt es auch zur Interdiffusion und Phasenbildung einschlägige Literatur. Der Grundidee folgend, eine Legierungsbildung vornehmlich durch starke mechanische Deformation herbeizuführen und so die Eigenschaften weiter zu verbessern, sollen Ergebnisse, gewonnen mittels verschiedenster Verfahren, aufgeführt werden.

Bevor hierdurch aber eine gezielte Optimierung der mechanischen Eigenschaften vorgenommen werden kann, müssen die Prozesse der Phasenbildung in stark gestörtem Gefüge und die daraus folgenden Auflösungsprozesse verstanden werden. Da es sich bei Al-Cu um eine Weich-weich-Wechselwirkung bei der gemeinsamen Deformation handelt, wurden gezielt härtere und weniger gut lösliche, andere Systeme mit Al-Fe und Al-Zr zum Vergleich heran gezogen.

#### 9.1.1 Experimentelle Ergebnisse zur Integration von Kupferzusätzen in Aluminium

##### 9.1.1.1 Ergebnisse zum FSP

Im Rahmen der Parameterstudie am Anfang der Untersuchungen konnten viele Erkenntnisse zu den Auswirkungen einzelner Prozessparameter auf das Integrationsergebnis gewonnen werden [107]. Von zentraler Bedeutung ist die Pingeometrie, welche einen großen Einfluss auf die Homogenität der Verteilung der Pulverpartikel  $< 50 \mu m$  hat.

Eine Röntgen-CT-Aufnahme (Abbildung 12, Ansicht von oben auf die Schweißnaht) zeigt, dass nur bei einem Pin mit Abflachungen und Gewinde eine homogene Verteilung entlang der Schweißrichtung (im Bild von unten nach oben) erreicht werden kann. Anfänglich wurde vermutet, dass ein Pin mit Abflachungen zu einer effektiveren Zerteilung der Partikel führen muss, da die Rührzone ohne Gewinde oft kleiner ist und dadurch größere räumliche Gradienten in den wirkenden Scherkräften auftreten. Durch eine Analyse der Partikelgrößen konnte dies aber nicht bestätigt werden. Für beide Proben lag der durchschnittliche Partikeldurchmesser<sup>23</sup> ca. bei  $23 \mu m$ .

Aufgrund dieses grundlegenden Ergebnisses zur Verteilungshomogenität wurde in nachfolgenden Experimenten stets mit Pins mit Abflachungen und einem Gewinde gearbeitet. Wie in den Lichtmikroskopiebildern in Abbildung 12 sichtbar, wird das Kupferpulver zwar sehr effektiv mit perfektem Stoffschluss integriert, allerdings ist mit diesen Parametern keine signifikante Zerkleinerung oder gar

---

<sup>23</sup>Ausgewertet über ein Schwellwertverfahren in ImageJ unter Mittelung der größeren und kleineren Achse einer gefiteten Ellipse.

Auflösung der Zusätze sichtbar.

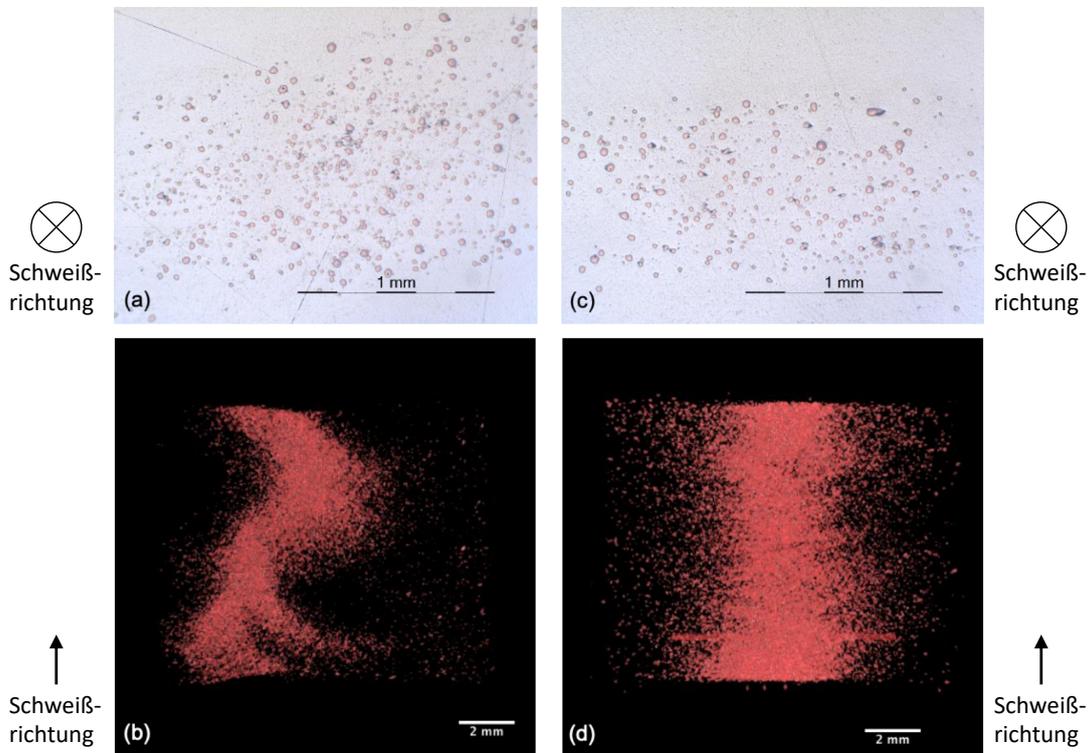


Abbildung 12: Vergleich des Integrationsergebnisses von Kupferpulver  $< 50 \mu\text{m}$  in Aluminium durch FSP bei  $v = 75 \text{ mm/min}$  und  $n = 1000 \text{ RPM}$  zwischen einem Pin mit nur Abflachungen LM (a) / CT (b) und einem Pin mit Abflachungen und einem Gewinde LM (c) / CT (d) [3]

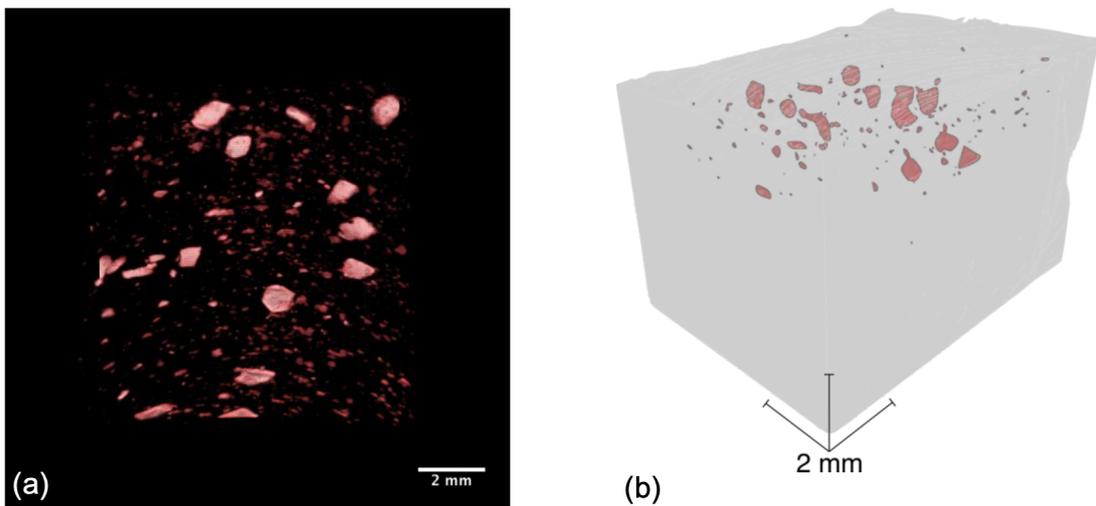


Abbildung 13: CT-Ergebnisse zur Integration von Kupferfolie in Aluminium durch FSP bei  $v = 75 \text{ mm/min}$  und  $n = 1500 \text{ RPM}$ . (a) Durchsicht von oben und (b) 3D-Ansicht.

Da Zusätze in Folienform bereits vielfach für Tracing-Experimente [108] aber auch zur Zulegierung [1] eingesetzt wurden, kam die Idee auf, auch mit anderen Geometrien zu experimentieren. Mittels Kupferfolie wurde, wie in Abbildung 13 dargestellt ist, nur eine recht grobe Fragmentierung trotz höherer Drehzahlen erreicht. Dennoch kann auch hier mit einem Pin mit zusätzlichem Gewinde eine ausreichend homogene Verteilung in Schweißrichtung erreicht werden und es kommt im Gegensatz zum Werkzeug mit nur Abflachungen (Abbildung 12 (b)) zu einem stabilen Prozess. Trotz der Variation der Prozessparameter über einen großen Bereich und der zusätzlichen Untersuchung von Folie anstelle von Pulver, konnte aber bei keinem der Vorversuche eine Auflösung von Kupfer nachgewiesen werden. Einer Arbeit von Karthik *et al.* [35] folgend, wurde zur Verwendung von feinerem Pulver und noch heißeren Parametern<sup>24</sup> übergegangen. So wurde statt der Siebung von  $< 50 \mu\text{m}$  Pulver der Firma Alfa Aesar mit einem angegebenen Partikeldurchmesser von  $3.25 - 4.75 \mu\text{m}$ , ein konstanter Vorschub von  $v = 50 \text{ mm/min}$ , eine Drehzahl von mindestens  $n = 1500 \text{ RPM}$  und mindestens zwei Überfahrten angewendet. Dabei kam es erstmals zur gewünschten Auflösung, wie in Abbildung 14 durch Ätzung klar zu erkennen ist. Dass vor allem der Prozessparameter Drehzahl für das Einsetzen der Auflösung entscheidend ist, zeigt der Vergleich zur Probe mit geringerer Drehzahl im Inset von Abbildung 14, wo die Schwarzfärbung nur um die integrierten Partikel auftrat. Interessanterweise wurde ein ähnliches Ergebnis auch bei  $n = 1500 \text{ RPM}$  aber weiteren zwei Überfahrten beobachtet. Streng dem Rezept aus [35] folgend, war zudem eine Variation des Vorschubs im Bereich von  $25 - 100 \text{ mm/min}$  bei  $n = 2375 \text{ RPM}$  erfolgreich. Für eine Variation der Pulvergeometrie zu einer Flockenform mit einem Durchmesser  $< 75 \mu\text{m}$  und einer Dicke von durchschnittlich  $1-2 \mu\text{m}$  trat die Auflösung ab demselben Schwellwert für die Drehzahl auf. Genauer wird in den folgenden Kapiteln auf die Unterschiede hierbei und die Quantifizierung eingegangen.

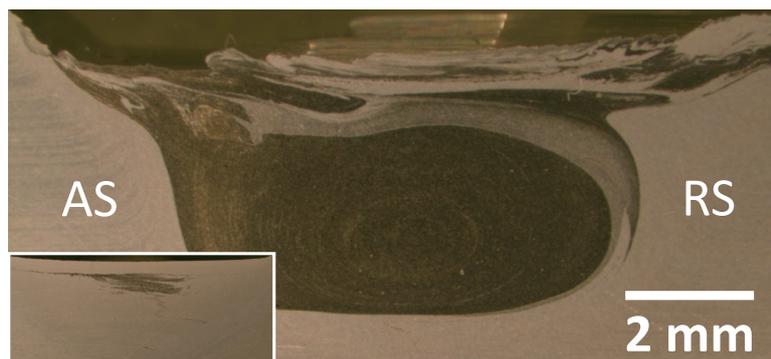


Abbildung 14: Lichtmikroskopisches Schlibbild der Probe 6\_4, gefertigt durch FSP mit  $v = 50 \text{ mm/min}$  und  $n = 2250 \text{ RPM}$  und zwei Überfahrten. Eine weitgehende Auflösung des Kupferpulvers durch die Ätzung nach Kroll ist im homogenen dunklen Zentralbereich der Rührzone im Gegensatz zur Probe mit  $n = 1500 \text{ RPM}$  (Inset) sichtbar. *Advancing* und *retreating side* der zweiten Überfahrt sind markiert.

<sup>24</sup>Parameter die zu höheren Prozesstemperaturen führen.

Da zum Zeitpunkt der Experimentdurchführung noch keine Temperaturmessung im Werkzeug möglich war, wurde die Prozesstemperatur an mehreren Stellen knapp neben der Schweißzone gemessen. Da immer wieder Probleme mit der Datenübertragung auftraten und teilweise großes Rauschen auf dem Signal lag, konnten nur für einige der Proben verwertbare Daten aufgezeichnet werden. Die gemessenen Maximaltemperaturen sind in Abbildung 15 aufgetragen, wobei stets über die Werte der Elemente 1, 4, 6 und 9 (vgl. Abbildung 11), die am nächsten (also  $10\text{ mm}$ ) vom Zentrum entfernt waren, gemittelt wurde. Es fällt auf, dass wegen der kurzen Pausen von wenigen Sekunden zwischen den Überfahrten, die gemessenen Temperaturen mit zunehmender Zahl signifikant ansteigen. Leider zeigt die große Abweichung zwischen den Maximaltemperaturen bei den Proben 6\_1 und den ersten beiden Überfahrten von 6\_10, dass eine Temperaturmessung dieser Art, auch wegen des Abstands zur Prozesszone, nicht optimal ist, da ein identischer Verlauf zu erwarten wäre. Dies war der Hauptgrund, warum eine FE-Simulation zur Untersuchung des Wärmehaushalts durchgeführt wurde und die Messdaten lediglich als Referenzwerte hergenommen wurden.

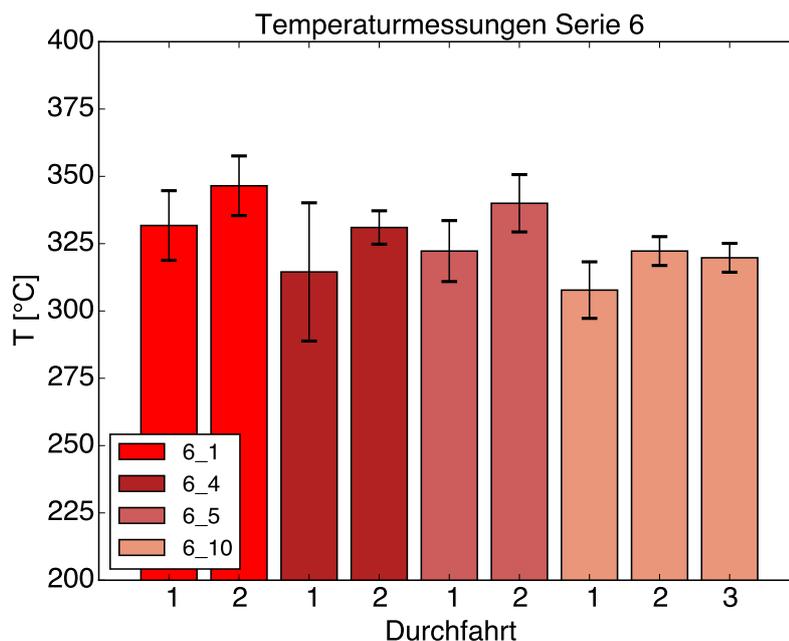


Abbildung 15: Maximaltemperaturen beim FSP gemessen  $10\text{ mm}$  vom Zentrum der Naht entfernt. Auftragung als Mittelwert mit Standardabweichung über jeweils zwei seitlich versetzte Thermoelemente zu beiden Seiten der Prozesszone.

### 9.1.1.2 Legierungseigenschaften im FSP-Bereich

Da die nachfolgenden Messungen in den meisten Fällen immer für Proben aller Nähte durchgeführt wurden, die Ergebnisse aber stets ähnlich waren, wird immer exemplarisch das Resultat einer Naht gezeigt. Im Anhang befinden sich dann entsprechend Bilder und Graphen zu den übrigen Nähten.

## Kupfergehalt

Zuerst wurde die Prozesszone mit gelöstem Kupfer genauer untersucht, bevor durch weitere Messungen und Modellierungsansätze die Mechanismen, welche zur Auflösung führen, aufgedeckt werden sollten. Obwohl im Querschliff eine gleichmäßige Färbung auf eine homogene Verteilung hindeutet, zeigen REM-EDX-Messungen an der Grenze der Rührzone, dass der gelöste Gehalt doch deutlich schwankt. Auch wurden, wie in Abbildung 16 ersichtlich, nicht die angestrebten 2 at% erreicht, da einige Partikel aus purem Kupfer noch vorliegen. Die durch EDX bestimmten maximalen und minimalen Kupferkonzentrationen in der Rührzone der einzelnen Nähte sind in Tabelle 4 nochmals aufgeführt. Aus den gemessenen Konzentrationen wird deutlich, dass für vier der sieben Proben nach dem Al-Cu-Phasendiagramm sowohl bei Raumtemperatur, als auch bei 190 °C ein übersättigter Mischkristall vorliegt.

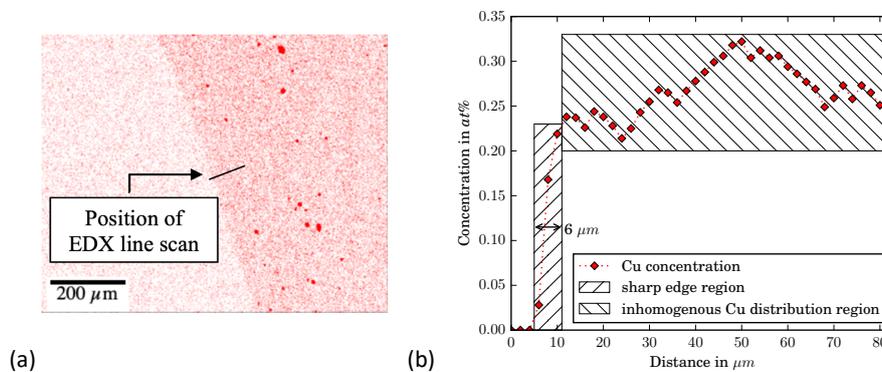


Abbildung 16: Die Kupferverteilung gemessen durch REM-EDX am Randbereich der Rührzone der Naht 6\_4 [4]. (a) Elementverteilungsbild mit einigen nicht oder teilweise aufgelösten Partikeln, (b) Linescan über die Kante mit scharfem Anstieg und sauberer Trennung von legiertem und unlegiertem Bereich.

Naht	Kupfergehalt minimal [at%]	Kupfergehalt maximal [at%]
6_1	0	0
6_2	0	0
6_4	0,37	0,73
6_5	0	0,2
6_8	0,35	0,55
6_10	0,37	0,56
7_1	0,37	0,51

Tabelle 4: Kupfergehalt bestimmt durch EDX innerhalb der Rührzonen aller Nähte der Hauptversuchsreihe zur Integration von Cu mittels FSP. Aufgrund mangelnder Präzision der EDX-Quantifizierung wegen Fitfehlern bei kleinen Konzentrationen sollten die Werte nur als Tendenz verstanden werden. Es wurde stets über Bereiche einer Fläche von mindestens  $100 \mu\text{m}^2$  gemittelt und darauf geachtet keine reinen Kupferpartikel zu inkludieren.

### Härte

Dass der gelöste Anteil an Kupfer aber dennoch zu einer signifikanten Härtesteigerung führt, ist in Abbildung 17 gezeigt. Es wird damit auch deutlich, dass die Beeinflussung der mechanischen Eigenschaften tatsächlich vom Zusatzmaterial und nicht allein von der durch FSP veränderten Mikrostruktur verursacht wird, da für eine Probe der Naht 6\_1 der Härteanstieg sehr viel geringer ausfällt und dort keine Auflösung erreicht wurde.

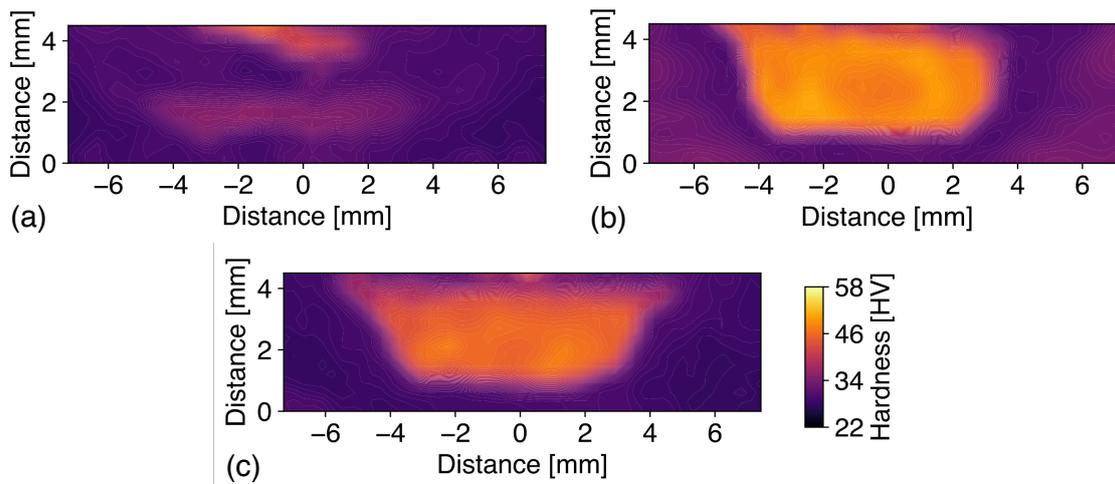


Abbildung 17: Härtemappings für Proben der Nähte (a) 6\_1, (b) 6\_4 und (c) 6\_10 aufgenommen mit  $300\ \mu\text{m}$  Abstand zwischen den Eindrücken und  $100\ \text{g}$  Prüfkraft. Ein signifikanter Anstieg der Härte in der Rührzone ist nur für (b) und (c) zu sehen, da dort eine teilweise Auflösung der Kupferpartikel statt gefunden hat.

### Aushärtbarkeit

Ausgehend von der durch FSP gelösten Konzentration wurden klassische Versuche zur Ausscheidungshärtung mit Nahtproben durchgeführt. Härte- (vgl. Abbildung 18) und DSC-Messungen (vgl. Abbildung 20) legten dabei allerdings nahe, dass aufgrund des geringen gelösten Gehalts (im Vergleich zu technisch häufig verwendeten Legierungen) bei einer Wärmebehandlung, anstatt der härtenden  $\Theta'$ -Phase, ein Abbau von härtenden Restdefekten in der Schweißzone stattfindet und deshalb die Härte mit zunehmender Auslagerungszeit abnimmt. Dass trotz der dynamischen Rekristallisation nach dem FSP eine deutliche Anzahl an Restdefekten in der Rührzone verbleibt, zeigen Bandkontrastmessungen in Abbildung 19. Es fällt auf, dass der Bandkontrast als Maß für Unregelmäßigkeiten in der Kristallstruktur und damit für die Defektdichte von der thermomechanisch beeinflussten Zone hin zur Rührzone deutlich abfällt.

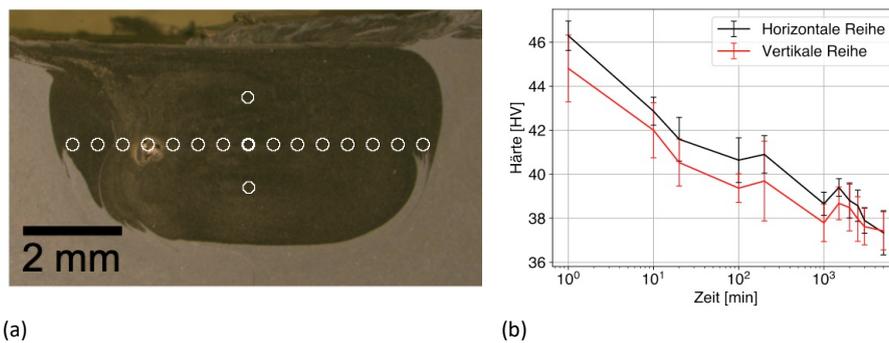


Abbildung 18: (a) Positionen der Härteeindrücke auf dem Schweißnahtquerschnitt der Probe 7\_1 innerhalb der Rührzone. (b) Härtewerte gemittelt über jeweils eine horizontale und eine vertikale Linie aus Vickershärteeindrücken nach einer Wärmebehandlung bei 190 °C [109] für 17 h.

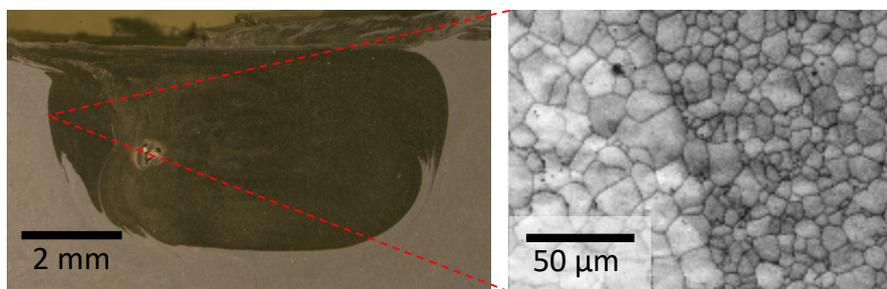


Abbildung 19: EBSD-Ergebnisse einer Probe der Naht 7\_1. Übersichtsaufnahme des geätzten Nahtquerschnitts und Bandkontrast an der Grenze der Rührzone.

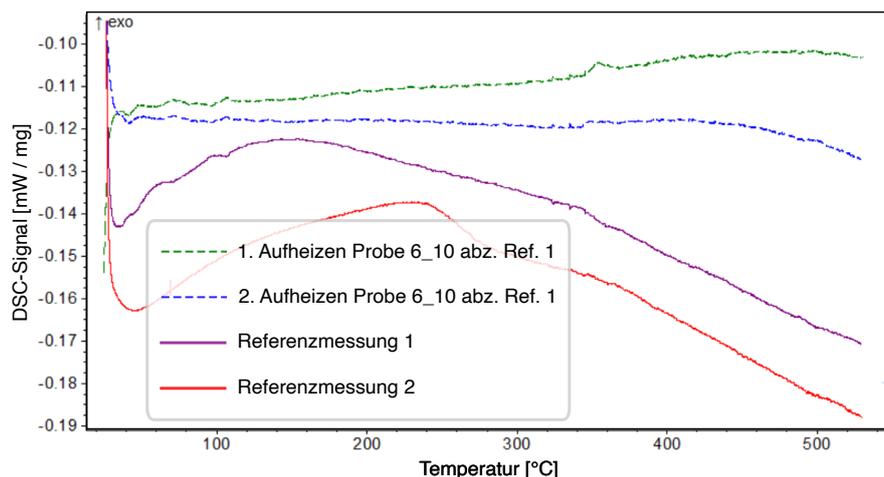


Abbildung 20: DSC-Ergebnisse einer Probe der Naht 6\_10 sowie von zwei Referenzproben aus der Naht 6\_11 ohne Kupfer [95]. Von den Messkurven der Probe der Naht 6\_10 wurde jeweils die erste Referenzmessung abgezogen, um Effekte, welche durch den Kupferzusatz verursacht wurden, zu isolieren. Ein kleiner Peak bei 380 °C könnte auf die Bildung der  $\Theta$ -Phase hindeuten.

### Phasenbildung

Nachdem das Ergebnis des Auflösungsprozesses untersucht wurde, sollte der Prozess selbst genauer betrachtet werden. Als erster Schritt der Auflösung ist sicherlich die Bildung von intermetallischen Phasen, geschwindigkeitsbestimmt durch Interdiffusion an der Grenzfläche der beiden Metalle, zu nennen. Nachdem durch FIB eine Zielpräparation an der Grenzfläche stattgefunden hat, ist es im TEM möglich, durch räumlich hochaufgelöste EDX-Messungen und Feinbereichsbeugung die drei entstandenen Phasen genau zu bestimmen (vgl. Abbildung 21). Es zeigt sich, dass für alle Prozessparameter stets dieselben drei Phasen  $Al_2Cu$ ,  $AlCu$  sowie  $Al_4Cu_9$  entstehen (Details zur Auswertung im Anhang vgl. Abbildungen 52, 53 und 54).

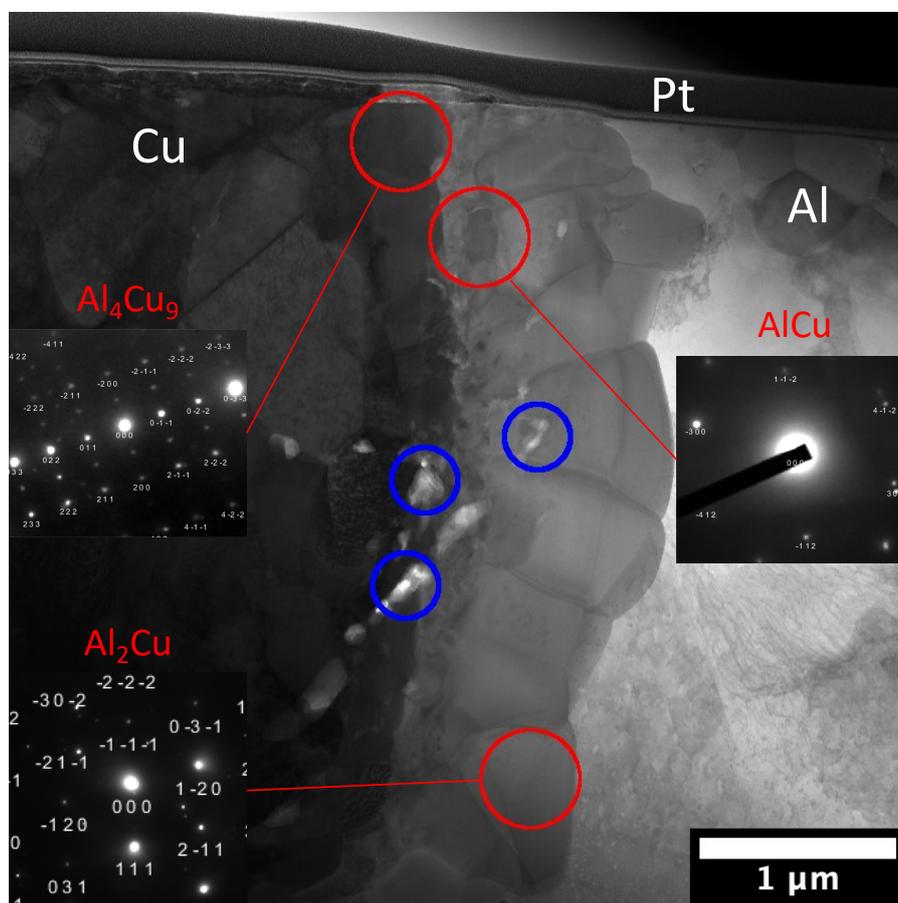


Abbildung 21: STEM-HAADF-Aufnahme der Interdiffusionszone an einem teilweise aufgelösten Kupferpartikel in einer Probe der Naht 6\_1. Insetts zeigen Feinbereichsbeugungsbilder der zu nahegelegenen Zonenachsen hin orientierten Körnern der IMC-Schicht markiert in rot. Blaue Kreise deuten Poren an. Quantifizierte EDX-Punktspektren ergaben durchschnittliche Kupferkonzentrationen von 65,5, 51,2 und 33,2 at%. Auf der Aluminiumseite ist zudem eine große Zahl an Versetzungen sichtbar.

Über die Winkel und Abstände zwischen den Feinbereichsbeugungsreflexen einerseits und die Ergebnisse aus quantifizierten EDX-Punktspektren andererseits können die Phasen zweifelsfrei identifiziert werden. Über die Flächenanteile der Phasen (ca. 25, 20 und 55 %) und die Elementkonzentrationen lässt sich schließlich eine ungefähre, durchschnittliche Volumenkonzentration von ca. 55 % an Kupfer im IMC-System berechnen. Darüber hinaus ist erkennbar, dass die meisten Körner von der Kupfer- zur Aluminiumseite hin breiter werden, was ein Wachstum in diese Richtung nahelegt. Diese Hypothese wird zudem durch das Auftreten der Kirkendall-Löcher auf der Kupferseite belegt.

Mittelt man über die Phasenbreite vieler Partikel für Proben der verschiedenen Nähte, so ergibt sich eine interessante Statistik, die in Abbildung 22 (b) gezeigt wird. Abbildung 22 (a) gibt eine mögliche Erklärung für die breite Streuung der Phasenbreiten. Durch die starke Umformung scheint es zum Bruch der Phase zu kommen, welcher womöglich noch durch die Bildung von Kirkendall-Löchern (vgl. Abbildungen 21 und 23) vermehrt auftritt.

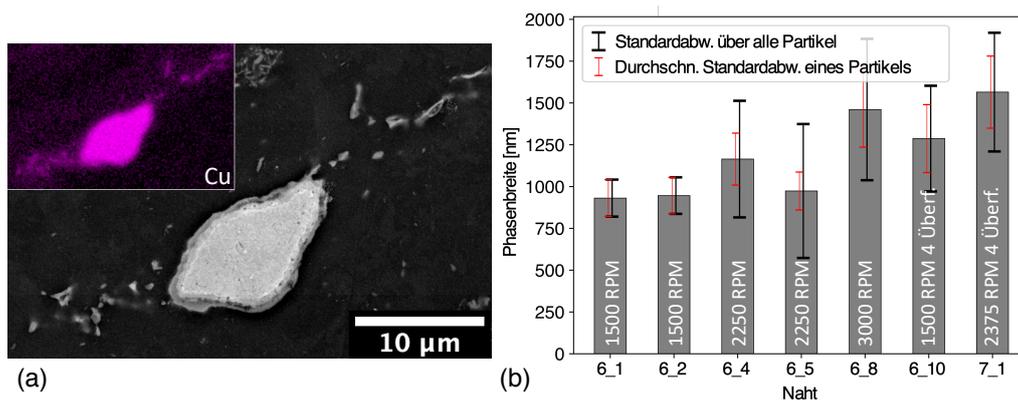


Abbildung 22: (a) REM-Aufnahme eines Cu-Partikels in einer Probe der Naht 6\_4; gebrochene IMC-Schichtteile sind sichtbar; Das Inset zeigt das entsprechende EDX-Cu-Elementverteilungsbild und (b) die IMC-Schichtbreitenstatistik für alle Proben, einschließlich der Standardabweichung aller Messungen einer Probe (schwarze Fehlerbalken) sowie der durchschnittlichen Standardabweichung innerhalb der Messungen eines Partikels (rote Fehlerbalken). Die Prozessparameter sind in den Balken weiß angegeben.

Da bei den TEM-Ergebnissen bereits Poren und kleine Risse in der IMC-Schicht auffielen, wurde mittels FIB ein 3D-Stack (vgl. Abbildung 23) an Bildern einer Schicht in einer Probe der Naht 6\_1, indem das Abtragen einer dünnen Deckschicht und die Bildaufnahme alternierend erfolgt. Auf diese Weise kann eine Poren- oder Rissbildung durch Präparation ausgeschlossen und die räumliche Verteilung der Hohlräume besser visualisiert werden.

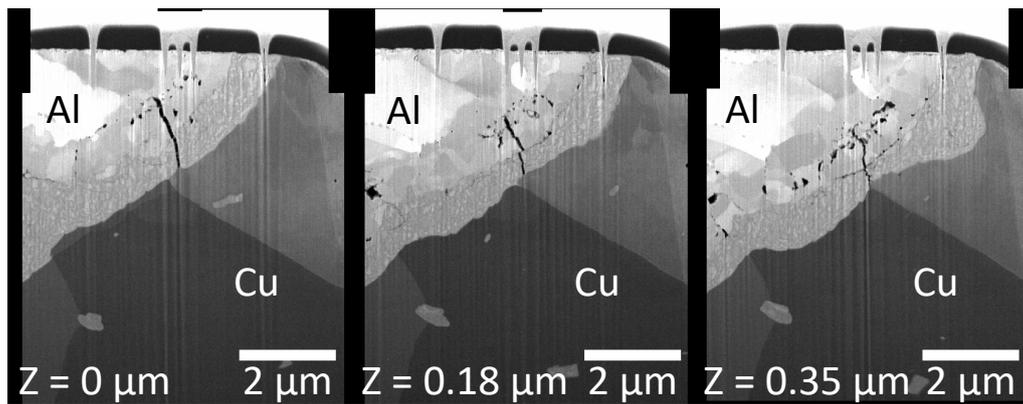


Abbildung 23: REM-Aufnahme einer Interdiffusionszone am Rand eines teilweise aufgelösten Kupferpartikels in einer Probe der Naht 6\_1. Durch automatisiertes Abtragen dünner Schichten mittels eines Ga-Ionenstrahls konnten Bilder in verschiedenen Tiefen (Koordinate Z ist angegeben) aufgenommen werden. Kirkendall-Löcher und beginnende Risse in der IMC-Schicht sind klar erkennbar.

Zur Untersuchung der Phasenwachstumskinetik ohne den Einfluss von Verformung wurde eine konventionelle Wärmebehandlung im Salzbad mit Proben der Naht 6\_1 durchgeführt. Auf diese Weise sollten mögliche Unterschiede im Diffusionskoeffizienten zur Phasenbildung während FSP aufgezeigt werden.

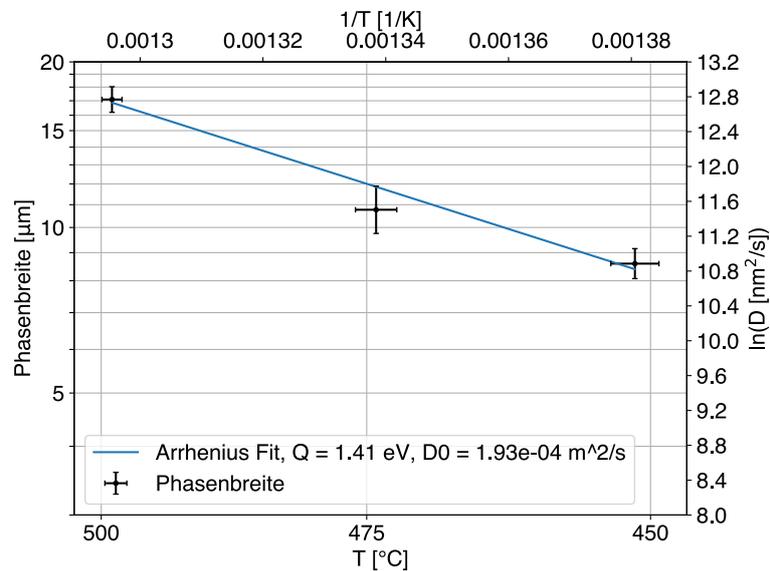


Abbildung 24: Arrhenius-Auftragung von Phasenbreiten an Kupferpartikelgrenzflächen in einer Probe der Naht 6\_1 nach einer Wärmebehandlung bei 450, 475 und 500 °C nach 20 min.

### Partikelgrößenverteilung

Neben der Statistik über die IMC-Phasenbreiten an Partikeln wurde zudem eine Gesamtstatistik zur Partikelgrößenverteilung erstellt, um den Auflösungsgrad nach dem Prozess besser beurteilen zu können. Zusammengesetzte BSE-REM-Bilder wurden dabei vom gesamten Nahtquerschnitt mit einer Pixelgröße von  $0.3 \mu\text{m}$  aufgenommen und mittels Ilastik [91] und Fiji [89] binärisiert und ausgewertet. Abbildung 25 veranschaulicht den Prozess der Auswertung bis zum Histogramm. Die Beurteilung des Histogramms nach Kennwerten und deren Vergleich zu Ergebnissen, gewonnen durch andere Prozessparameter, tragen zum Verständnis des Auflösungsprozesses bei. Um die Menge an gesamt vorhandenem Kupfer zu visualisieren, sind im Histogramm die Partikel mit ihrer jeweiligen Fläche gewichtet und ist somit der Flächenanteil über dem Partikeldurchmesser angetragen. Die Gesamtquerschnittsfläche des detektierten Kupfers wurde stets auf die Querschnittsfläche des initialen Kupferpulvers normiert (vgl. Abbildung 10). Dass 192 % des ursprünglich eingebrachten Kupfers nach dem Prozess gefunden wurden, liegt an der Vergrößerung der Partikel durch IMC-Bildung. Hätten alle Partikel eine  $1 \mu\text{m}$  breite IMC-Schale und das IMC-Wachstum würde nur zu 50 % nach außen stattfinden, würde die verwendete Auswertemethodik beispielhaft für eine Probe der Naht 6\_1 einen Anteil von ca. 180 % ergeben. Die Größenverteilung für die Naht 6\_1 verglichen zur Ausgangskupferpartikelgrößenverteilung ist in einem späteren Kapitel in Abbildung 32 dargestellt.

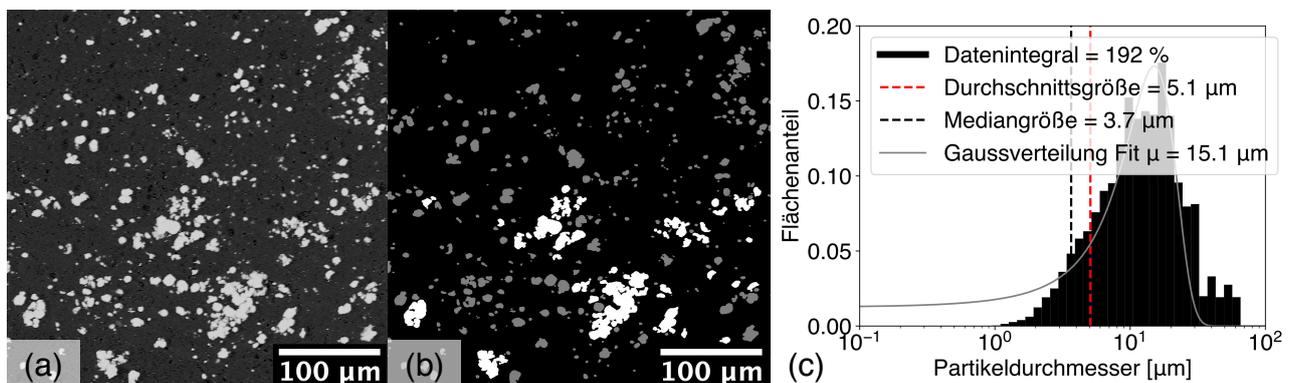


Abbildung 25: (a) BSE-SEM-Bild einer Probe der Naht 6\_1; (b) durch Ilastik verarbeitetes Bild mit einzelnen Partikeln in grau und Clustern in weiß und (c) die resultierende Größenverteilung, dargestellt als Partikelgröße und normalisiert auf die Fläche des anfänglichen Pulvermaterials.

### 9.1.1.3 Referenzversuche mittels ARB

Durch ARB erzeugte Laminare aus Kupfer und Aluminium erreichen gewöhnlich auch enorm hohe Verformungsgrade, wenngleich die Verformung nicht bei erhöhter Temperatur wie beim FSP stattgefunden hat. Allerdings ist die Phasenbildung, zumindest am Anfang einer Wärmebehandlung bei prozessähnlichen Temperaturen, vergleichbar und wurde folgendermaßen untersucht.

Nach der Probenfertigung erfolgte eine Wärmebehandlung im Salzbad bei 450, 475 und 500 °C für 1, 2, 5 und 20 min, um den Einfluss der starken Verformung auf die Phasenbildung im Vergleich zum FSP zu untersuchen. Die Messung der Phasenbreiten und -zusammensetzungen wurde nach der metallographischen Präparation eines Querschnitts im REM vorgenommen. Daraufhin wurden mehrmalige Standardhärtemessungen zur Bestimmung der Vickershärte mit 100 g Prüfkraft durchgeführt. Eine Wirbelstromprüfung erwies sich zudem als einfache Methode zur groben Quantifizierung des elektrischen Widerstands im gewalzten Blech. Die elektrische Leitfähigkeit wurde hierbei wegen ihrer Korrelation mit der Defektdichte zusätzlich zur Härte untersucht. Es zeigte sich eine fast vollständige Erholung der elektrischen Leitfähigkeit sowie der Härte durch den Weichglühprozess. EBSD-Messungen an Kupfer- und Aluminiumschichten gaben Aufschluss über das Deformationsverhalten. Da die Ergebnisse der Versuche zur Phasenbildung für diese Arbeit die höchste Relevanz haben und auch vom Verfasser selbst durchgeführt wurden, sind sie in Abbildung 26 dargestellt. Für weitere Details wird auf [104] verwiesen.

Die anfängliche Beschleunigung des Phasenwachstums durch Diffusion lässt sich mit der Abweichung von einem konventionellen, parabolischen Zeitgesetz zeigen. Die ersten Messwerte in 26 liegen klar über der Fit-Kurve.

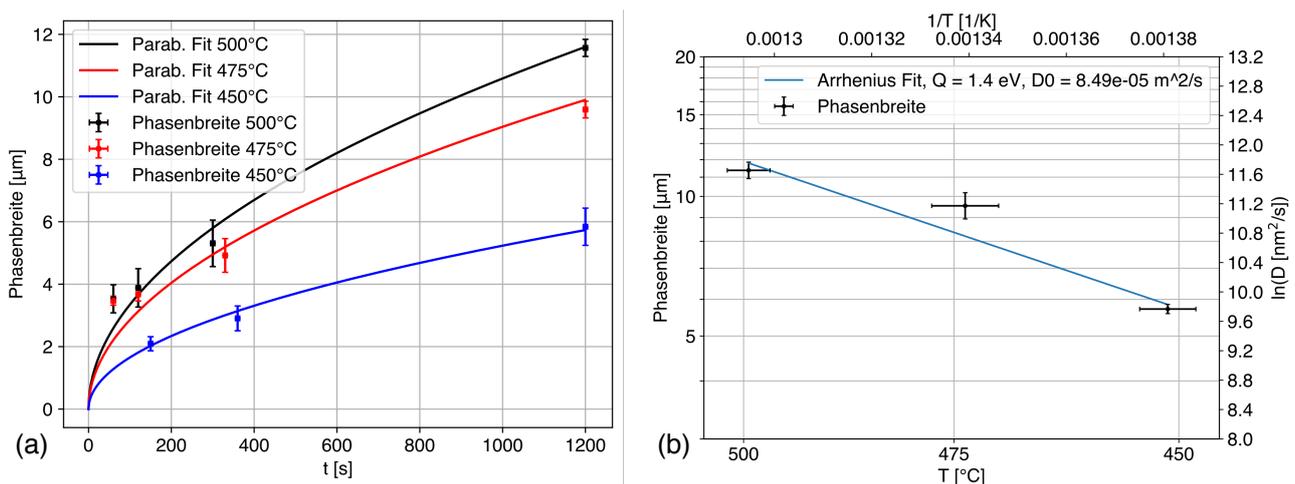


Abbildung 26: Ergebnisse zur Phasenbildung an Aluminium-Kupfer-Grenzflächen in sechsfach walzgebundem, metallischem Laminat aus AN EW-1050 und reinem Kupfer. (a) Phasenwachstum über Zeit und Fit mittels eines parabolischen Zeitgesetzes. (b) Zugehöriger Arrheniusplot zur Berechnung der Aktivierungsenergie des Prozesses.

#### 9.1.1.4 Phasenbildung an MPW-Nähten

Ein weiteres relevantes Vergleichsexperiment bildet die Erzeugung eines gestörten Grenzbereichs durch Magnetimpulsschweißen. Auch hier kommt es zu starker Deformation, hohen Prozesstemperaturen und der Bildung intermetallischer Phasen. Als klarer Unterschied zu den Interdiffusionszonen erzeugt durch FSP lassen sich aber dabei Hinweise auf ein lokales Aufschmelzen finden. So könnten die nötigen Konzentrationen der beiden Elemente durch ein sehr viel schnelleres Vermischen flüssiger Phasen entstehen, wofür auch die Phasenbreite von bis zu  $5\ \mu\text{m}$  spricht und auch, dass kein definiertes Schichtsystem, sondern diffuse Strukturen sichtbar sind (vgl. Abbildung 27). Abbildung 28 zeigt STEM-Ergebnisse zur Phasenbestimmung im diffusen Grenzbereich, wo neben Aluminiumkörnern auch immer wieder die  $\text{Al}_4\text{Cu}_9$ -Phase gefunden wird, obwohl sich diese thermodynamisch berechnet nicht als erstes bilden sollte [12].

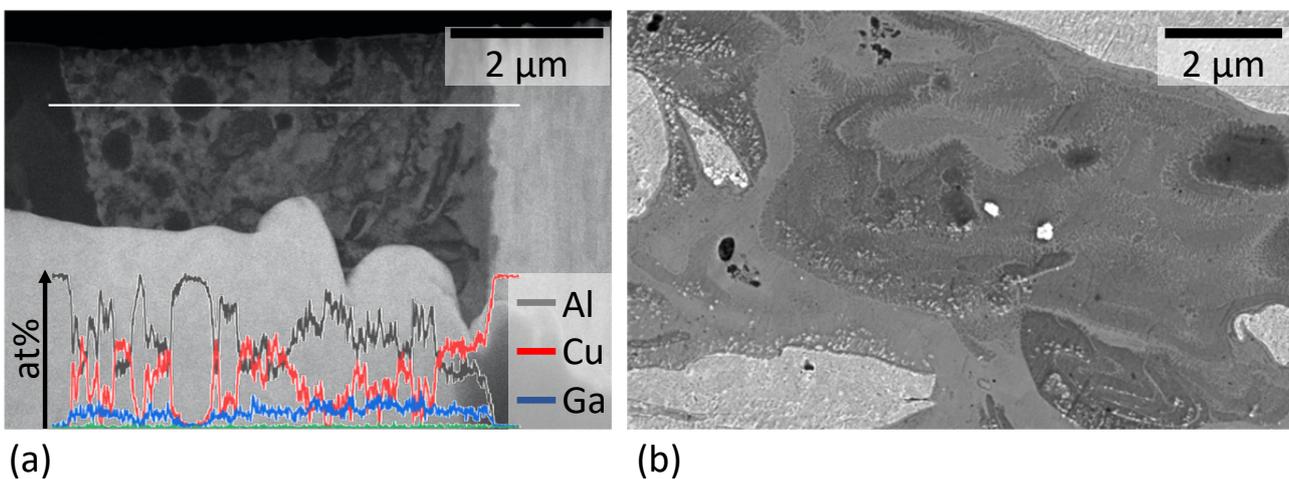


Abbildung 27: Querschnitt eines durch Magnetimpulsschweißen erzeugten, stark gestörten Grenzbereichs zwischen Aluminium und Kupfer [106]. (a) HAADF-STEM-Aufnahme (Sichtrichtung in Abrollrichtung) des Bereichs mit EDX-Linienprofil (weiße Linie) und den zugehörigen Konzentrationen der relevanten Elemente (unten). (b) Hocho aufgelöste REM-Aufnahme (Sichtrichtung quer zur Abrollrichtung) mit erkennbaren Gefügeeigenschaften, die auf eine eutektische Erstarrung hinweisen.

Da es hierbei nicht zur mechanischen Durchmischung oder gar Fragmentierung von Partikeln der Fügepartner kommt, kann das Vergleichsexperiment damit nur hinsichtlich der Eigenschaften der Grenzflächen Erkenntnisse liefern.

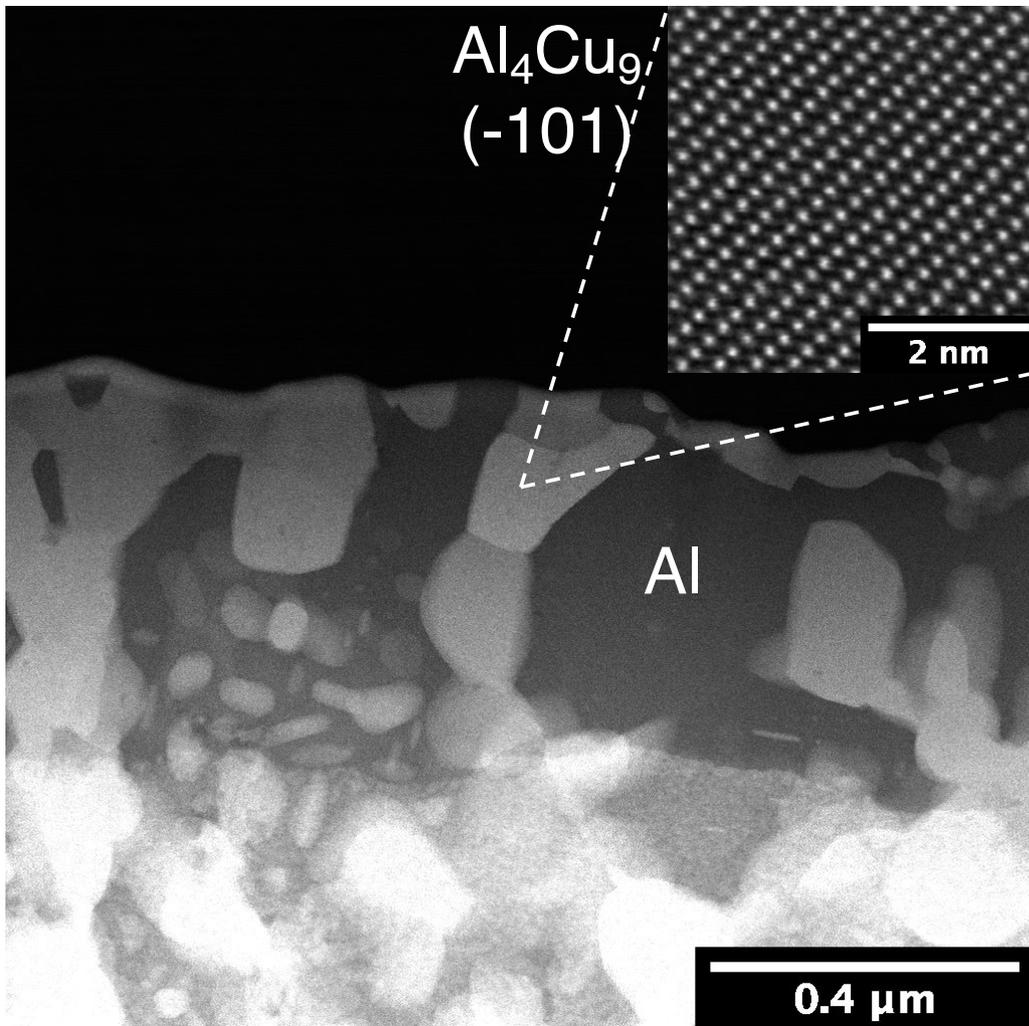


Abbildung 28: HAADF-STEM-Aufnahmen eines diffusen Grenzbereichs, entstanden durch MPW. Das Inset zeigt eine Gitterabbildung der auftretenden  $Al_4Cu_9$ -Phase.

### 9.1.2 Simulationsergebnisse zur Integration von Kupferzusätzen in Aluminium

Die experimentellen Hinweise auf ein Zusammenspiel aus thermisch aktivierter Interdiffusion, der damit einhergehenden IMC-Phasenbildung und deren Fragmentierung als wesentlicher Mechanismus der beschleunigten Auflösung der Kupferzusätze führten zur Idee einer numerischen Beschreibung des Prozesses. Das Ergebnis einer FE-Simulation zur Annäherung des realen Temperaturprofils in der Schweißzone wurde berechnet und weiter verwendet, um die Interdiffusion an Partikelgrenzflächen abzuschätzen und zufallsbasiert ein Abbrechen zu simulieren.

#### 9.1.2.1 FE-Simulation der Temperaturprofile

Die Ergebnisse der FE-Simulation zusammen mit den experimentellen Temperaturkurven sind in Abbildung 29 dargestellt. Die berechneten Werte stimmen für die meisten, rauscharmen<sup>25</sup> Profile sehr gut mit den Simulationsergebnissen 10 mm entfernt vom Nahtzentrum überein. Insbesondere für den Zeitbereich um das Maximum, der gleichzeitig der relevanteste für Diffusionsprozesse ist, liegen die Kurven in vielen Fällen fast übereinander.

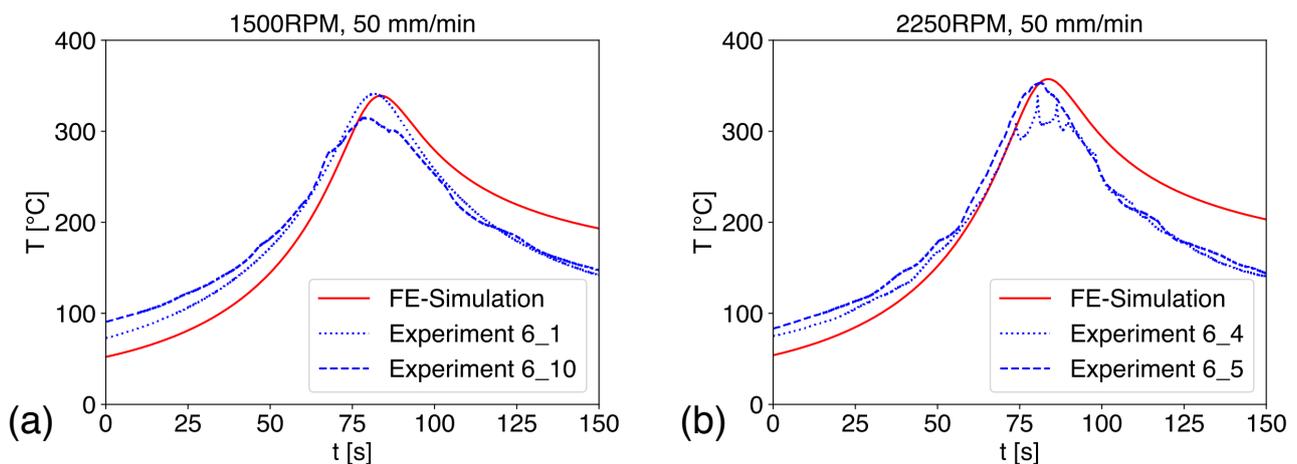


Abbildung 29: Vergleich zwischen den Temperaturprofilen der FE-Simulationsergebnisse und den 10 mm vom Zentrum der verarbeiteten Zone entfernt gemessenen Daten für die Drehzahlen von (a) 1500 RPM und (b) 2250 RPM.

Die Simulation sagt eine höhere Temperatur für die Abkühlphase voraus als real bei den meisten Proben gemessen wurde, was darauf hinweist, dass die Wärmeleitfähigkeit der Al-Platte und der Stahl-Trägerplatte im Modell unterschätzt wird. Basierend auf der hervorragenden Übereinstimmung um den Temperaturpeak, auch für die Daten 15 und 20 mm vom Zentrum der Rührzone entfernt (siehe Anhang), wurde die Temperatur auf die Werkzeugoberfläche extrapoliert und dieses Profil wurde

<sup>25</sup>Auf einigen der Profile liegt ein direkt erkennbares, starkes Rauschen (z. B. Messung 2 in Abbildung 29 (b)), dessen Ursprung auch den Projektpartnern, die die Messungen durchführten, nicht klar war.

fortan in einem Auflösungsmodell, beschrieben im folgenden Abschnitt, verwendet. Spitzentemperaturen zwischen 480 und 550 °C wurden für die unterschiedlichen Drehzahlen zwischen 1500 und 3000 *RPM* berechnet.

### 9.1.2.2 Numerische Berechnung der Größenverteilungsentwicklung

Durch das simulierte Temperaturprofil wird es möglich, über eine numerische Integration der Diffusionsgleichung die Phasenbreite nach mehreren Überfahrten von FSP anzunähern. Abbildung 30 zeigt das Ergebnis für die Phasenbreite an einer Partikelgrenzfläche, welches auf Basis des simulierten Temperaturprofils für  $n = 1500 \text{ RPM}$  und  $v = 50 \text{ mm/min}$  berechnet wurde, wobei das Profil zweimal hintereinander durchlaufen wird. Nach beiden Überfahrten kann die erreichte Phasenbreite mit Messwerten verglichen und daraufhin der Diffusionskoeffizient angepasst werden, bis der Messwert der Breite in realen Proben erreicht wird. In der Abbildung ist der Zeitbereich um das Temperaturmaximum markiert, den der Pin im realen Prozess benötigt, um aufgrund seines Durchmessers eine Stelle im Blech zu überqueren.

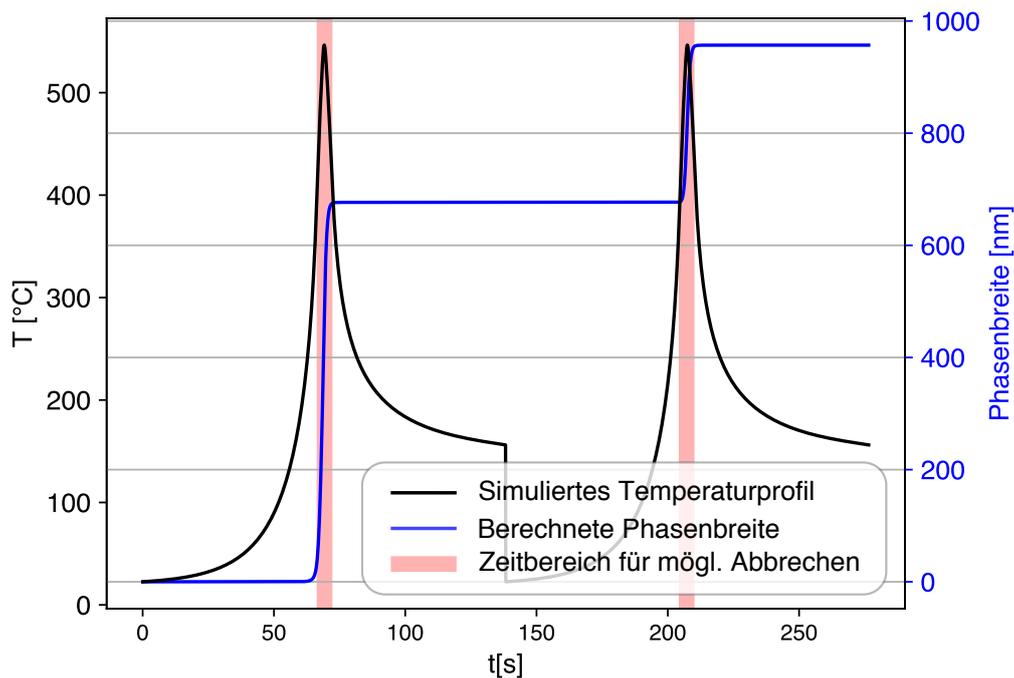


Abbildung 30: Vorhersage zum Phasenwachstum durch teilimplizite, numerische Integration der Diffusionsgleichung ohne Abbrechen von Schichtteilen auf Basis des simulierten Temperaturprofils an der Pinoberfläche. Die Parameter  $Q = 1.41 \text{ eV}$  und  $D_0 = 5e-5 \text{ m}^2/\text{s}$  führen für eine Drehzahl von 1500 *RPM* zu einer Phasenbreite, die Messwerten für Proben der Naht 6\_1 nahekommt. Der Zeitbereich von 6 s, innerhalb derer der Pin an einer Position rührt und damit ein Abbrechen der Schichten stattfinden kann, wurde symmetrisch um den Temperaturpeak gesetzt und ist in rot dargestellt.

Im Modell zur Vorhersage der Größenverteilungsentwicklung der Kupferpartikel wird zunächst durch numerische Integration des Diffusionskoeffizienten über den simulierten Temperaturverlauf mit einer Zeitschrittlänge<sup>26</sup> von 0.28 s die erreichbare Phasenbreite aufsummiert. Zur Vollständigkeit zeigt Abbildung 62 im Anhang, dass die IMC-Phasenbreite weder mit der Größe der Partikel, noch mit dem Aspektverhältnis korreliert und daher die Anwendung des simplen Modells eines doppelt-unendlichen Halbraums für die Interdiffusion gerechtfertigt ist.

Obwohl die Werte,  $Q = 1.41 \text{ eV}$  und  $D_0 = 5e-5 \text{ m}^2/\text{s}$  zur Berechnung des Diffusionskoeffizienten, zu einer Phasenbreite von ca.  $1 \mu\text{m}$ , ähnlich zur experimentell gemessenen, führen, wurde hierbei der Wert für  $D_0 = 1.93e-4 \text{ m}^2/\text{s}$  verwendet, welcher über die Arrheniusauftragung (Abbildung 24) nach den Daten aus den Ofenexperimenten resultierte und eine Phasenbreite von  $3.13 \mu\text{m}$  ergibt. Da die Phasenbildung, wie durch das Referenzexperiment in Abbildung 26 gezeigt, durch eingebrachte Verformung beschleunigt wird, kann der Diffusionskoeffizient durch einen geringeren Wert für  $D_0$  nicht unter dem gemessenen liegen.

Zum Vergleich wurde eine Berechnung auf Basis von Literaturwerten für unverformte Diffusionspaare nach Funamizu et al. [63] durchgeführt. Die Vergleichswerte von  $Q = 1.38 \text{ eV}$  und  $D_0 = 9.3e-5 \text{ m}^2/\text{s}$  ergeben sich für das Schichtsystem der identifizierten Phasen. Für den simulierten Temperaturverlauf der Naht 6\_1 wurde eine Phasenbreite von  $2.65 \mu\text{m}$  ermittelt. Es wird also durch den verwendeten Wert von  $D_0 = 1.93e-4 \text{ m}^2/\text{s}$  immer noch beschleunigte Diffusion angenommen.

Damit liegen die berechneten Werte für die Phasenbreiten um einen Faktor von 3-4 über den Messwerten, was im Anschluss die Grundlage für ein simuliertes Abbrechen darstellt. Trägt man die Abweichung der berechneten zur gemessenen Phasenbreite über einem modifizierten *Pseudo Heat Index* auf (vgl. Abbildung 31), so zeigt sich ein linearer Zusammenhang.

---

<sup>26</sup>Die Zeitschrittlänge resultiert aus den Rahmenbedingungen der FE-Simulation.

---

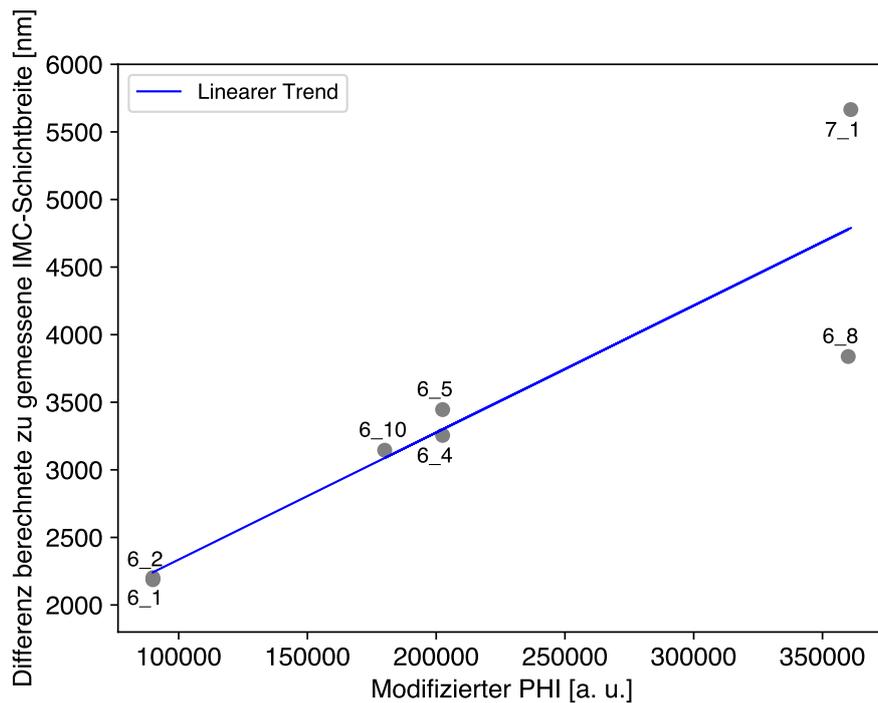


Abbildung 31: Fit der IMC-Schichtbreitenabweichung zwischen berechneter und gemessener Breite über dem mit der Anzahl der Überfahrten multiplizierten *Pseudo Heat Index* der FSW-Nähte.

Da im konventionellen *Pseudo Heat Index* von Argebast et al. [7] die Anzahl der Überfahrten nicht in die Berechnung eingeht, weil der Index nur eine Kennzahl für die Maximaltemperatur während einer Überfahrt darstellt, wurde er hierfür zusätzlich mit der Anzahl an Überfahrten  $n$  multipliziert, um ein Maß für die Wahrscheinlichkeit des Abbrechens von Teilen der IMC-Schicht zu erhalten.

$$mPHI = n \cdot \omega^2 / v \quad (8)$$

Das Modell zur Vorhersage der gelösten Konzentration an Kupfer bei bekannter Ausgangspartikelgrößenverteilung sowie berechneter, maximal erreichbarer IMC-Schichtbreite ist bereits in Abbildung 6 veranschaulicht. Zuerst bildet sich ein IMC-Schichtsystem der maximalen Breite um jeden Partikel der Ausgangsverteilung. Aufgrund der Elektronenmikroskopieergebnisse wurde ein nach außen gerichtetes Wachstum angenommen, bei dem sich Poren durch ausdiffundiertes Kupfer bilden. Im zweiten Schritt, welcher die Fragmentierung während FSP beschreibt, wird abhängig von den Prozessparametern (vgl. Abbildung 31) ein Teil der Schicht abgezogen.

Zieht man von der Gesamtfläche des Ausgangspulvers die Fläche der resultierenden Verteilung ab, so ergibt sich, verteilt auf die Rührzonenquerschnittsfläche, eine gelöste Kupferkonzentration. Dabei geht das IMC-Schichtsystem mit einer Volumenkonzentration von 55 % ein. Zudem wird ein Porenvo-

lumen abgezogen, welches dem Kupfer entspricht, das zur Bildung der maximalen IMC-Schichtbreite nötig ist. Dies wurde sowohl für die berechnete, als auch für die gemessene Partikelgrößenverteilung ausgewertet. Alle gemessenen Partikelgrößen- und IMC-Schichtbreitenverteilungen sind in den Abbildungen 55 - 61 aufgeführt. Die Ergebnisse dieser Berechnung sind in Tabelle 5 gezeigt.

Es fällt auf, dass die mittlere Kupferkonzentration, gemessen durch EDX für vier der sieben Nähte, in guter Näherung mit den Modellergebnissen übereinstimmt. Die Werte, bestimmt über die Messung der Partikelgrößenverteilung nach dem Prozess, liegen stets leicht unter den vorhergesagten, bilden allerdings die gleiche Tendenz, ein Steigen mit zunehmender Dreh- und Überfahrtenzahl, ab. Für die Nähte mit den geringsten Kupferkonzentrationen weicht die Modellvorhersage am stärksten von den Messdaten ab. Hier könnte die EDX-Nachweisgrenze unterschritten worden sein, die typischerweise bei einigen Zentelprozent, je nach untersuchtem Material und dessen Atomgewicht, liegt. Trägt man die durch diese Berechnung ergebende Größenverteilung neben der Verteilung des Ausgangskupferpulvers und der Gemessenen nach dem Rührreibprozess auf (vgl. Abbildung 32), so erkennt man, dass die Gesamtmenge (Integral) in etwa korrekt vorhergesagt wird, die Form der Verteilung allerdings deutlich abweicht.

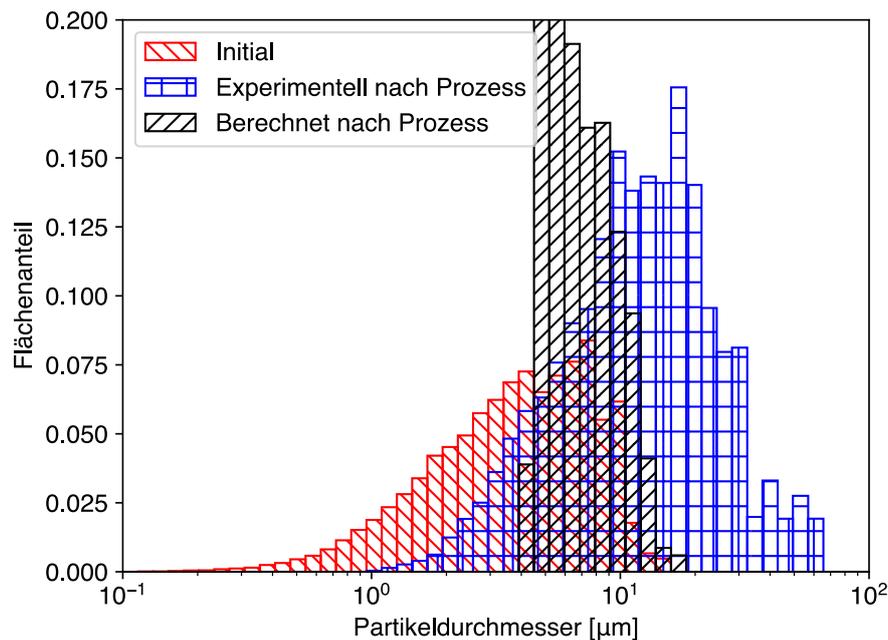


Abbildung 32: Auf die Partikelfläche normierte Histogramme der Partikelgrößenverteilung für das initiale Kupferpulver, die berechnete sowie die experimentell bestimmte Verteilung.

Die untersuchten Cu-Flocken zeigen die gleichen Tendenzen wie das Cu-Pulver hinsichtlich des Gehalts an gelöstem Cu in Abhängigkeit von der Rotationsgeschwindigkeit, allerdings mit dem Unterschied, dass eine geringere Packungsdichte des Ausgangsmaterials zu einem geringeren, maximal er-

reichbaren, gelösten Gehalt führt. Die Variation der Vorwärtsgeschwindigkeit bei der Naht 7\_1 erhöht die Menge an gelöstem Kupfergehalt. Gründe dafür könnten die längeren Zeiten bei erhöhter Temperatur und daher die erhöhte Phasenbildung für die Durchgänge mit niedrigerem Vorschub sein. Durch nachfolgende Überfahrten mit erhöhtem Vorschub sind aufgrund der steileren Temperaturgradienten dann erhöhte Scherkräfte wirksam, die sich beim Aufbrechen der IMC-Hülle vorteilhaft auswirken könnten. Dieser Effekt muss in zukünftigen Studien überprüft werden.

Naht	Mittlere Konzentration EDX [at%]	Konzentration gemessene Partikelgrößenverteilung [at%]	Konzentration berechnete Partikelgrößenverteilung [at%]
6_1	0	-0.1	0.46
6_4	0.55	0.37	0.47
6_10	0.47	0.22	0.47
6_2	0	0.25	0.3
6_5	0.1	0.3	0.35
6_8	0.45	0.31	0.38
7_1	0.44	0.23	0.47

Tabelle 5: Berechnete Kupferkonzentrationen im Vergleich zu gemessenen Werten für Proben aller Nähte der Hauptversuchsreihe. Die Flächenkonzentration wurde für eine typische Größe der Rührzone von  $46 \text{ mm}^2$  für die gemessene und berechnete Partikelgrößenverteilung ausgewertet. Zum Vergleich ist zusätzlich die durchschnittliche Stoffmengenkonzentration, gemessen über REM-EDX, angegeben.

## 9.2 Al-Zr

Vielversprechende Ergebnisse zur Gefügestabilisierung durch die Integration von Zirkoniumzusätzen durch FSP aus früheren Forschungsvorhaben [1] ergaben, dass der Zusatz vor allem in Foliengeometrie wirksam verteilt werden kann und die sekundäre Rekristallisation im Vergleich zu Proben ohne Zusatz eindämmt. Abbildung 33 zeigt den Vergleich der sekundär rekristallisierten Fläche in Abhängigkeit vom Grad der Vorverformung und den Nachweis kleiner Mengen an  $Al_3Zr$ -Ausscheidungen der  $L1_2$ -Phase, welche Pinning von Korngrenzen bewirkt.

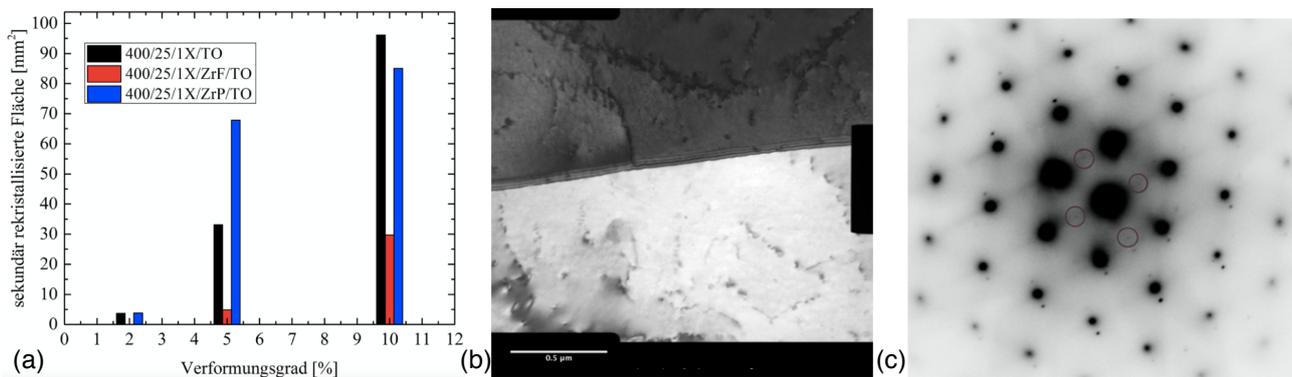


Abbildung 33: Effektive Gefügestabilisierung durch Zirkoniumzusätze in Pulver- und Foliengeometrie im Vergleich zu einer Referenzprobe [1]. (a) Sekundär rekristallisierte Fläche als Funktion des Vorverformungsgrades, (b) TEM-Aufnahme einer Korngrenze der Probe mit Zr-Folienzusatz, (c) Beugungsbild mit markierten  $L1_2$ -Überstrukturreflexen.

Da das Problem der Grobkornbildung in FSW-Nähten noch nicht vollständig behoben und die Prozesse auf Materialebene in den vorhergehenden Untersuchungen nicht komplett verstanden werden konnten, wurde das Vorhaben der Integration von Zirkoniumzusätzen mittels FSP wieder aufgegriffen und ausgehend von den älteren Ergebnissen anfangs vor allem die Reproduzierbarkeit geprüft. Mit Prozessparametern von  $n = 250 - 650 \text{ RPM}$  sowie  $v = 25 - 150 \text{ mm/min}$  und einem längeren Pin, der 8 mm starke Bleche vollständig durchschweißt, wurden verschiedene Varianten der Zirkoniumzugabe untersucht.

Ein primäres Thema der Arbeit war die Untersuchung der Verteilung des Zusatzmaterials. Anders als beim Al-Cu-System, wo eine messbare Auflösung der Zusatzstoffe stattgefunden hat, wurde dies hier nicht beobachtet und die Partikel waren meist mindestens einige  $\mu m$  groß, was eine Visualisierung durch Röntgen-CT ermöglichte. Abbildung 34 zeigt CT-Ergebnisse, welche die 3D-Verteilung der Zr-Partikel übersichtlich veranschaulichen.

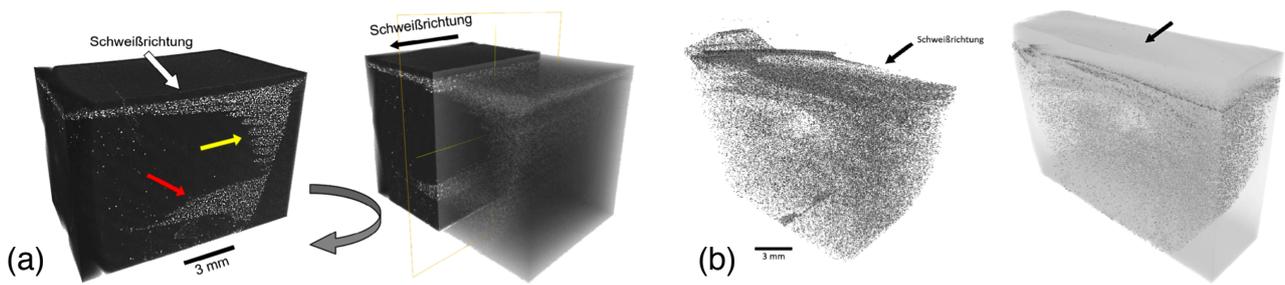


Abbildung 34: Vergleich der Zirconiumverteilung durch CT-Bilder [94] von Schweißnahtproben aus (a) der Vorserie A11 und (b) aus der Hauptversuchsreihe C7 mit markierter Schweißrichtung der zweiten Überfahrt. Die Pfeile in rot und gelb zeigen jeweils interessante Stellen für spätere Untersuchungen zur lokalen Korngröße.

Die effektivste Verteilung größerer Partikel im  $\mu\text{m}$ -Bereich wurde während dieser Untersuchung nur mit Zirconiumpulver erzielt, während Zr-Folie nach dem Prozess wesentlich inhomogener verteilt in der Rührzone vorlag. Obwohl in früheren Arbeiten auch eine teilweise Auflösung der Partikel stattfand und somit im TEM eine erhöhte Konzentration an sphärischen Ausscheidungen der kohärenten  $\text{Al}_3\text{Zr}$ -Phase sichtbar war, konnte dies nicht reproduziert werden. Ebenfalls konnte keinerlei Phasenbildung und damit eine beginnende Auflösung an Al-Zr-Grenzflächen durch elektronenmikroskopische Methoden nachgewiesen werden.

Der Fokus der Untersuchungen war neben der Partikelverteilung die Gefügestabilität nach Verformung und Temperung. Da die Grobkornbildung bislang nur nach kleinen Verformungsgraden von wenigen % auftrat, wurde zuerst die Abhängigkeit von dieser Einflussgröße überprüft. Die Ergebnisse dazu sind in Abbildung 35 gezeigt. Eine signifikante Abhängigkeit des Rekristallisationsverhaltens von der Prozesstemperatur konnte nicht festgestellt werden [94]. Die Peaktemperatur stieg typisch mit zunehmender Umdrehungszahl und abnehmendem Vorschub [110].



Abbildung 35: Vergleich der Korngröße durch Ätzbilder [94] von Schweißnahtquerschnitten aus AN EW-2195 nach FSP mit  $v = 50 \text{ mm/min}$  und  $n = 550 \text{ RPM}$  (Naht D6), einer Warmverformung bei  $150 \text{ }^\circ\text{C}$  um 3, 5 und 7 % und einem Lösungsglühprozess bei  $500 \text{ }^\circ\text{C}$  für 1 h.

Die Ergebnisse zeigen klare Charakteristika einer konventionellen Rekristallisation, also einen kritischen Verformungsgrad zwischen 3 und 5 % und eine Abnahme der Korngröße mit zunehmendem Verformungsgrad. Führt man zuerst den bereits beschriebenen Prozess zur Druckverformung unter erhöhter Temperatur und anschließend ein Lösungsglühen durch, so wird klar, dass das auf diese Weise eingebrachte Zirconium eine Grobkornbildung nicht effektiv und in den seltensten Fällen, wenn überhaupt dann nur lokal, verhindern kann. Im Gegenteil fand in Proben mancher Nähte mit Zusatzstoff sogar ein beschleunigtes Eintreten des Effekts im Vergleich zu Referenznähten statt. Abbildung 36 zeigt einen Fall, wo ein Aufhalten der Rekristallisationsfront in Bereichen hoher Zirconiumkonzentration stattfand.

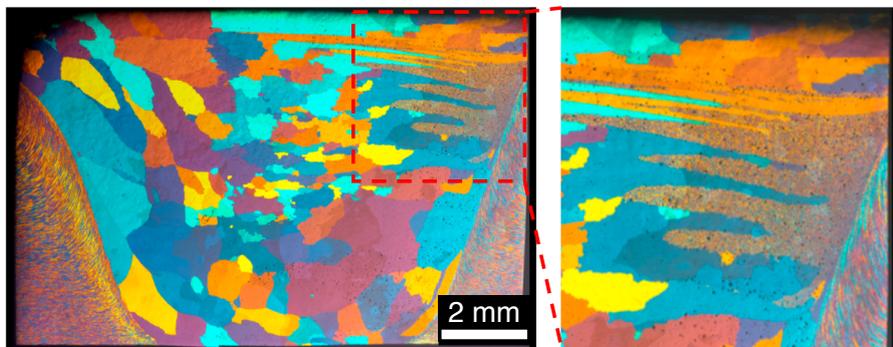


Abbildung 36: Ätzbild [94] einer Probe der Naht A11 nach dem Auftreten von Rekristallisation. Der Bereich um die in Abbildung 34 gelb markierte Stelle ist nochmals vergrößert dargestellt, da dort ein Aufhalten der Rekristallisationsfront stattfand.

Gründe für diese lokale Wirksamkeit wurden in der vor dem Prozess bereits vorhandenen Kornstruktur und der hohen Zusatzmaterialkonzentration oder in einem Zusammenspiel dieser Faktoren vermutet. Eine EBSD-Analyse des in Abbildung 36 vergrößerten Bereichs vor und nach dem Prozess erschloss Indizien hierfür und legte nahe, dass die Kornstruktur in den nicht rekristallisierten Bereichen signifikant feiner ist. Die Ergebnisse vor (vgl. Abbildung 37) und nach (vgl. Abbildung 38) der Rekristallisation zeigen, dass eine deutlich geringere, durchschnittliche Korngröße im Bereich mit hoher Zr-Konzentration<sup>27</sup> und ein Sprung in der Misorientierung vom rekristallisierten zum Zr-reichen Bereich vorliegt. Da bekannt ist, dass gerade Bereiche mit feinerer Kornstruktur anfälliger für Grobkornbildung sind [75], scheint das zusätzliche Zirconium hier wirksam zu sein.

<sup>27</sup>  $3.6 \pm 1.6$  gegenüber  $4.7 \pm 2.3 \mu\text{m}$ .

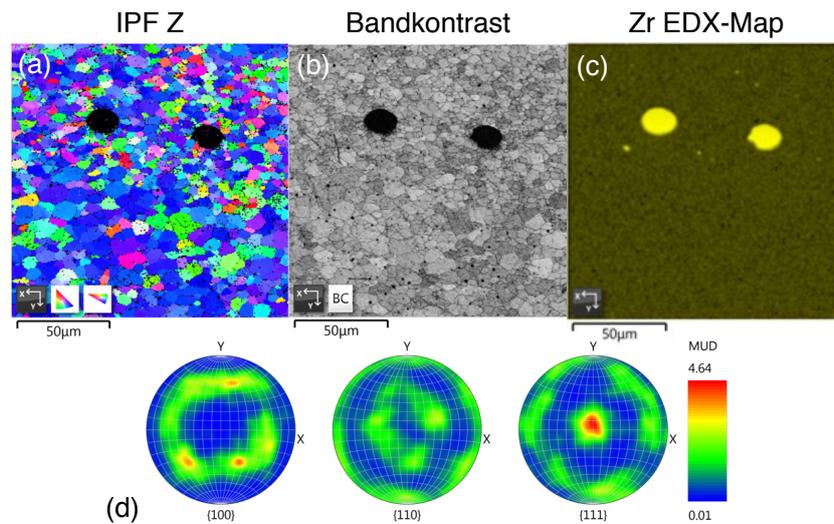


Abbildung 37: EBSD-Ergebnisse einer Probe der Naht A11 im Bereich um die in Abbildung 34 gelb markierte Stelle vor der Rekristallisation an der Kante des zirkoniumreichen Bereichs (oben) zum zirkoniumarmen Bereich (unten). Die (a) inverse Polfigur zur Bildnormalenrichtung, das (b) Bandkontrastbild, das (c) Elementverteilungsbild von Zirkonium und die (d) Polfigur zeigen eine starke Texturierung und einen klaren Unterschied in der Korngröße zwischen dem zirkoniumarmen und dem zirkoniumreichen Bereich.

Da Zirkonium nur lokal wirksam war und zum Pinnen der wandernden Großwinkelkorngrenzen führte, wurde im Anschluss das Hauptaugenmerk darauf gelegt, diesen speziellen Rekristallisationsprozess an sich näher zu untersuchen. Es wurde zwar bereits gezeigt, dass ein Mindestverformungsgrad nötig ist, damit Grobkornbildung in Rührreißschweißnähten bei den verwendeten Parametern einsetzt, allerdings lag die Verformung immer in der ganzen Probe homogen vor. Um auszuschließen, dass das Grobkornwachstum nach einer Keimbildung auch nicht verformtes Gefüge aufzehrt, wurden Versuche zur Lokalverformung durchgeführt. Dazu wurde ein Vickers-Indenter in verschiedene Bereiche der Schweißzone mit 100 g Prüfkraft gedrückt und im Anschluss durch Lösungsglühen die Rekristallisation angeregt. Abbildung 39 zeigt, dass eine lokale Verformung tatsächlich nur zu Rekristallisation im verformten Bereich führt und kein Weiterlaufen der Rekristallisationsfront ermöglicht. Auch im unteren Teil der Schweißzone (der sog. „Nase“) welcher als Startpunkt der Rekristallisation und damit als besonders anfällig gilt, konnte so keine nennenswerte Grobkornbildung proviziert werden.

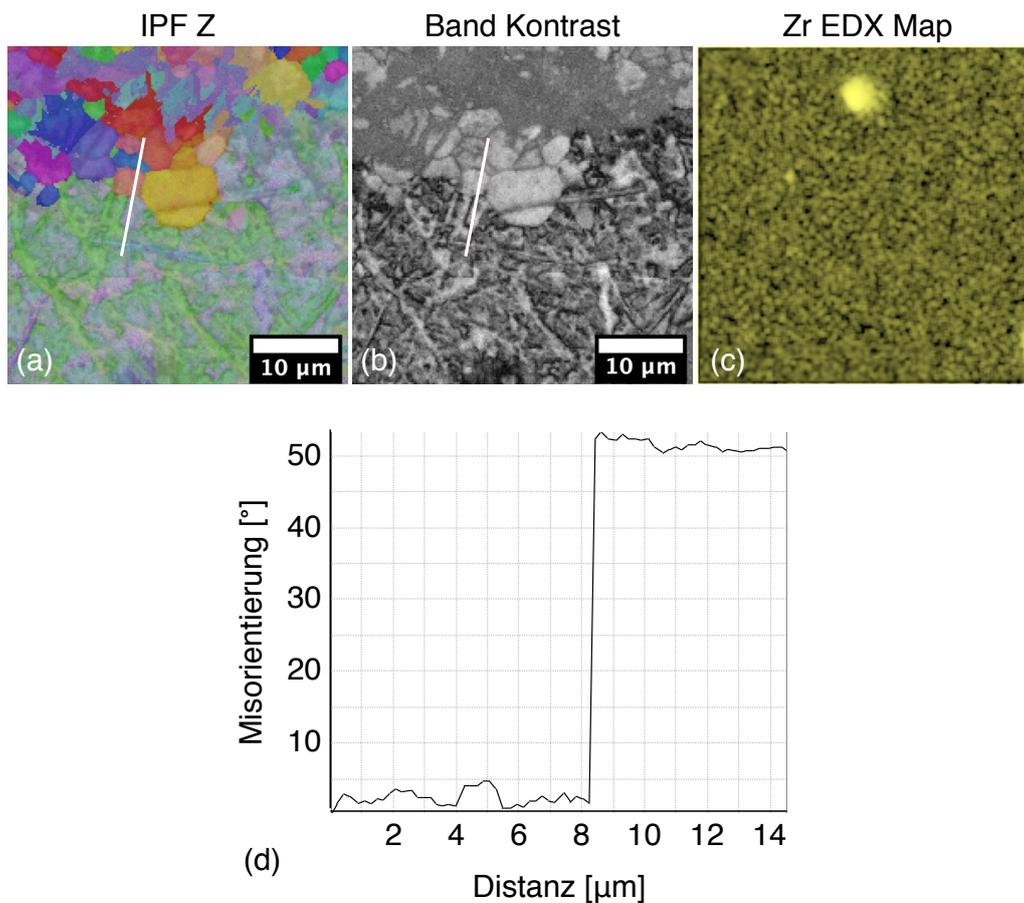


Abbildung 38: EBSD-Ergebnisse einer Probe der Naht A11 im Bereich um die in Abbildung 34 gelb markierte Stelle nach der Rekristallisation an der Kante von zirkoniumreichem Bereich (oben) zum zirkoniumarmen, rekristallisierten Bereich (unten). Die (a) inverse Polfigur zur Bildnormalenrichtung, das (b) Bandkontrastbild, das (c) Elementverteilungsbild von Zirkonium und eine (d) Auftragung der relativen Misorientierung (gemessen über die weiße Linie im Bild) zeigen die Rekristallisationsfront, an der ein typischer Sprung in der Misorientierung messbar ist.

Zuletzt wurden zudem Versuche zur Kinetik der Rekristallisation durchgeführt, indem ca. 3.5 % druckverformt und anschließend nach kurzen Wärmebehandlungszeitschritten von wenigen Minuten die selbe Probe erneut präpariert und untersucht wurde. Abbildung 40 zeigt Bilder einer Zeitreihe, bei der das Gefüge der Nahtzone bereits nach 5 min fast zur Gänze rekristallisiert ist. Nach einer Inkubationszeit von mind. 40 s bilden sich sowohl an der Spitze und als auch über der „Nase“ Keime. Es wachsen aber auch Körner von den stärker verformten Rändern von oben und unten. Anschließend wachsen die Körner von beiden Seiten kolumnar in die Mitte, von unten jedoch ca. mit der doppelten Geschwindigkeit.

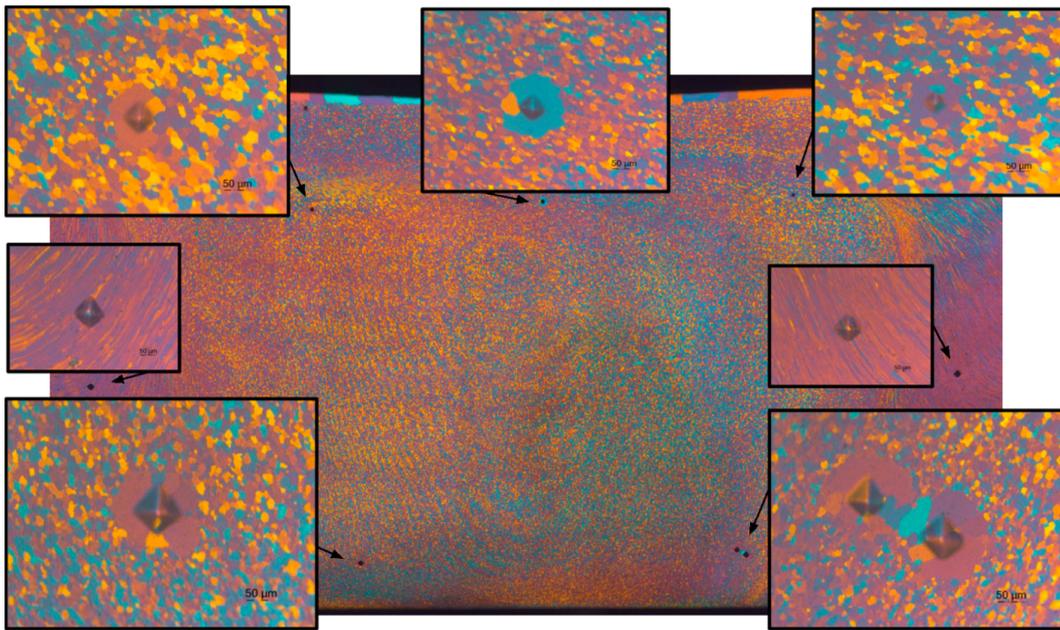


Abbildung 39: Ätzbild [94] einer Probe der Naht D7R (Referenzstück der Naht D7), welches kleine rekristallisierte Bereiche um die, vor der Wärmebehandlung eingebrachten, Härteeindrücke zeigt.

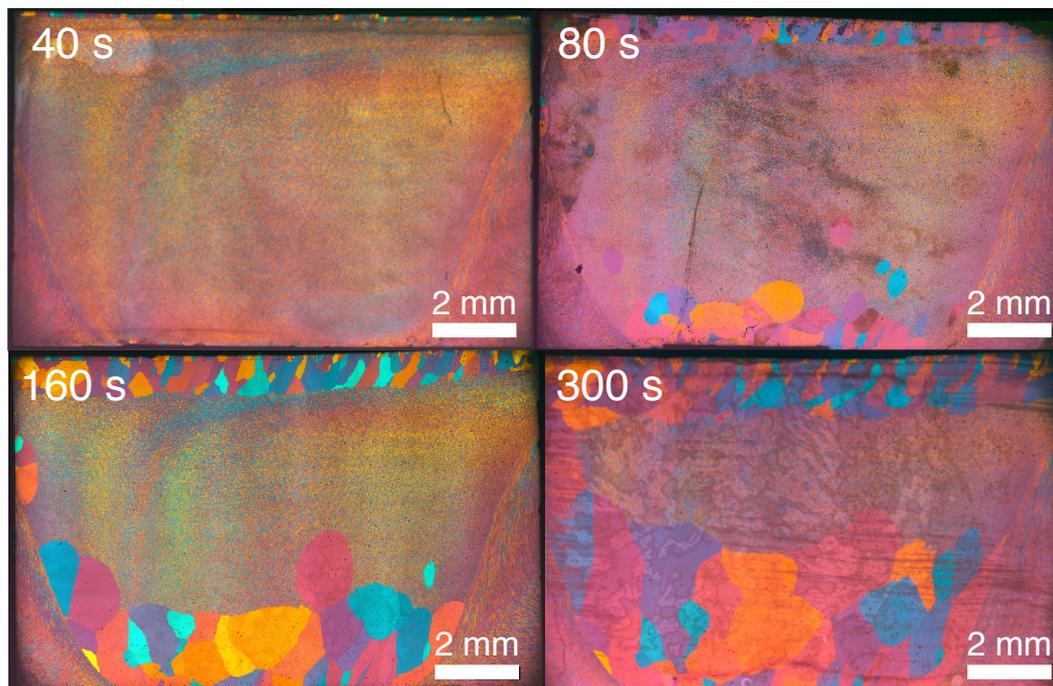


Abbildung 40: Ätzbilder einer Probe der Naht C2 nach einer ca. 3.5 %igen Druckverformung, aufgenommen durch erneute Präparationen über eine Zeitreihe von 40 – 300 s im Salzbad bei 500 °C.

Es kam zudem die Idee auf, dass die Löslichkeit von Zirkonium im Aluminium in Anwesenheit der anderen Legierungselemente geprüft werden sollte, um festzustellen, ob ohne ein Aufschmelzen eine Auflösung stattfinden kann, da sich normalerweise  $Al_3Zr$ -Ausscheidungen bereits beim Erstarren aus der Schmelze bilden und sich auch während klassischer Lösungsglühprozesse nicht auflösen. Tabelle 6 zeigt die Zusammensetzung des Grundmaterials bestimmt durch ICP-OES (optische Emissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma).

	Cu	Li	Mg	Ag	Zr	Fe	Mn	Zn	Ti	Si	Al
<i>wt%</i>	3.77	0.85	0.29	0.28	0.12	0.06	0.03	0.03	0.03	0.01	Rest
<i>at%</i>	1.6	3.31	0.32	0.07	0.04	0.03	0.01	0.01	0.02	0.01	Rest

Tabelle 6: Zusammensetzung der verwendeten Legierung AN EW-2195 bestimmt durch ICP-OES [94].

Es wurden daraufhin Phasendiagramme mit variablem Zirkoniumgehalt und einer unterschiedlichen Zahl an Legierungspartnern mit den gemessenen Konzentrationen durch das Programm FactSage [111] errechnet, welche im Anhang aufgeführt sind. Beträgt die maximale Löslichkeit von Zr in der Matrix für das System Al-Cu-Zr noch 0.116 *wt%*, so sinkt sie bei der Hinzunahme von Lithium bereits auf 0.046 *wt%*. Nimmt man Ag und Mg noch hinzu, so sinkt sie weiter auf 0.041 *wt%*. Es wird klar, dass selbst die gemessene Ausgangskonzentration des Grundmaterials nicht vollständig löslich ist, was eine Auflösung von Zirkoniumzusätzen weiter erschwert. Daher liegt das Element selbst bei effektiver Zerkleinerung durch FSP im besten Falle als kleine Cluster aus elementarem Zr vor.

### 9.3 Al-Fe

Auch für das Al-Fe-System, als weiteren Repräsentanten einer Hart-Weich-Wechselwirkung sowie mit schlechter Löslichkeit des Zusatzes in Aluminium (siehe Phasendiagramm in Abbildung 41), wurde mit einer Untersuchung der durch FSP erreichten Verteilung des Zusatzstoffs begonnen. Aufgrund der ferromagnetischen Spinwechselwirkung in Eisen und der schlechten Löslichkeit kam die Idee auf, superparamagnetisches Material herstellen zu können. Mit genügend feiner Verteilung und Fragmentierung der Eisenpartikel würde dieser Effekt auftreten, wenn die ferromagnetischen Domänen so klein und nicht wechselwirkend vorliegen, dass thermische Fluktuationen ohne externes Feld die magnetischen Momente innerhalb der Relaxationszeit  $\tau$  statistisch verteilen, aber dennoch eine hohe Sättigungsmagnetisierung erreicht werden kann. Die Wechselwirkung innerhalb der kleinen Domänen reicht in diesem Fall nicht aus, um bei Raumtemperatur einen geordneten Zustand aufrecht zu erhalten. So kann für eine durchschnittliche Größe der Domänen eine sog. *blocking temperature* definiert werden, bei der keine Remanenzmagnetisierung aufrechterhalten werden kann.

Wenn  $\tau$  kurz im Vergleich zur Dauer des Experiments ist und eine *blocking temperature* von knapp unter Raumtemperatur angenommen wird, so ergibt sich für sphärische Eisenpartikel kubischer, magnetischer Anisotropie ein Partikeldurchmesser von ca. 25 nm [112].

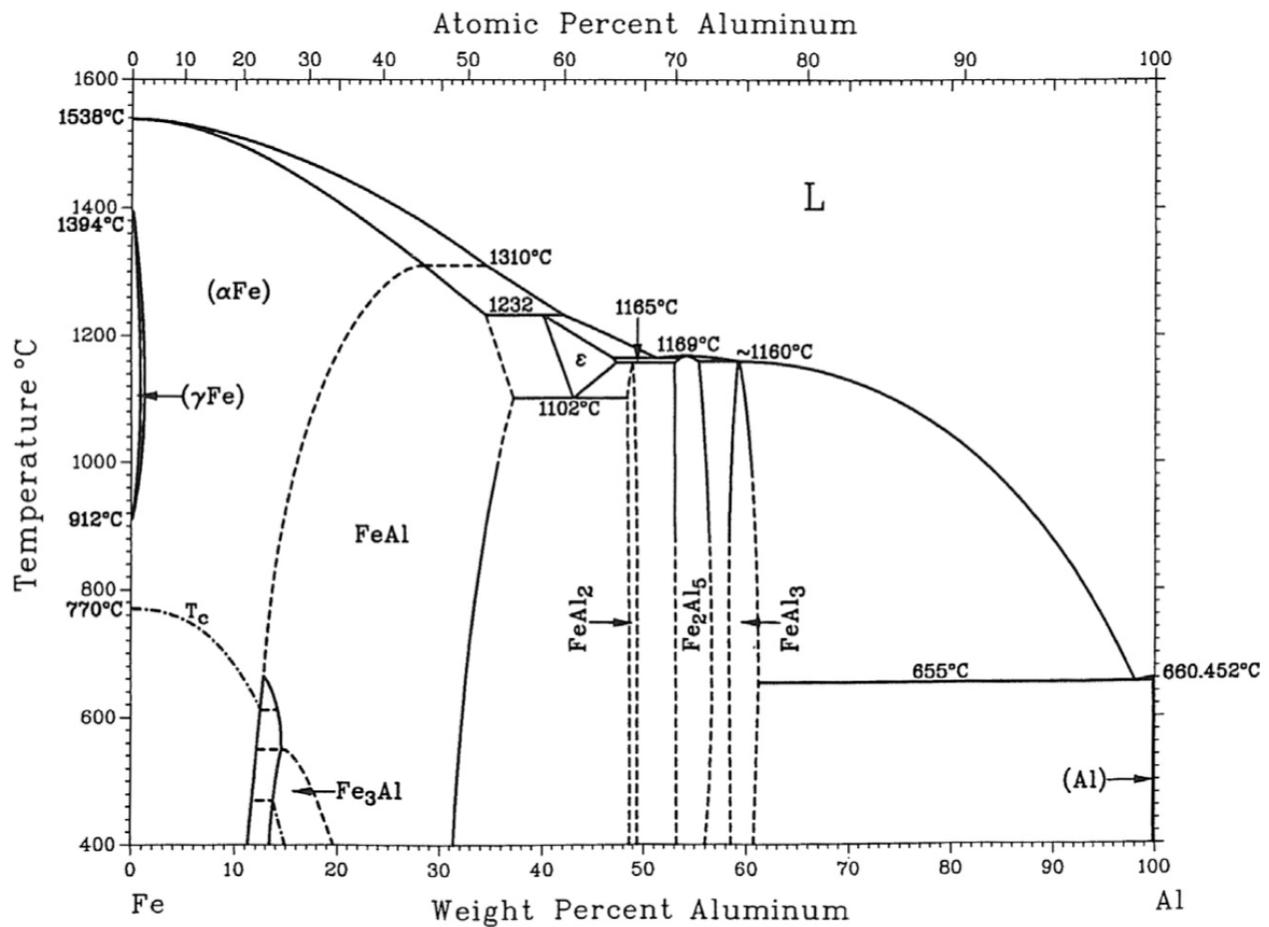


Abbildung 41: Binäres Phasendiagramm zwischen Aluminium und Eisen [113].

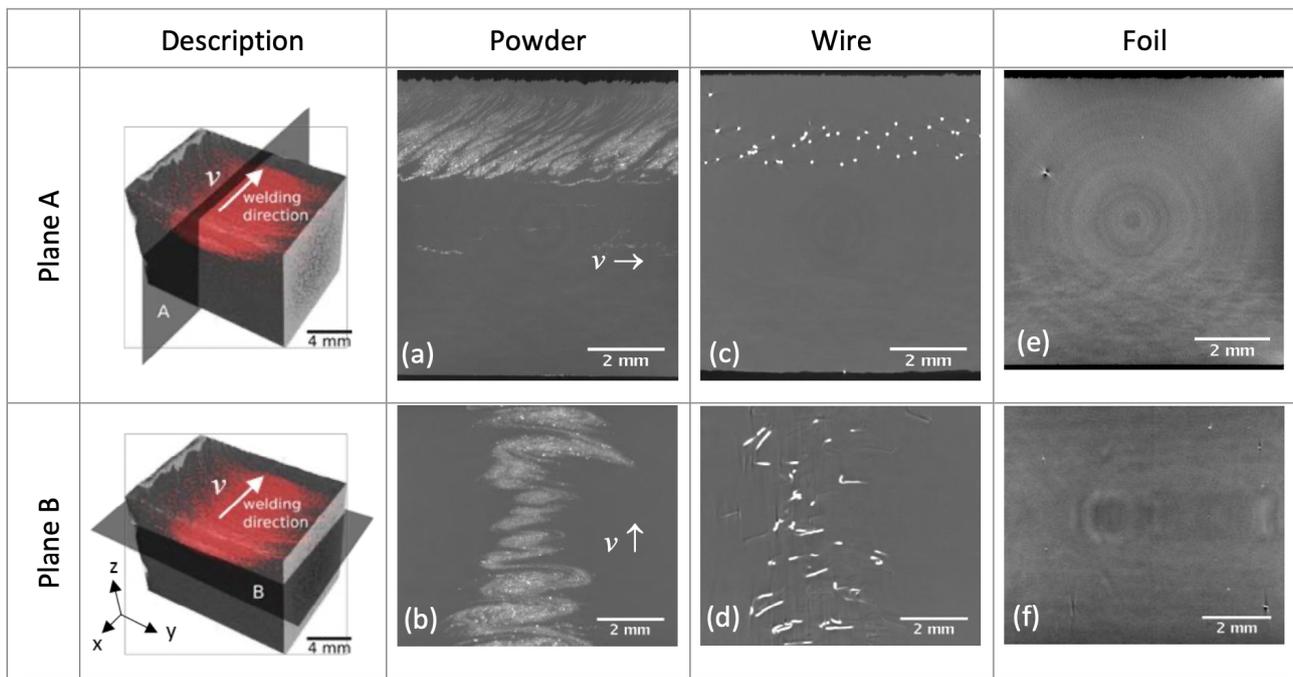


Abbildung 42: Vergleich des Integrationsergebnisses von Eisen in unterschiedlichen Geometrien in Aluminium durch FSP [2] bei  $v = 75 \text{ mm/min}$  und  $n = 1000 \text{ RPM}$  durch verschiedene Schnittebenen durch einen Röntgen-CT-Scan. (a) / (b) zeigt Eisenpulver, (c) / (d) Eisendraht und (e) / (f) Eisenfolie.

Abbildung 42 zeigt CT-Ergebnisse zur Verteilung und Fragmentierung von Eisenzusätzen durch FSP unter Variation der Zusatzstoffgeometrie. Pulver bildet selbst nach vier Überfahrten Schlieren. Vor allem durch die Ansicht von oben, erkennbar in Abbildung 42 (b), wird deutlich, dass keineswegs eine homogene Verteilung erreicht werden konnte. Eisendraht wird lediglich in  $< 1 \text{ mm}$  große Stücke zerteilt, aber auch hier sind keine Anzeichen für eine homogene Verteilung oder gar Auflösung zu erkennen. Eisenfolie hingegen verschwindet auf dem CT-Scan komplett und war auch auf keinem der Schlibbilder mehr zu sehen<sup>28</sup>, weshalb folglich eine Zerteilung in Partikel  $< 5 \mu\text{m}$ <sup>29</sup> erfolgt sein muss. Dass hierbei nicht etwa die Folie vergessen wurde einzulegen, oder ein Probenvertauschen mit der Referenz vorlag, zeigen die Ergebnisse der REM-EDX-Untersuchung in Abbildung 43 sowie der magnetischen Untersuchungen in Abbildung 45. Aufgrund der geringen Korngröße könnte der hohe Anteil an gestörtem Gefüge auch ähnlich zum Kupfer schlecht lösliche Atome in Form von Ausscheidungen aufnehmen. Abbildung 43 zeigt allerdings, dass sich die Elementverteilung von Eisen nicht mit den Korngrenzen decken, sondern dass schlicht mehr von den typischen Eisenpartikeln in der Größenordnung weniger  $\mu\text{m}$  vorhanden sind.

<sup>28</sup>Selber Effekt auch für Proben der Naht 2\_5.

<sup>29</sup>Dies folgt aufgrund der Voxelgröße des CT-Scans.

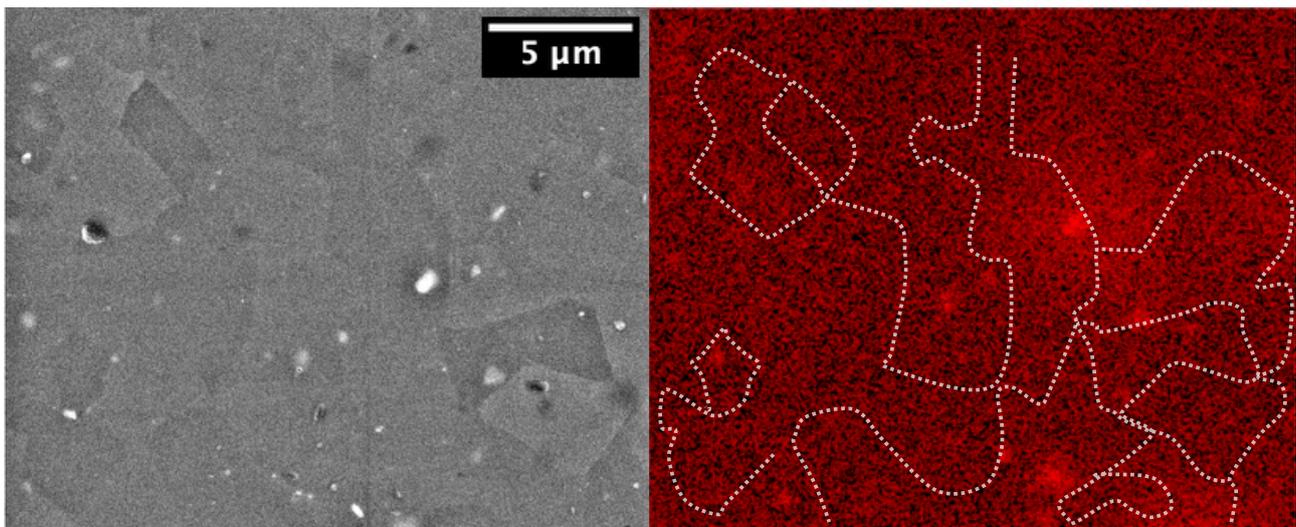


Abbildung 43: SE-REM-Aufnahme und REM-EDX-Elementverteilungsbild von Eisen einer Probe der Naht 2\_5. Durch lange Politur mit  $\text{SiO}_2$ -Nanopartikeln können durch Erhöhung des Kontrasts Korngrenzen aufgrund leicht unterschiedlichen Polierabtrags sichtbar gemacht werden. Diese wurden nachgezeichnet und leicht transparent auf das Elementverteilungsbild übertragen, um die Hypothese einer erhöhten Eisenpartikelkonzentration auf Korngrenzen zu überprüfen.

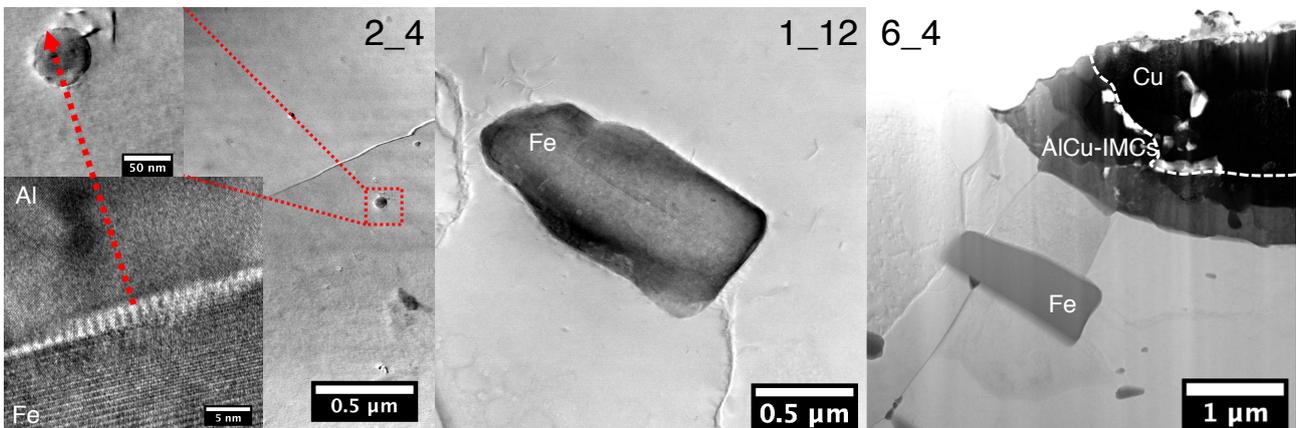


Abbildung 44: BF-STEM-Aufnahmen von Eisenpartikeln in Proben der Nähte 2\_4, 1\_12 und 6\_4. Für unterschiedlichste Prozessparametersätze ist keine Interdiffusionszone zwischen Aluminium und Eisen zu erkennen, während beispielsweise in der Probe der Naht 6\_4 deutliche Interdiffusion zwischen Aluminium und Kupfer stattgefunden hat.

Erstaunlich ist das komplette Fehlen einer Interdiffusionszone am Rand von Eisenpartikeln, die, wie in Abbildung 44 gezeigt, oft aber nicht immer eine rechteckige Form und ca.  $2 \mu\text{m}$  Länge aufweisen. Selbst die atomare Gitterabbildung zeigt eine klare Kante zwischen den Phasen der Metalle, während am Rand von Kupferpartikeln prozessiert mit denselben Prozessparametern bereits starke Interdiffusion stattfindet. Ein Grund könnte die deutlich höhere Aktivierungsenergie für die Interdiffusion von

Aluminium und Eisen von 2.0 – 2.3 eV [114] sein. Trotzdem wäre zumindest die Bildung einer dünnen, intermetallischen Phase zu erwarten.

Insgesamt fällt auf, dass eine für Superparamagnetismus nötige Fragmentierung der Eisenpartikel in Cluster mit einem Durchmesser von  $< 10 \text{ nm}$  für den Großteil des Zusatzstoffes nicht gelang. Dennoch sind auf den TEM-Aufnahmen (vgl. Abbildung 44) Partikel auf Nanometerskala zu erkennen, weshalb mit magnetischen Messungen fortgefahren wurde.

Interessante Ergebnisse konnten mit einer in der Metallphysik wenig gängigen Methode für Proben mit integrierten Eisenzusätzen gewonnen werden. Ein SQUID-Magnetometer ermöglicht die Messung der Magnetisierung einer Probe in einem externen Feld mit extrem hoher Präzision. Speziell eine geringe Remanenzmagnetisierung beim Nullfeld-Durchgang könnte hier Hinweise auf superparamagnetisches Verhalten geben.

Im Rahmen der Modellierung des Materials als paramagnetisches System wurde die Langevin-Funktion an Messdaten für Proben aus dem Grundmaterial, einer Referenznaht, einer Naht mit Folienzusatz und einer Naht mit Pulverzusatz in Abbildung 45 angefitet. Durch den Vergleich der Fitparameter der Langevin-Funktion kann, nach dem Abzug eines linearen Beitrags verursacht durch das externe Feld, der Parameter  $\mu^{30}$  und die Sättigungsmagnetisierung  $M_S$  bestimmt werden. Dieses einfache Modell geht schlicht von einer Boltzmann-Verteilung für die Ausrichtung der paramagnetischer Dipole aufgrund der Temperatur aus. Der hier verwendete Ausdruck lautet:

$$M(H) = M_S \cdot \left[ \coth\left(\frac{\mu H}{k_B T}\right) - \frac{k_B T}{\mu H} \right] \quad (9)$$

Wie durch die Messdaten erkennbar wird, ist die Modellierung als paramagnetisches System wegen der extrem geringen Remanenz sowie Koerzitivfeldstärke gerechtfertigt, die vermutlich aufgrund der kleinen Ausdehnung der Eisenpartikel und des damit verbundenen kleinen Dipolmoments zu Stande kommt. In Tabelle 7 sind die Fitparameter und daraus abgeleitete, weitere Größen aufgeführt.

---

<sup>30</sup>Magnetisches Moment eines Dipols.

---

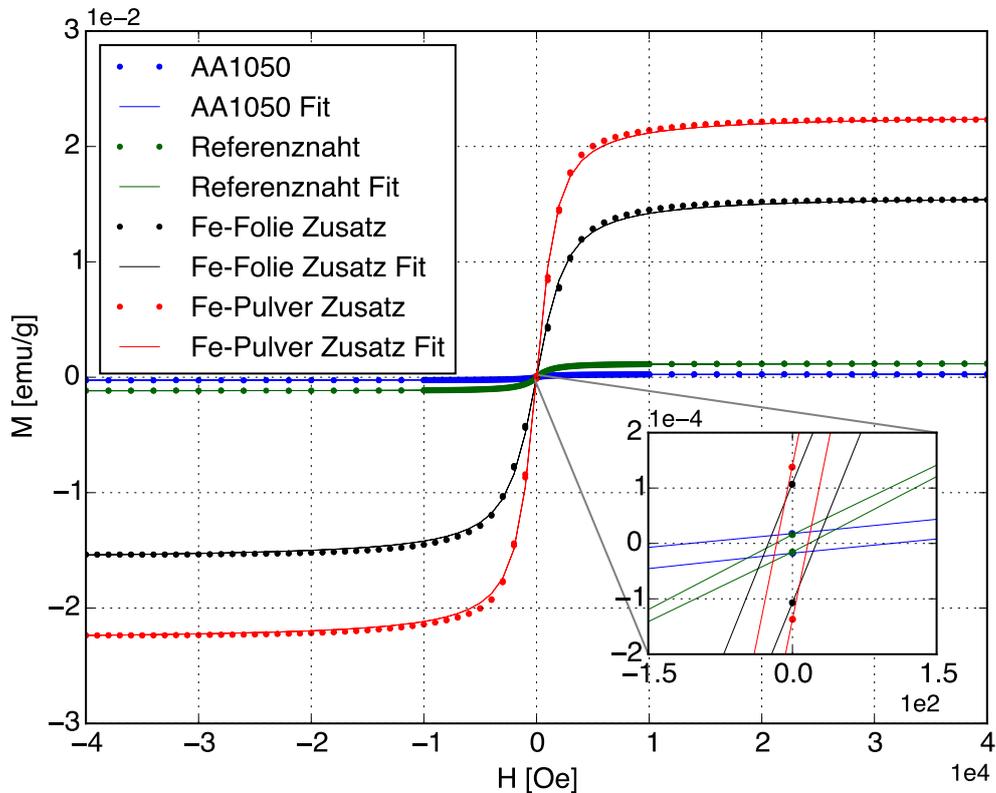


Abbildung 45: Magnetische Hysteresekurven gemessen durch ein SQUID-Magnetometer für un bearbeitetes AN EW-1050 und Proben der Nähte 2\_3 (Fe-Pulver), 2\_4 (Fe-Folie) und 2\_4R (Referenzprobe ohne Fe-Zusatz). Alle Messdaten wurden mit einer Funktion zur Beschreibung von Langevin'schem Paramagnetismus gefittet. Das Inset zeigt darüber hinaus den Bereich um den Ursprung zur Veranschaulichung der geringen Remanenz.

Naht	$\mu [J/T]$	Theor. sphärischer Clusterradius [nm]	$M_S [emu/g]$	$M_S (REM) [emu/g]$
2_3	$5.86e-20$	2	$2.3e-2$	$3.1e-2$
2_4	$4.07e-20$	1.8	$1.6e-2$	$1.1e-2$

Tabelle 7: Magnetische Kennwerte für Proben der Nähte 2\_3 und 2\_4 sowie die errechnete, theoretische Clustergröße für eine kugelförmige Ansammlung an Eisenspins mit gleichem magnetischen Gesamtmoment und Vergleich zwischen der gemessenen Sättigungsmagnetisierung und einer abgeschätzten über die Partikelmenge in REM-Aufnahmen.

Man würde erwarten, dass sich beim maximal angelegten, externen Feld von 4 T alle Eisenspins ausrichten und somit die Sättigungsmagnetisierung als Summe aller in der Probe befindlichen Spins angesehen werden kann. Speziell bei der Pulverprobe müsste, aufgrund der hohen Zahl an im CT

sichtbaren, groben Eisenpartikeln, ein Großteil der Sättigungsmagnetisierung im Nullfeld als Remanenz erhalten bleiben.

Während durch die Sättigungsmagnetisierung recht treffend der Gesamteisengehalt abgeschätzt werden kann, sagt die Größe des magnetischen Moments  $\mu$  sehr kleine (durchschnittliche) Clusterradien voraus. Durch TEM konnte eine solch hohe Zahl an kleinen Eisenpartikeln bislang nicht bestätigt werden. Zudem wäre eine Störung der ferromagnetischen Eigenschaften durch starke Verformung der größeren Eisenpartikel während FSP denkbar. In Abbildung 44 ist beispielhaft der Rand eines Eisenpartikels mit atomarer Auflösung gezeigt. Es lassen sich auf dieser Aufnahme keine Hinweise für Verformung erkennen. Zudem müsste eine wesentlich feinere Fragmentierung erreicht werden, wenn durch FSP Kodelformation beider Elemente auftritt. Es liegt daher nahe, dass eher ein Mittransport der Zusatzpartikel im deformierten Aluminium stattfindet und damit eine Störung der ferromagnetischen Interaktion durch Deformation unwahrscheinlich ist.

Eine definitive Bestätigung der Hypothese zu superparamagnetischem Verhalten durch fein verteilte Eisenpartikel muss durch den Vergleich von Feld- und Nullfeldkühlungsexperimenten erfolgen. So würde ab einer Ordnungstemperatur (engl. *blocking temperature*) eine messbare Erhöhung der Remanenz auftreten. Um technische Relevanz zu ermöglichen, müsste der Eisengehalt allerdings vorher noch deutlich gesteigert werden.

## 9.4 Al-C

Schließlich wurde die Integration von Ni-beschichteten Kohlenstoffkurzfasern durch FSP und ARB in AN EW-1050 untersucht. Der Ansatz war es, dass durch einen genügend hohen Faseranteil die Festigkeit bei hoher Wärmeleitfähigkeit gesteigert werden kann und so eine Anwendung des Materials für Kühlkörper denkbar ist. Da die Anbindung meist ein kritischer Faktor bei der Erzeugung solcher Metallmatrixverbundstoffe ist, wurde hierauf ein besonderes Augenmerk gelegt.

### 9.4.1 Integration von Kohlenstoffkurzfasern durch FSP

Für diesen Versuch wurde ausnahmsweise auf eine Pin geometrie ohne Gewinde, getestet in Vorversuchen zur Materialverteilung, gewechselt, um ein Verhaken der Fasern am Gewinde des häufiger eingesetzten Pins zu verhindern. Eine Verteilung der Fasern ist damit durch FSP dennoch möglich, ohne dass es zu Agglomeration kommt, obwohl Faserbündel von ca. 2 mm Durchmesser in der Nut den Ausgangszustand bilden. Allerdings scheint es zu einer statistischen Richtungsverteilung mit Vorzugsrichtung durch die Drehung des Pins zu kommen, welche auch zum Abbrechen einiger Fasern führt. Eine ausreichende Homogenität der Verteilung in der Rührzone konnte erzielt werden, allerdings ist der Faseranteil zu gering, um eine signifikante Steigerung der Festigkeit oder Wärme-

---

leitfähigkeit zu erreichen. Bei einer Erhöhung des Faseranteils durch das Auffüllen einer größeren Nut sollte ein Anhaften und Umwickeln des Pins durch die Fasern vermieden werden. In bestehender Literatur wird hiervor vielfach gewarnt. Dennoch erscheint die Anhaftung, welche durch FSP erzeugt werden konnte, vielversprechend, da wie in Abbildung 46 sogar ohne die Haftvermittlerschicht aus Nickel optisch keine Fehlstellen sichtbar sind.

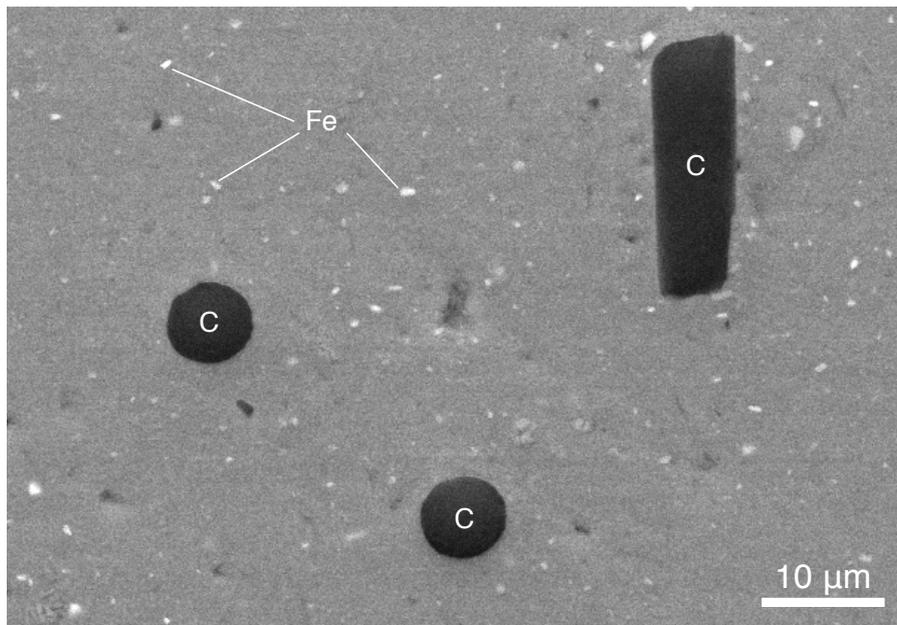


Abbildung 46: REM-Aufnahme einer Probe der Naht 2. Kohlenstofffasern wurden durch FSP teilweise gedreht, sodass durch die Präparation eine längsgeschnittene Faser im Bild rechteckig erscheint. Die Grenzfläche von Kohlenstoff und Aluminium erscheint ohne Fehlstellen angebunden, wobei Nickel als Haftvermittler durch FSP abgetrennt und entfernt wurde.

#### 9.4.2 Integration von Kohlenstoffkurzfasern durch ARB

Analog zu den Untersuchungen am Al-Cu-System wurde außerdem durch Röntgen-CT-Analyse, Licht-, Elektronen- und Ultraschallmikroskopie die Faserverteilung nach der Integration von Kohlenstofffasern durch ARB charakterisiert [105] und im REM auch die Anbindung an die Matrix untersucht. Eine Zugprüfung von parallelen Streifen präpariert aus gewalzten Proben zeigte einen geringen aber messbaren Einfluss der Kurzfasern auf die Festigkeit des Werkstücks im Vergleich zu Referenzstreifen ohne Fasern. Anders als bei der Integration durch FSP kam es durch ARB allerdings zu Agglomeration und teilweise wahrscheinlich dadurch bedingter Delamination, was in Abbildung 47 (a) dargestellt ist. Abbildung 47 (b) zeigt, dass hierbei die Anbindung ebenfalls solide erscheint, aber vornehmlich über Nickel als Haftvermittler entsteht. Eine Drehung der Faserrichtung ist, auch durch das andere, lineare Integrationsverfahren, nicht aufgetreten.

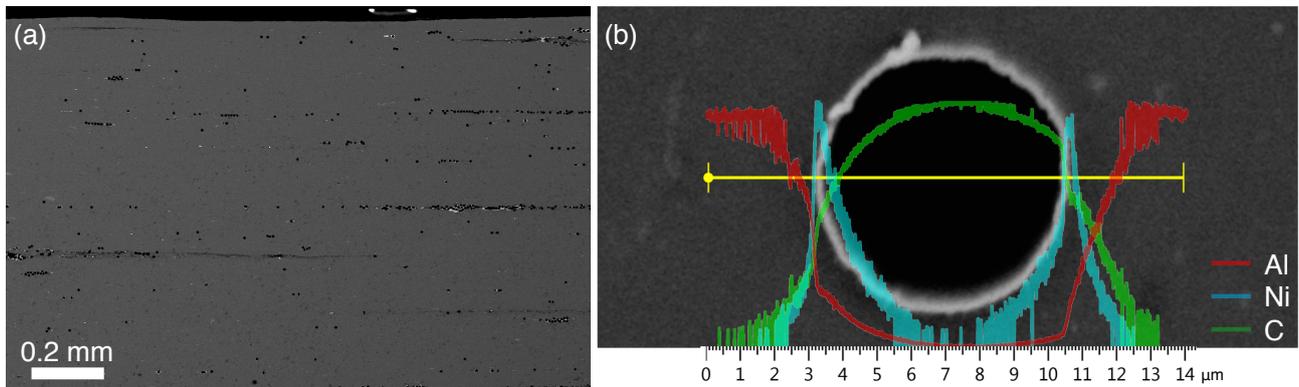


Abbildung 47: REM-Ergebnisse einer Probe nach sechs ARB-Durchläufen eines Stapels aus zwei AN EW-1050 Platten mit Ni-beschichteten Kohlenstoffkurzfasern mit Ausrichtung gegen die Walzrichtung. (a) Eine REM-Aufnahme mit Sichtrichtung in Faserrichtung, auf der zu sehen ist, dass die Kohlenstofffasern durch ARB nicht in ihrer Ausrichtung verändert wurden, aber teilweise Delamination und Agglomeration von Fasern stattfand. (b) EDX-Linienprofil in normalisierten Counts über einen integrierten Faserquerschnitt.

## 10 Zusammenfassung & Diskussion

In diesem Kapitel sollen die erlangten Erkenntnisse zusammengefasst, kritisch diskutiert und untereinander sowie mit Literaturdaten verglichen werden. Die Unterkapitel 10.1 und 10.2 beziehen sich hauptsächlich auf das Al-Cu-System als Fokuspunkt der Arbeit, stellen aber auch einige Vergleiche zu den anderen untersuchten Systemen an. In Kapitel 10.3 wird anschließend nochmals genauer die Übertragbarkeit der Ergebnisse auf andere Systeme beschrieben.

### 10.1 Prozesstechnik

Aus prozesstechnischer Sicht konnte in diesem Forschungsvorhaben vieles über FSP zur Integration von Zusatzstoffen gelernt werden. Sicherlich war die Prozesstemperatur als indirekt einstellbarer Parameter der wichtigste Einfluss auf das Ergebnis, da so erstmals die Temperatur durch die Erhöhung der Drehzahl bis an die Grenzen schlechter Nahtqualität erhöht werden konnte, bis eine Fragmentierung von Kupferpartikeln unterstützt durch Interdiffusion begann. Bei gleicher Drehzahl die Vorschubgeschwindigkeit soweit zu reduzieren, bis die nötige Prozesstemperatur erreicht wird, hätte zwar den Vorteil gesteigerte Reaktionszeiten für eine Phasenbildung zuzulassen, andererseits nimmt die Temperatur durch diesen Einflussfaktor nicht im selben Maße zu (vgl. *Pseudo Heat Index* in Abschnitt 4.2.2) und die zeitliche Effizienz des Prozesses leidet natürlich. Dennoch ist die Methode der Vorschubvariation über mehrere Überfahrten, welche an [35] angelehnt war, durchaus effektiv gewesen. Die zur Verfügung stehende Temperaturmessmethode durch Thermoelemente neben der Naht gab wichtige Tendenzen für die Reaktionskinetik im Al-Cu- und zur Abhängigkeitsprüfung im Al-Zr-System wieder, war aber vielfach auch fehlerbehaftet und aufgrund der Distanz zur Rührzone nicht aussagekräftig genug, weshalb auf eine thermische Simulation zurückgegriffen wurde.

Die Ergebnisse zeigen, dass vor allem die Pingeometrie der entscheidender Faktor für den Materialfluss und damit für die Verteilung von Zusatzelementen ist. Die interessante Hypothese eines erhöhten Scherkraftgradienten für Geometrien mit einem kleineren, beeinflussten Bereich konnte bislang nicht bestätigt werden, obwohl sie aufgrund der Literaturmeinung, bei der von einem Volumen nahe der Oberfläche, das stark extrudiert wird und damit hohen Scherkräften unterliegt, ausgegangen wird, nahe liegt [115]. Auch weil eine freie Variation der Pingeometrie stets mit hohen Kosten verbunden ist, waren große Versuchsreihen hier schwer zu realisieren. Dennoch zeigte sich die intuitiv einleuchtende Tendenz, dass ein Pin mit Gewinde (und Abflachungen) aufgrund seines erhöhten Potentials für eine Materialverschiebung im Vergleich zu einem Pin ohne Gewinde zu einer homogeneren Verteilung feinen Kupferpulvers führt. Dies entspricht der Resultaten in der Literatur zur Herstellung von Metallmatrixkompositen durch FSP [116, 117].

---

## 10.2 Metallphysikalische Phänomene

### 10.2.1 Intermetallische Phasenbildung an Grenzflächen

Einer der Schwerpunkte dieser Arbeit war die Untersuchung der intermetallischen Phasenbildung zwischen Aluminium und Kupfer während FSP. Nach allen Experimenten war stets ein klarer Schichtaufbau aus drei intermetallischen Phasen zu erkennen, die mittels SAD und TEM-EDX als  $Al_2Cu$ ,  $AlCu$  und  $Al_4Cu_9$  identifiziert wurden [118–122]. Ein ähnlicher Schichtaufbau kommt auch bei anderen Untersuchungen zur Integration von Kupfer durch FSP in der Literatur vor [72, 123], wobei einige Autoren sogar dieselben Phasen identifizierten [41, 49]. Während der auf die Produktion der Proben folgenden Wärmebehandlung entstanden und wuchsen sowohl für Proben aus FSP-Nähten, als auch Proben aus ARB-Laminaten dieselben Phasen. Auch dies wurde bereits in anderen, relevanten Untersuchungen in der Literatur bestätigt [12]. Dabei wurde auch auf die Bildungsreihenfolge der Phasen aufgrund des Betrags der Bildungsenthalpie sowie der zur Bildung nötigen Stöchiometrie ermöglicht durch Zudiffusion eingegangen, woraus folgt, dass experimentelle Ergebnisse [66] zur Reihenfolge  $Al_2Cu \rightarrow Al_4Cu_9 \rightarrow AlCu$  bestätigt werden können. Das vermehrte Vorkommen der  $Al_4Cu_9$ -Phase im Grenzbereich, entstanden beim MPW auch neben elementarem Kupfer oder Aluminium [53], kann aufgrund des temporären Aufschmelzens und der anderen extremen Bedingungen beim Aufprall, wie hohem Druck, nicht analog zu dieser Abfolge erklärt werden.

Für alle anderen Elemente konnte keine Phasenbildung durch FSP festgestellt werden. Eine Passivierung durch Oxidation vor der Integration als Grund für die Inhibition der Interdiffusion ist grundsätzlich möglich, da Kupfer allerdings auch stark zur Oxidation neigt und dort dennoch deutliche Phasenbildung stattfindet, wird dieses Argument entkräftet. Auch werden Oxidschichten durch FSP üblicherweise effektiv aufgelöst, was gerade das Funktionsprinzip für FSW darstellt. Als zweiter möglicher Grund wäre denkbar, dass die Prozesstemperaturen für eine Keimbildung nicht ausreichen, da die Oberflächenenergie aufgrund der Fehlpassung der Kristallstrukturen zu hoch ist.

Literaturwerte für Phasenbildung an Al-Zr-Grenzflächen durch FSP oder ähnliche Prozesse konnten nicht gefunden werden, allerdings bildet sich in klassischen Diffusionspaaren bei hohen Temperaturen nahe des Schmelzpunkts von Aluminium die zur Al-Matrix kohärente  $Al_3Zr$ -Phase [124]. IM-Cs aus Aluminium und Eisen wiederum wurden bereits durch FSP erzeugt, wobei teilweise kaum messbare, dünne Schichten entstanden [81] und in anderen Versuchen vor dem Prozess Aluminium- und Eisenpulver versintert und anschließend prozessiert wurden [37, 38]. Hiernach allerdings sind nach FSP mit ähnlichen Parametern ( $n = 1500 \text{ RPM}$  und  $v = 45 \text{ mm/min}$  bzw.  $n = 1500 \text{ RPM}$  und  $v = 100 \text{ mm/min}$ ) klar unterscheidbare Phasen vorhanden, die als  $AlFe$  und  $Al_5Fe_2$  (in seltenen Fällen auch  $Al_{13}Fe_4/Al_3Fe$ ) identifiziert wurden. Warum in diesen Fällen eine Phasenbildung beobachtet werden konnte, wurde im Rahmen dieser Arbeit nicht abschließend geklärt.

---

### 10.2.2 Gestörtes Gefüge und beschleunigte Diffusion

Extreme Verformung kann durch sogenanntes „jog dragging“, das erzwungene Mitziehen von Sprüngen in Schraubenversetzungen, zu extremen Überschussleerstellenkonzentrationen von einem Vielfachen der thermischen Gleichgewichtskonzentration führen [71]. Dadurch kann vor allem in Metallen mit kubisch flächenzentrierten Gittern, aufgrund der großen Zahl nächster Nachbarn eines Atoms, der Diffusionskoeffizient stark ansteigen [71, 125]. Dies ist einerseits gerade beim FSP zu erwarten, da dort Diffusionsprozesse während ständiger, starker Umformung, also konstanter Neubildung von Überschussleerstellen, stattfinden. Andererseits bilden vor allem Versetzungen und Korngrenzen Leerstellensenken, da diese dort ausheilen. Dies ist ein möglicher Grund, warum bei der Berechnung der Phasenbreite durch numerische Integration über das Temperaturprofil beim FSP mit der Benutzung der Parameter  $D_0$  und  $Q$  aus Ofenexperimenten nach dem FSP nur etwas größere Schichtdicken resultieren, als mittels Literaturwerten für unverformte Proben berechnet wurden. Aufgrund der vielen, experimentellen Hinweise zum Abbrechen von Phasenteilen während des Prozesses, wurde diesem Mechanismus aufgrund des Zusammenspiels aus thermischer Diffusion und mechanischem Abtrag die wesentliche Rolle für die Auflösung von Kupferzusätzen zugesprochen. Dieses Modell wird im nächsten Abschnitt noch genauer diskutiert.

Die Referenzexperimente mit Proben aus ARB-Laminaten zeigten eine geringe, aber klar messbare Beschleunigung der Phasenbildung zum Anfang einer Wärmebehandlung, da durch ARB zuvor nahe 100% Umformung stattfand. Der Effekt war nach Minuten nicht mehr messbar, weil gerade bei der erhöhten Temperatur der Wärmebehandlung die eingebrachten Überschussleerstellen schnell ausheilen. Anders als beim FSP wurde beim ARB die Verformung allerdings in beide Metalle eingebracht, wodurch die Diffusion auch in beide Richtungen beschleunigt wird.

Beim FSP wird allerdings vornehmlich die Aluminiummatrix verformt, während Kupferpartikel mit der härteren IMC-Schale vor allem mittransportiert werden. Dass dadurch die Bewegung der Atome während FSP vorzugsweise in Richtung der Ausdiffusion von Kupfer beschleunigt wird, zeigt das Auftreten von Kirkendall-Löchern auf der Kupferseite und der kupferzugewandten Seite der ersten intermetallischen Phase und zudem auch die Form der IMC-Körner. Dies wurde auch für ähnliche Experimente bereits beobachtet [49, 72]. Der Effekt wird zudem von der Tatsache unterstützt, dass der atomare Radius von Kupfer kleiner als der von Aluminium ist und so das Mobilitätsverhältnis weiter steigt [72].

Auch in durch ARB hergestellten Proben wird zum Teil behauptet, Kirkendall-Löcher beobachten zu können [13], da Aluminiumschichten (hier ebenfalls AN EW-1050) dort aufgrund ihrer geringeren Fließspannung im Vergleich zu Kupfer stärker verformt werden. Allerdings fällt dieser Effekt deutlich weniger ins Gewicht.

---

### 10.2.3 Auflösungsmechanismen und Verstärkung durch Kupferzusätze

Die breite Streuung der intermetallischen Phasenbreiten an Partikelgrenzflächen in Proben mit höheren, gelösten Kupfergehalten, die REM-Ergebnisse zu Kirkendall-Löchern sowie Rissen in der IMC-Schicht und die REM-Aufnahmen von abgebrochenen Phasenteilen legten nahe, dass ein mechanischer Abtrag durch Scherkräfte beim FSP auf die thermisch aktivierte Phasenbildung folgt und als Hauptauflösungsmechanismus in Frage kommt. Auch dass an vielen untersuchten Stellen kein gleichmäßiges Dreiphasensystem sichtbar war, spricht für diese Hypothese. Nach einem Abbruch von Phasenteilen geht eine komplette, thermische Auflösung von kleinen IMC-Teilen sehr schnell von statten, da die IMC-Partikel in der umgebenden Aluminiummatrix thermodynamisch nicht stabil sind und Diffusionswege für Kupferatome in alle drei Raumdimensionen frei werden.

Zur Modellierung dieses Abbruchprozesses wurden verschiedene Versuche unternommen. Die Berechnung von Scherkräften durch die Beschreibung des plastifizierten Aluminiums als hochviskose Flüssigkeit konnte in FE-Simulationen nicht zur Konvergenz gebracht werden, da ein gekoppeltes System aus Abhängigkeiten der Viskosität, Temperatur, Fließspannung und Geschwindigkeit zu große Nichtlinearitäten aufwies. Darüber hinaus war eine Einzelberechnung der Phasenbildungsprozesse für jeden Partikel, also ein inkrementeller Zuwachs mit mehreren möglichen Abbrucherreignissen, ebenso wenig erfolgreich und wesentlich zeitaufwendiger, als das schlussendlich gewählte Modell einer Beschreibung der Phasenbreitenverteilungsentwicklung mittels linearer Reduzierung abhängig von den Prozessparametern. Die Einzelberechnung sowie der verwendete Ansatz basieren beide auf der numerischen Integration des Diffusionskoeffizienten zur Berechnung der Phasenbreite über ein Temperaturprofil, das sich auch für andere Experimente zur Untersuchung des IMC-Wachstums durch Resistometrie unter Temperatureinfluss als verlässlich herausstellte [126].

Obwohl die Vorhersagekraft des Modells zur Auflösung durch Abbrechen von Phasenteilen noch begrenzt ist, werden gemessene Tendenzen korrekt wiedergegeben. Eine Einzelbetrachtung der Phasenwachstumskoeffizienten der IMCs und genauere Daten zu erreichen, gelösten Gehalten könnten die Aussagekraft des Modells aber sicherlich noch signifikant steigern.

Ein Vergleich dieser Überlegungen zu anderen Arbeiten fiel hierbei schwer, da ähnliche Ansätze bislang nicht etabliert sind und wahrscheinlich auch, weil Experimente zur Fragmentierung durch solche Umformprozesse meist nur auf das Ergebnis, nicht aber den Weg dorthin eingehen [35]. Lediglich für Auflösungsprozesse während HPT existieren Modelle, die aber stets von einer nötigen Kodefomation, also einer starken Verformung beider Komponenten als Voraussetzung, ausgehen [21, 22].

Die signifikante Härtesteigerung, die durch gelöste Kupferzusätze erreicht werden kann, macht den Effekt interessant für praxisnähere Untersuchungen. Eine endgültige Klärung der genauen Ursachen konnte noch nicht gefunden werden [95, 109]. Abschätzungen zeigen [95], dass die gelösten Gehalte durch reine Mischkristallhärtung nicht allein für den Effekt verantwortlich sein können. Auf der ande-

---

ren Seite konnte experimentell die Erzeugung von härtender  $\Theta'$ -Phase oder GP-Zonen in signifikanter Konzentration durch FSP mittels TEM noch nicht zweifelsfrei bestätigt werden, obwohl dies in der Literatur bereits beschrieben wird [35]. Dass im Rahmen eines sekundären Effekts beispielsweise die Kornstruktur oder die Versetzungsdichte durch das gelöste Kupfer beeinflusst und so der Härteanstieg erklärbar wird, kann durch EBSD-Messungen ausgeschlossen werden. Ein Zusammenspiel aus Mischkristallhärtung und eventuelle Beiträge durch die übrigen, fein verteilten IMC-Schichtteile gelten als wahrscheinlichste Ursache.

Eine weitere Härtung durch Wärmebehandlung ist bislang nicht gelungen, da beide erwähnten Härtungsmechanismen dadurch reduziert werden. Zwar sind einige  $\Theta'$ -Platten durch TEM nachweisbar, vornehmlich findet aber stattdessen eine Erholung der eingebrachten Kristalldefekte statt. Hierbei gehen die Ergebnisse im Vergleich zu Literaturwerten wiederum auseinander, da dort das Verhältnis aus  $\Theta'$ - zu  $\Theta$ -Phase wesentlich größer ausfällt und dadurch auch eine weitere Härtesteigerung sowohl durch natürliche, als auch durch künstliche Alterung erzielt werden kann [35].

#### 10.2.4 Verständnis und Einflussnahme auf Grobkornbildung in AN EW-2195-Nähten

Zirconiumzusätze sind im verwendeten EN AW-2195-Grundmaterial nicht löslich. Für effektives Pinning von Großwinkelkorngrenzen sind deshalb nur fein verteilte  $Al_3Zr$ -Ausscheidungen in hoher Konzentration geeignet [39]. Um diesen Zustand zu erreichen, müssen elementare Zirconiumpartikel demnach entweder stark zerkleinert und dann zur gewünschten Phase reagiert oder aufgelöst und erneut ausgeschieden werden. Beides tritt aufgrund der geringen Löslichkeit und nicht auftretender Korndeformation der härteren Zusatzstoffpartikel nicht ein. Erschwerend kommt hinzu, dass einerseits pinnende Sekundärphasenpartikel in der Homogenität ihrer räumlichen Verteilung und Konzentration durch FSP negativ beeinflusst werden [39, 77] und andererseits die eingebrachten Partikel als zusätzliche Rekristallisationskeime fungieren und damit das Gegenteil des erwünschten Effekts bewirken können [94]. Dies sind mögliche Gründe für die unzureichende Wirksamkeit der Zirconiumzusätze während dieser Arbeit. Als Unterschied zu den erfolgversprechenden Ergebnissen früherer Untersuchungen [1] fällt auf, dass dabei dünnere Bleche und ein leicht anderer Pin zur Herstellung der FSW-Nähte verwendet wurden. Die Prozesstemperatur und auch der Materialfluss während der Umformung werden dadurch beeinflusst und damit womöglich das Zirconium effektiver zerkleinert. Für weitere Studien sollte das experimentelle Setup noch genauer reproduziert werden.

Zudem wird auch immer wieder die Prozesstemperatur als entscheidender Faktor für die Anfälligkeit von FSW-Nähten für Grobkornbildung genannt [1, 39], da diese sich wiederum auf die erwähnte Konfiguration der Ausscheidungen und die Korngröße nach dem Prozess auswirkt. Da allerdings kein Zusammenhang zu den gemessenen Prozesstemperaturen in dieser Arbeit beobachtet wurde, muss in Erwägung gezogen werden, dass ein geeignetes Temperaturfenster nicht untersucht wurde.

---

Wertvolle Ergebnisse bleiben die Erkenntnisse zu den Charakteristika des Rekristallisationsprozesses an sich, der einem normalen Kornwachstum mit kritischem und homogenem Verformungsgrad eher entspricht, als dem vielfach postulierten, abnormalen Kornwachstum. Entscheidende Beiträge als Triebfeder der Keimbildung und des Fortschritts der Rekristallisationsfront dürften der Abbau von Korngrenz- zusammen mit Verzerrungsenergie durch Versetzungen sein, da in den beobachteten Fällen eine Keimbildung nur im Bereich der kleinsten Körner der Rührzone oder in zusätzlich verformten Bereichen stattfand und diese nur fortschritt wenn auch weitere Verformung abzubauen war.

---

## 10.3 Übertragbarkeit der Ergebnisse

### 10.3.1 Vergleich mit anderen Materialsystemen

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die Validierung der Übertragbarkeit der Ergebnisse zum Auflösungs- und Fragmentierungsverhalten von Kupfer durch FSP auf andere Zusatzstoffe nur über Literaturwerte erfolgen kann, da in eigenen Experimenten nie Phasenbildung an Al-Fe- oder Al-Zr-Grenzflächen erfolgte<sup>31</sup>. Für Versuche der Autoren Khorrani *et al.* [37] und Lee *et al.* [38] wurden Temperaturverläufe mit analogem Vorgehen wie bei den eigenen Versuchen mittels FE-Simulationen berechnet, wobei die jeweils in den Arbeiten verwendeten Prozessparameter einbezogen und anschließend mit Daten für den Interdiffusionskoeffizienten von  $Q = 2.15 \text{ eV}$  und  $D_0 = 5 \text{ m}^2/\text{s}$  [114] das Schichtdickenwachstum während FSP abgeschätzt wurden. Abbildung 48 zeigt, dass die experimentellen Phasenbreiten von ca.  $980 \text{ nm}$  für eine Überfahrt (Khorrani) und  $2100 \text{ nm}$  für zwei Überfahrten (Lee) in guter Näherung mit den berechneten Ergebnissen übereinstimmen.

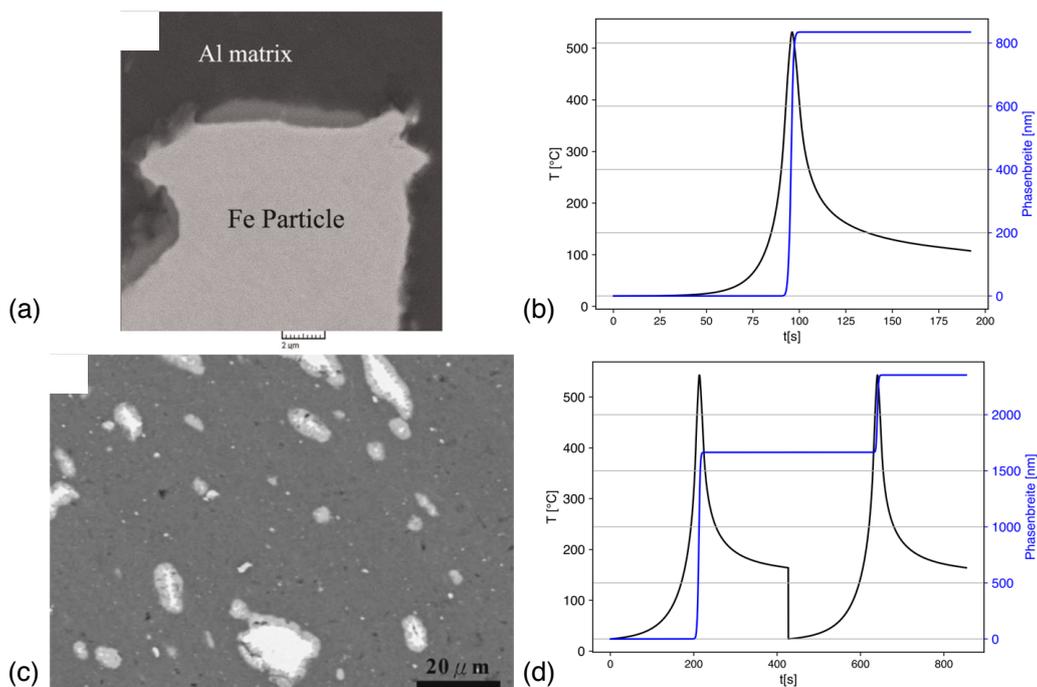


Abbildung 48: Vergleich von experimentellen Literaturwerten (a) / (c) [37, 38] für IMC-Phasenbreiten an durch FSP integrierten Eisenpartikeln mit berechneten Werten (b) / (d) für FE-simulierte Temperaturprofile und eine numerische Integration des Diffusionskoeffizienten.

Ein entscheidender Unterschied der experimentellen Ansätze dieser Autoren ist der Ausgangspunkt vor dem FSP. Beide verwenden gesinterte Blöcke aus Aluminium und Eisenpulver, welche dann prozessiert werden. Dieser Faktor könnte hierbei entscheidend für eine Aktivierung der Interdiffusion

<sup>31</sup>Die Gründe hierfür wurden in Kapitel 10.2.1 diskutiert.

sein. Zudem ist interessant, dass in [38] auch für Eisen, also einem im Vergleich zu Aluminium wesentlich härteren Integrationspartner, Hinweise auf ein Aufbrechen der IMC-Schichten als dominanter Auflösungsprozess vorliegen. Dies macht plausibel, dass die Ergebnisse dieser Arbeit zur Vorhersage der Prozesstemperatur, dem IMC-Wachstum und der Auflösung hohe Relevanz auch für andere Systeme haben und eine weitere Anwendung der Methodik erfolgsversprechend, auch für Weich-Hart-Systeme neben dem klassischen Modellsystem Al-Cu, erscheint.

### **10.3.2 Industrielle Nutzbarkeit**

Für die praktische Relevanz der Untersuchungen gilt für alle vier untersuchten Systeme, dass der Gehalt an (wirksamem) Zusatzstoff noch stark gesteigert werden muss. Direkte, industrielle Verwertbarkeit haben unter diesem Gesichtspunkt deshalb eigentlich nur die Ergebnisse zur Grobkornbildung in FSW-Nähten in Al-Cu-Li-Legierungen, aus denen Tendenzen zur möglichen Vermeidung der Grobkornbildung abgeleitet werden können. Die Ergebnisse sind somit als experimenteller und modellbezogener Unterbau für nachfolgende Untersuchungen zu sehen, die anhand von konkreten Prozessparameterfenstern und solidem, materialphysikalischem Verständnis dem Konzept zu technischer Einsatzfähigkeit verhelfen können. Abschließend betrachtet bietet es vielfältigste Einsatzmöglichkeiten und wird sicherlich noch einige Zeit Gegenstand reger Forschung sein.

---

## 11 Ausblick

### 11.1 Ansätze zur technischen Weiterführung

Der Grundidee zum mechanischen Legieren von Aluminium durch FSP folgend, wurde das ursprüngliche Ziel einer tatsächlichen Auflösung nur für die Auflegierung von Aluminium durch Kupfer erreicht. Nach der Schaffung grundlegenden Verständnisses zu Auflösungsprozessen muss nun zu allererst, wie im vorherigen Kapitel erwähnt, der gelöste Gehalt gesteigert werden. Größere Nutdimensionen und die Verwendung von noch feinerem Pulver mit größerer Oberfläche, aber auch eine Einflussnahme durch Vormischen von Aluminium und Kupferpulver [41] oder eine zwischengeschobene Wärmebehandlung zur Anregung von Interdiffusion zwischen FSP-Überfahrten sind aus Sicht des Autors die erfolversprechendsten Ansätze, um dieses erklärte Ziel zu erreichen.

Aus praxisnaher Sicht sind sicherlich Studien zur Verstärkung von Flächen (also direktes Einrühren von Zusätzen in die Oberfläche) oder (vereinfachten) Bauteilen interessant, da FSP natürlich grundsätzlich auch, ermöglicht durch Mehrachsroboterarme, auf nicht ebenen Oberflächen angewendet werden kann. Dazu fehlen allerdings auch noch Konzepte der Integration ohne das nötige Einsperren des Pulvers in einer geschlossenen Nut (z. B. durch eine oben aufgelegte Folie). Ein erstes Vordenken zu solchen Konzepten findet auch in der Literatur bereits statt [35]. So rückt eine lokale Verstärkung von hochbelasteten aber leichten Bauteilen näher.

Noch tiefergehendes Verständnis könnte aus metallphysikalischer Sicht durch genauere Kenntnis der Prozesstemperatur mittels in-situ-Temperaturmessungen und eine Untersuchung der Anwendbarkeit der Modelle auf metallische Zusätze mit ähnlich hoher Löslichkeit in Aluminium wie z. B. Magnesium<sup>32</sup> erlangt werden.

Aus Sicht der Modellierung wäre eine Studie zur exakteren Simulation mittels eines ALE-Ansatzes (*Arbitrary-Lagrangian-Eulerian*) auf Basis der FE-Simulation extrem interessant, welcher eine Kombination der Beschreibung von Flüssigkeiten (typischerweise CFD, *computational fluid dynamics* anhand eines Euler'schen Ansatzes) und der Beschreibung von Festkörpern (typischerweise durch Standard-FE-Simulationen nach dem Lagrange-Prinzip) durch eine sich bewegende Vernetzung der Geometrie darstellt. Das Prinzip wurde bereits erfolgreich zur Beschreibung von FSW eingesetzt [127] und könnte beim Verständnis der Scherkräfte, welche für die Abbrechprozesse von IMC-Schichten verantwortlich sind, helfen. Neben dem ALE-Ansatz erscheint auch das Cellular-Automata-Verfahren gekoppelt mit FE-Simulation sinnvoll, da durch eine zellenweise Berechnung vernünftige Näherungen auch für steile Gradienten gefunden werden könnten. Auch dieser Ansatz konnte im FSW-Bereich bereits erfolgreich eingesetzt werden und Korngrößen nach dem Prozess vorhersagen [128]. Zusätz-

---

<sup>32</sup>Natürlich sollte erst gesichert sein, dass es durch die Prozesstemperaturen zu keiner Entzündung des Pulvers kommt. Eventuell wäre hier dann eine Foliengeometrie vorzuziehen.

lich kann Verständnis auch über neue Sichtweisen aus Vergleichsverfahren erwachsen. Heißwalzen und auch HPT sind dazu sehr spannend und näher am FSP als das konventionelle ARB oder MPW. Das extrem komplexe Problem der Grobkornbildung in FSW-Nähten konnte auch im Rahmen dieser Arbeit nicht hinreichend verstanden werden und bedarf sicherlich noch einiger Aufmerksamkeit. Ziel führend könnte hier die Kooperation mit Arbeitsgruppen spezialisiert auf 3D-Röntgenbeugung (meist ermöglicht durch Synchrotronstrahlung) sein, da womöglich eine 2D-Betrachtung des Keimbildungs- und Kornwachstumsprozesses nicht ausreicht. Ein weiterer interessanter Ansatz ist statt der Integration von elementarem Zr die direkte Integration von  $Al_3Zr$ -Partikeln [129]. Insgesamt wäre aber ein alleiniger Fokus auf dieses System für längere Zeit von Nöten, als während dieser Untersuchungen investiert werden konnte.

Unter den beiden Systemen Al-Fe und Al-C ist sicherlich das Eisen als relevanterer Zusatzstoff zu nennen. Die magnetische Detektierbarkeit, das Potential zur Stärkung der mechanischen Eigenschaften durch fein verteilte IMC-Teile [38] und die Anwendbarkeit der Erkenntnisse zur Integration anderer Metalle sind hier als Vorteile zu nennen. Die Produktion von MMCs mit Kohlenstofffasern hat hingegen viele Konkurrenzverfahren und wirkt deshalb nach den hier aufgeführten Ergebnissen nicht sehr durchsetzungsfähig.

## 11.2 Zukünftiger Stellenwert des mechanischen Legierens

Vor allem zur Erzeugung von lokal verstärkter Strukturleichtbauwerkstoffen stellte sich FSP in dieser Arbeit als vielversprechendes Verfahren heraus. Bedenkt man die mögliche Reichweite durch weitere Versuche mit anderen Zusätzen und Grundmaterialien, so ist mit dem Ansatz der mechanischen Legierung durch Rührreibprozesse, auch wegen der deutlich höheren Flexibilität im Vergleich zu etablierteren Verfahren wie HPT oder Kugelmahlen, definitiv weiterhin zu rechnen. Mit der Verbreitung der Rührreißschweißtechnik in immer mehr metallverarbeitenden Industriezweigen verbessern sich auch die Rahmenbedingungen, unter welchen abgewandelte Prozesse mit anderen Primärzielen als der Fügung durchgeführt werden können. Damit stehen immer mehr potentielle Projektpartner für Forschung und Entwicklung auf diesem Gebiet zur Verfügung.

Als Forschungsvorhaben mit Berührungspunkten in beiden Welten, der technischen Anwendbarkeit und dem naturwissenschaftlichen Wissensdrang mit der Freiheit eigenen Ideen und Ansätzen nachzugehen, war die Bearbeitung fordernd aber vor allem genau das, was einen mit Eigenverantwortlichkeit und toller Vorbereitung auf zukünftige Herausforderungen ausstattet.

---

## 12 Literatur

- [1] J. Dießenbacher, “Sekundäre Rekristallisation in FSW-geschweißtem Aluminium,” Master’s thesis, Universität Augsburg, 2014.
  - [2] A. Zens, M. Gnedel, M. F. Zaeh, and F. Haider, “The effect of additive geometry on the integration of secondary elements during Friction Stir Processing,” vol. 373, p. 012018, IOP Publishing, 2018.
  - [3] A. Zens, M. Zaeh, R. Marstatt, and F. Haider, “Friction stir welding of dissimilar metal joints,” *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, vol. 50, no. 8, pp. 949–957, 2019.
  - [4] M. Gnedel, A. Zens, F. Haider, and M. Zaeh, “Mechanical dissolution of copper additions in aluminium by friction stir processing,” in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, vol. 480, p. 012020, IOP Publishing, 2019.
  - [5] W. Thomas, “Friction stir butt welding,” *Int. Patent No. PCT/GB92/02203*, 1991.
  - [6] R. S. Mishra and Z. Y. Ma, “Friction stir welding and processing,” *Materials Science and Engineering R: Reports*, vol. 50, no. 1-2, pp. 1–78, 2005.
  - [7] W. Arbegast and P. Hartley, “Proceedings of the fifth international conference on trends in welding research,” (Pine Mountain, USA), p. 541, 1998.
  - [8] Y. Saito, N. Tsuji, H. Utsunomiya, T. Sakai, and R. Hong, “Ultra-fine grained bulk aluminum produced by accumulative roll-bonding (ARB) process,” *Scripta Materialia*, vol. 39, no. 9, pp. 1221 – 1227, 1998.
  - [9] N. Tsuji, K. Shiotsuki, and Y. Saito, “Superplasticity of ultra-fine grained Al–Mg alloy produced by accumulative roll-bonding,” *Materials Transactions, JIM*, vol. 40, no. 8, pp. 765–771, 1999.
  - [10] G. Min, J.-M. Lee, S.-B. Kang, and H.-W. Kim, “Evolution of microstructure for multilayered Al/Ni composites by accumulative roll bonding process,” *Materials Letters*, vol. 60, no. 27, pp. 3255–3259, 2006.
  - [11] D. Rahmatabadi, B. Mohammadi, R. Hashemi, and T. Shojaee, “An Experimental Study of Fracture Toughness for Nano/Ultrafine Grained Al5052/Cu Multilayered Composite Processed by Accumulative Roll Bonding,” *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, vol. 140, pp. 101001–101011, jul 2018.
-

- 
- [12] C. C. Hsieh, M. S. Shi, and W. Wu, "Growth of intermetallic phases in Al/Cu composites at various annealing temperatures during the ARB process," *Metals and Materials International*, vol. 18, no. 1, pp. 1–6, 2012.
- [13] C. W. Schmidt, P. Knödler, H. W. Höppel, and M. Göken, "Particle based alloying by accumulative roll bonding in the system Al-Cu," *Metals*, vol. 1, no. 1, pp. 65–78, 2011.
- [14] T. Aizawa, M. Kashani, and K. Okagawa, "Application of magnetic pulse welding for aluminum alloys and spcc steel sheet joints," *Welding journal*, vol. 86, no. 5, pp. 119–124, 2007.
- [15] P. S. Gilman and J. S. Benjamin, "Mechanical alloying," *Annual review of materials science*, vol. 13, no. 1, pp. 279–300, 1983.
- [16] C. C. Koch, "Materials synthesis by mechanical alloying," *Annual review of materials science*, vol. 19, no. 1, pp. 121–143, 1989.
- [17] Y. Ogino, T. Yamasaki, S. Murayama, and R. Sakai, "Non-equilibrium phases formed by mechanical alloying of Cr Cu alloys," *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 117-118, pp. 737–740, 1990.
- [18] E. Gaffet, C. Louison, M. Harmelin, and F. Faudot, "Metastable phase transformations induced by ball-milling in the CuW system," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 134, pp. 1380–1384, 1991.
- [19] C. Gente, M. Oehring, and R. Bormann, "Formation of thermodynamically unstable solid solutions in the Cu-Co system by mechanical alloying," *Physical Review B*, vol. 48, no. 18, pp. 13244–13252, 1993.
- [20] G. Gonzalez, A. Sagarzazu, D. Bonyuet, L. D'Angelo, and R. Villalba, "Solid state amorphisation in binary systems prepared by mechanical alloying," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 483, no. 1, pp. 289–297, 2009.
- [21] K. S. Kormout, R. Pippan, and A. Bachmaier, "Deformation-induced supersaturation in immiscible material systems during high-pressure torsion," *Advanced Engineering Materials*, vol. 19, no. 4, p. 1600675, 2017.
- [22] A. Bachmaier, J. Schmauch, H. Aboufadi, A. Verch, and C. Motz, "On the process of co-deformation and phase dissolution in a hard-soft immiscible Cu-Co alloy system during high-pressure torsion deformation," *Acta Materialia*, vol. 115, pp. 333–346, 2016.
-

- 
- [23] P. B. Berbon, W. H. Bingel, R. S. Mishra, C. C. Bampton, and M. W. Mahoney, "Friction stir processing: a tool to homogenize nanocomposite aluminum alloys," *Scripta Materialia*, vol. 44, no. 1, pp. 61–66, 2001.
- [24] Z. Ma, S. R. Sharma, R. S. Mishra, and M. W. Mahoney, "Microstructural modification of cast aluminum alloys via friction stir processing," in *Materials Science Forum*, vol. 426, pp. 2891–2896, Transtec Publications; 1999, 2003.
- [25] J.-Q. Su, T. Nelson, T. McNelley, and R. Mishra, "Development of nanocrystalline structure in Cu during friction stir processing (FSP)," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 528, no. 16-17, pp. 5458–5464, 2011.
- [26] Z. Ma, R. S. Mishra, and M. W. Mahoney, "Superplastic deformation behaviour of friction stir processed 7075Al alloy," *Acta materialia*, vol. 50, no. 17, pp. 4419–4430, 2002.
- [27] W. Thomas, E. Nicholas, and S. Smith, "FSW-tool developments," in *TMS Annual Meeting and exhibition Al joining*, vol. 1, pp. 1–12, 2001.
- [28] P. Threadgill, A. Leonard, H. Shercliff, and P. Withers, "Friction stir welding of aluminium alloys," *International Materials Reviews*, vol. 54, no. 2, pp. 49–93, 2009.
- [29] Y. J. Chao and X. Qi, "Thermal and thermo-mechanical modeling of friction stir welding of aluminum alloy 6061-T6," *JMPMS*, vol. 7, no. 2, pp. 215–233, 1998.
- [30] H. B. Schmidt and J. H. Hattel, "Thermal modelling of friction stir welding," *Scripta Materialia*, vol. 58, no. 5, pp. 332–337, 2008.
- [31] A. Bachmann, J. Gamper, M. Krutzlinger, A. Zens, and M. Zaeh, "Adaptive model-based temperature control in friction stir welding," *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 93, no. 1-4, pp. 1157–1171, 2017.
- [32] F. Lambiase, A. Paoletti, and A. Di Ilio, "Forces and temperature variation during friction stir welding of aluminum alloy AA6082-T6," *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 99, no. 1-4, pp. 337–346, 2018.
- [33] V. Sharma, U. Prakash, and B. V. Kumar, "Surface composites by friction stir processing: A review," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 224, pp. 117–134, 2015.
- [34] S. G. Shiri, A. Sarani, S. R. E. Hosseini, and G. Roudini, "Diffusion in FSW joints by inserting the metallic foils," *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 29, no. 11, pp. 1091–1095, 2013.
-

- 
- [35] G. M. Karthik, G. D. Ram, and R. S. Kottada, "Friction stir selective alloying," *Materials Science and Engineering A*, vol. 684, no. December 2016, pp. 186–190, 2017.
- [36] W. F. Xu, J. H. Liu, and D. L. Chen, "Material flow and core/multi-shell structures in a friction stir welded aluminum alloy with embedded copper markers," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 509, no. 33, pp. 8449–8454, 2011.
- [37] M. S. Khorrami, S. Samadi, Z. Janghorban, and M. Movahedi, "In-situ aluminum matrix composite produced by friction stir processing using Fe particles," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 641, pp. 380–390, 2015.
- [38] I. S. Lee, P. W. Kao, and N. J. Ho, "Microstructure and mechanical properties of Al–Fe in situ nanocomposite produced by friction stir processing," *Intermetallics*, vol. 16, no. 9, pp. 1104–1108, 2008.
- [39] K. A. Hassan, A. F. Norman, D. A. Price, and P. B. Prangnell, "Stability of nugget zone grain structures in high strength Al-alloy friction stir welds during solution treatment," *Acta Materialia*, vol. 51, no. 7, pp. 1923–1936, 2003.
- [40] M. Zohoor, M. K. Besharati Givi, and P. Salami, "Effect of processing parameters on fabrication of Al-Mg/Cu composites via friction stir processing," *Materials and Design*, vol. 39, no. March, pp. 358–365, 2012.
- [41] B. Abnar, M. Kazeminezhad, and A. H. Kokabi, "The Effect of Cu Powder During Friction Stir Welding on Microstructure and Mechanical Properties of AA3003-H18," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 45, no. 9, pp. 3882–3891, 2014.
- [42] C. J. Hsu, P. W. Kao, and N. J. Ho, "Intermetallic-reinforced aluminum matrix composites produced in situ by friction stir processing," *Materials Letters*, vol. 61, no. 6, pp. 1315–1318, 2007.
- [43] C. J. Hsu, P. W. Kao, and N. J. Ho, "Ultrafine-grained Al–Al<sub>2</sub>Cu composite produced in situ by friction stir processing," *Scripta Materialia*, vol. 53, no. 3, pp. 341–345, 2005.
- [44] R. Fonda, J. Bingert, and K. Colligan, "Development of grain structure during friction stir welding," *Scripta materialia*, vol. 51, no. 3, pp. 243–248, 2004.
- [45] C. Rhodes, M. Mahoney, W. Bingel, R. Spurling, and C. Bampton, "Effects of friction stir welding on microstructure of 7075 aluminum," *Scripta materialia*, vol. 36, no. 1, pp. 69–75, 1997.
-

- 
- [46] Y. S. Sato, H. Kokawa, M. Enomoto, S. Jogan, and T. Hashimoto, "Precipitation sequence in friction stir weld of 6063 aluminum during aging," *Metallurgical and materials transactions A*, vol. 30, no. 12, pp. 3125–3130, 1999.
- [47] T. Nelson, R. Steel, and W. Arbogast, "In situ thermal studies and post-weld mechanical properties of friction stir welds in age hardenable aluminium alloys," *Science and technology of welding and joining*, vol. 8, no. 4, pp. 283–288, 2003.
- [48] R. Marstatt, M. Krutzlinger, J. Luderschmid, G. Constanzi, J. F. Mueller, F. Haider, and M. F. Zaeh, "Intermetallic layers in temperature controlled Friction Stir Welding of dissimilar Al-Cu-joints," *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, vol. 373, no. 1, 2018.
- [49] P. Xue, B. L. Xiao, and Z. Y. Ma, "Effect of Interfacial Microstructure Evolution on Mechanical Properties and Fracture Behavior of Friction Stir-Welded Al-Cu Joints," vol. 46, no. July, pp. 3091–3103, 2015.
- [50] N. Tsuji, Y. Saito, S.-H. Lee, and Y. Minamino, "ARB (accumulative roll-bonding) and other new techniques to produce bulk ultrafine grained materials," *Advanced Engineering Materials*, vol. 5, no. 5, pp. 338–344, 2003.
- [51] F. J. Humphreys, P. B. Prangnell, and R. Priestner, "Fine-grained alloys by thermomechanical processing," *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, vol. 5, no. 1, pp. 15–21, 2001.
- [52] A. Ben-Artzy, A. Stern, N. Frage, and V. Shribman, "Interface phenomena in aluminium–magnesium magnetic pulse welding," *Science and technology of welding and joining*, vol. 13, no. 4, pp. 402–408, 2008.
- [53] R. N. Raoelison, T. Sapanathan, N. Buiron, and M. Rachik, "Magnetic pulse welding of Al/Al and Al/Cu metal pairs: Consequences of the dissimilar combination on the interfacial behavior during the welding process," *Journal of Manufacturing Processes*, vol. 20, pp. 112–127, 2015.
- [54] J. P. Bergmann, F. Petzoldt, and S. Schneider, "Einfluss intermetallischer Phasen auf die Langzeitstabilität von Kupfer-Aluminium-Kontakten," *Thüringer Werkstofftag 2013*, p. 121, 2013.
- [55] S. J. Andersen, C. D. Marioara, J. Friis, S. Wenner, and R. Holmestad, "Precipitates in aluminium alloys," *Advances in Physics: X*, vol. 3, no. 1, p. 1479984, 2018.
- [56] A. Guinier, "Interprétation de la diffusion anormale des rayons X par les alliages à durcissement structural," *Acta Crystallographica*, vol. 5, pp. 121–130, Jan 1952.
-

- 
- [57] A. Biswas, D. J. Siegel, C. Wolverton, and D. N. Seidman, "Precipitates in Al–Cu alloys revisited: Atom-probe tomographic experiments and first-principles calculations of compositional evolution and interfacial segregation," *Acta Materialia*, vol. 59, no. 15, pp. 6187–6204, 2011.
- [58] C. Singh and D. Warner, "Mechanisms of guinier–preston zone hardening in the athermal limit," *Acta Materialia*, vol. 58, no. 17, pp. 5797–5805, 2010.
- [59] S. Abis, M. Massazza, P. Mengucci, and G. Riontino, "Early ageing mechanisms in a high-copper aluminum alloy," *Scripta Materialia*, vol. 45, no. 6, pp. 685–691, 2001.
- [60] M. Starink, N. Gao, and J. Yan, "The origins of room temperature hardening of Al–Cu–Mg alloys," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 387, pp. 222–226, 2004.
- [61] E. Owen and G. Preston, "X-ray analysis of solid solutions," *Proceedings of the Physical Society of London*, vol. 36, no. 1, p. 14, 1923.
- [62] J. L. Murray, "The aluminium-copper system," *International metals reviews*, vol. 30, no. 1, pp. 211–234, 1985.
- [63] Y. Funamizu and K. Watanabe, "Interdiffusion in the Al–Cu system," *Transactions of the Japan Institute of Metals*, vol. 12, no. 3, pp. 147–152, 1971.
- [64] Y. Guo, G. Liu, H. Jin, Z. Shi, and G. Qiao, "Intermetallic phase formation in diffusion-bonded Cu/Al laminates," *Journal of materials science*, vol. 46, no. 8, pp. 2467–2473, 2011.
- [65] K. S. Lee and K. Yong-Nam, "Solid-state bonding between Al and Cu by vacuum hot pressing," *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 23, no. 2, pp. 341–346, 2013.
- [66] L. Zhou, G. Li, R. Zhang, W. Zhou, W. He, Y. Huang, and X. Song, "Microstructure evolution and mechanical properties of friction stir spot welded dissimilar aluminum-copper joint," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 775, pp. 372–382, 2019.
- [67] S. Arrhenius, "Über die Reaktionsgeschwindigkeit bei der Inversion von Rohrzucker durch Säuren," *Zeitschrift für physikalische Chemie*, vol. 4, no. 1, pp. 226–248, 1889.
- [68] J. H. Van't Hoff, *Etudes de dynamique chimique*, vol. 1. Muller, 1884.
- [69] H. Paul, L. Lityńska-Dobrzyńska, and M. Prazmowski, "Microstructure and phase constitution near the interface of explosively welded aluminum/copper plates," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 44, no. 8, pp. 3836–3851, 2013.
-

- 
- [70] C. H. Muralimohan, S. Haribabu, Y. H. Reddy, V. Muthupandi, and K. Sivaprasad, "Evaluation of microstructures and mechanical properties of dissimilar materials by friction welding," *Procedia Materials Science*, vol. 5, pp. 1107–1113, 2014.
- [71] B. Khina, I. Solpan, and G. Lovshenko, "Modelling accelerated solid-state diffusion under the action of intensive plastic deformation," *Journal of Materials Science*, vol. 39, no. 16-17, pp. 5135–5138, 2004.
- [72] D. Yadav and R. Bauri, "Development of Cu particles and Cu core-shell particles reinforced Al composite," *Materials Science and Technology*, vol. 31, no. 4, pp. 494 – 500, 2015.
- [73] W. A. Tayon, M. S. Domack, E. K. Hoffman, and S. J. Hales, "Investigation of abnormal grain growth in a friction stir welded and spin-formed Al-Li alloy 2195 crew module," in *Proceedings of the 8th Pacific Rim International Congress on Advanced Materials and Processing*, pp. 1091–1099, Springer, 2013.
- [74] P.-S. Chen and C. Russell, "Mitigating abnormal grain growth for friction stir welded al-li 2195 spun formed domes," in *International Friction Stir Welding Symposium*, no. M12-1643, 2012.
- [75] J. Humphreys, G. S. Rohrer, and A. Rollett, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. Oxford: Elsevier, third edition ed., 2017.
- [76] I. Charit and R. S. Mishra, "Abnormal grain growth in friction stir processed alloys," *Scripta Materialia*, vol. 58, no. 5, pp. 367–371, 2008.
- [77] S. Y. Mironov, "About abnormal grain growth in joints obtained by friction stir welding," *Metal Science and Heat Treatment*, vol. 57, no. 1-2, pp. 40–47, 2015.
- [78] I. Vysotskiy, S. Malopheyev, S. Mironov, and R. Kaibyshev, "Pre-strain rolling as an effective tool for suppression of abnormal grain growth in friction-stir welded 6061 aluminum alloy," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 733, pp. 39–42, 2018.
- [79] T. T. Sasaki, T. Ohkubo, and K. Hono, "Microstructure and mechanical properties of bulk nanocrystalline Al-Fe alloy processed by mechanical alloying and spark plasma sintering," *Acta Materialia*, vol. 57, no. 12, pp. 3529–3538, 2009.
- [80] H. Fujii, Y. Sun, K. Inada, Y. Ji, Y. Yokoyama, H. Kimura, and A. Inoue, "Fabrication of Fe-based metallic glass particle reinforced Al-based composite materials by friction stir processing," *Materials Transactions*, vol. 52, no. 8, pp. 1634–1640, 2011.
-

- 
- [81] E. R. Mahmoud and M. M. Tash, "Characterization of aluminum-based-surface matrix composites with iron and iron oxide fabricated by friction stir processing," *Materials*, vol. 9, no. 7, 2016.
- [82] M. Kajihara, "Quantitative evaluation of interdiffusion in Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> during reactive diffusion in the binary Fe–Al system," *Materials transactions*, vol. 47, no. 6, pp. 1480–1484, 2006.
- [83] B. Huang, K. Ishihara, and P. Shingu, "Metastable phases of Al–Fe system by mechanical alloying," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 231, no. 1-2, pp. 72–79, 1997.
- [84] K. Shirvanimoghaddam, S. U. Hamim, and M. Karbalaei, "Carbon Fiber Reinforced Metal Matrix Composites : Fabrication Processes and Properties Composites : Part A Carbon fiber reinforced metal matrix composites : Fabrication processes and properties," *Composites Part A*, vol. 92, no. December, pp. 70–96, 2017.
- [85] K. L. Juhasz, P. Baumli, J. Sytchev, and G. Kaptay, "Wettability of graphite by liquid aluminum under molten potassium halide fluxes," pp. 7679–7685, 2013.
- [86] M. Sánchez, J. Rams, and A. Ureña, "Composites : Part A Fabrication of aluminium composites reinforced with carbon fibres by a centrifugal infiltration process," vol. 41, pp. 1605–1611, 2010.
- [87] Y. Tang, L. Liu, W. Li, B. Shen, and W. Hu, "Applied Surface Science Interface characteristics and mechanical properties of short carbon fibers / Al composites with different coatings," vol. 255, pp. 4393–4400, 2009.
- [88] X. Cao, Q. Shi, D. Liu, Z. Feng, Q. Liu, and G. Chen, "Fabrication of in situ carbon fiber/aluminum composites via friction stir processing: Evaluation of microstructural, mechanical and tribological behaviors," *Composites Part B: Engineering*, vol. 139, pp. 97–105, 2018.
- [89] J. Schindelin, I. Arganda-Carreras, E. Frise, V. Kaynig, M. Longair, T. Pietzsch, S. Preibisch, C. Rueden, S. Saalfeld, B. Schmid, J.-Y. Tinevez, D. J. White, V. Hartenstein, K. Eliceiri, P. Tomancak, and A. Cardona, "Fiji: an open-source platform for biological-image analysis," *Nature Methods*, vol. 9, p. 676, jun 2012.
- [90] F. Humphreys, "Review grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction," *Journal of materials science*, vol. 36, no. 16, pp. 3833–3854, 2001.
- [91] S. Berg, D. Kutra, T. Kroeger, C. N. Straehle, B. X. Kausler, C. Haubold, M. Schiegg, J. Ales, T. Beier, M. Rudy, K. Eren, J. I. Cervantes, B. Xu, F. Beuttenmueller, A. Wolny,
-

- C. Zhang, U. Koethe, F. A. Hamprecht, and A. Kreshuk, “ilastik: interactive machine learning for (bio)image analysis,” *Nature Methods*, Sept. 2019.
- [92] M. Klinger, “More features, more tools, more crystbox,” *Journal of Applied Crystallography*, vol. 50, no. 4, pp. 1226–1234, 2017.
- [93] M. A. Fischler and R. C. Bolles, “Random sample consensus: A paradigm for model fitting with applications to image analysis and automated cartography,” *Commun. ACM*, vol. 24, p. 381–395, June 1981.
- [94] M. Winter, “Untersuchung der Grobkornbildung in Zr-angereichertem FS-prozessiertem AL2195,” Master’s thesis, Universität Augsburg, 2019.
- [95] F. Fleischmann, “Erholungsvorgänge in Al-Cu-Legierungen, hergestellt durch Friction Stir Processing,” Bachelor’s thesis, Universität Augsburg, 2018.
- [96] B. Kestel, “Non-acid electrolyte thins many materials for tem without causing hydride formation,” *Ultramicroscopy*, vol. 19, no. 2, pp. 205–211, 1986.
- [97] Y. Deger, *Die Methode der Finiten Elemente*. Renningen: Expert Verlag, 8 ed., 2017.
- [98] “COMSOL Multiphysics®.” Version 5.4, [www.comsol.com](http://www.comsol.com), COMSOL AB, Stockholm, Schweden.
- [99] M. Krutzlinger, R. Marstatt, A. Butzhammer, F. Haider, and M. F. Zaeh, “Towards an understanding of joining mechanisms of dissimilar Friction Stir Welds,” in *Proceedings of the 11th International Symposium on Friction Stir Welding*, 2016.
- [100] G. R. Johnson and W. H. Cook, “A constitutive model and data for metals subjected to large strains, high strain rates and high temperatures,” in *Proceedings of the 7th International Symposium on Ballistics*, vol. 21, pp. 541–547, The Netherlands, 1983.
- [101] E. Doege, H. Meyer-Nolkemper, and I. Saeed, *Fließkurvenatlas metallischer Werkstoffe: mit Fließkurven für 73 Werkstoffe und einer grundlegenden Einführung*. Hanser, 1986.
- [102] A. Delesse, “Procédé mécanique pour déterminer la composition des roches,” *Ann Min*, vol. 13, pp. 379–388, 1848.
- [103] R. Fullman, “Measurement of particle sizes in opaque bodies,” *JOM*, vol. 5, no. 3, pp. 447–452, 1953.
-

- 
- [104] M. Schleicher, "Herstellung und Charakterisierung von metallischem Kompositmaterial aus Aluminium und Kupfer gefertigt durch kumulatives Walzbinden (Arbeitstitel da noch nicht fertig gestellt)," Bachelor's thesis, Universität Augsburg, 2021.
- [105] J. Okhunov, "Herstellung und Charakterisierung von metallischem Kompositmaterial aus Aluminium und Kohlenstofffasern gefertigt durch kumulatives Walzbinden," Bachelor's thesis, Universität Augsburg, 2019.
- [106] D. G. Stein, "Mikrostrukturelle und mechanische Untersuchung von magnetpuls geschweißten Verbindungen verschiedener Metalle," Bachelor's thesis, Universität Augsburg, 2020.
- [107] A. Zens, M. Gnedel, M. F. Zaeh, and F. Haider, "Effect of the tool geometry and processing parameters on the resulting nugget zone during friction stir processing," in *12th International Symposium on Friction Stir Welding*, 2018.
- [108] T. Dickerson, H. R. Shercliff, and H. Schmidt, "A weld marker technique for flow visualization in friction stir welding," in *4th international symposium on friction stir welding, Park City, Utah, USA*, vol. 14, p. 16, 2003.
- [109] C. Y.-C. Chan, "Characterization of precipitation reactions in Friction Stir processed and cast aluminium alloys," Master's thesis, Universität Augsburg, 2019.
- [110] D. Gruber, "Untersuchung der Integration von Zirkoniumadditiven in eine EN AW-2195 Aluminiummatrix mittels Friction Stir Processing," Bachelor's thesis, Technische Universität München, 2018.
- [111] "Factsage." C. W. Bale, E. Bélisle, P. Chartrand, S. A. Deckerov, G. Eriksson, A.E. Gheribi, K. Hack, I. H. Jung, Y. B. Kang, J. Melançon, A. D. Pelton, S. Petersen, C. Robelin, J. Sangster, P. Spencer and M-A. Van Ende, FactSage Thermochemical Software and Databases - 2010 - 2016, Calphad, vol. 54, pp 35-53, 2016, [www.factsage.com](http://www.factsage.com).
- [112] C. Bean and J. Livingston, "Superparamagnetism," *Journal of Applied Physics*, vol. 30, no. 4, pp. S120–S129, 1959.
- [113] J. Murray, *ASM Handbook-Alloy Phase Diagrams*. Materials Park, OH, USA: ASM International, 1992.
- [114] H. Akuezue and D. Whittle, "Interdiffusion in Fe–Al system: aluminizing," *Metal Science*, vol. 17, no. 1, pp. 27–31, 1983.
-

- [115] C. Hamilton, S. Dymek, and M. Blicharski, "A model of material flow during friction stir welding," *Materials Characterization*, vol. 59, no. 9, pp. 1206–1214, 2008.
- [116] M. Azizieh, A. Kokabi, and P. Abachi, "Effect of rotational speed and probe profile on microstructure and hardness of AZ31/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposites fabricated by friction stir processing," *Materials & Design*, vol. 32, no. 4, pp. 2034–2041, 2011.
- [117] G. Hussain, R. Hashemi, H. Hashemi, and K. A. Al-Ghamdi, "An experimental study on multi-pass friction stir processing of al/tin composite: some microstructural, mechanical, and wear characteristics," *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 84, no. 1-4, pp. 533–546, 2016.
- [118] E. A. Owen and G. D. Preston, "The atomic structure of two intermetallic compounds," *Nature (London)*, vol. 113, p. 914, 1924.
- [119] M. El-Boragy, R. Szepan, and K. Schubert, "Kristallstruktur von Cu<sub>3</sub>Al<sub>2</sub>+ (h) und CuAl (r)," *Journal of the Less Common Metals*, vol. 29, no. 2, pp. 133–140, 1972.
- [120] S. Kirklin, J. E. Saal, B. Meredig, A. Thompson, J. W. Doak, M. Aykol, S. Rühl, and C. Wolverton, "The Open Quantum Materials Database (OQMD): assessing the accuracy of DFT formation energies," *npj Computational Materials*, vol. 1, no. 1, p. 15010, 2015.
- [121] J. E. Saal, S. Kirklin, M. Aykol, B. Meredig, and C. Wolverton, "Materials Design and Discovery with High-Throughput Density Functional Theory: The Open Quantum Materials Database (OQMD)," *JOM*, vol. 65, no. 11, pp. 1501–1509, 2013.
- [122] "Materials data on al<sub>4</sub>cu<sub>9</sub> by materials project." The Materials Project, 10.17188/1277187, United States, 2020.
- [123] E. R. I. Mahmoud and A. M. A. Al-qozaim, "Fabrication of In-Situ Al–Cu Intermetallics on Aluminum Surface by Friction Stir Processing," *Arabian Journal for Science and Engineering*, vol. 41, no. 5, pp. 1757–1769, 2016.
- [124] G. Kidson and G. Miller, "A study of the interdiffusion of aluminum and zirconium," *Journal of Nuclear Materials*, vol. 12, no. 1, pp. 61–69, 1964.
- [125] M. Militzer, W. Sun, and J. Jonas, "Modelling the effect of deformation-induced vacancies on segregation and precipitation," *Acta metallurgica et materialia*, vol. 42, no. 1, pp. 133–141, 1994.
-

- [126] O. T. Betiku, "Investigation of the growth of intermetallic compounds in dissimilar Friction Stir Welded (FSW) Al-Cu joints," Master's thesis, Universität Augsburg, 2020.
- [127] M. Assidi, L. Fourment, S. Guerdoux, and T. Nelson, "Friction model for friction stir welding process simulation: Calibrations from welding experiments," *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 50, no. 2, pp. 143–155, 2010.
- [128] S. R. Valvi, A. Krishnan, S. Das, and R. G. Narayanan, "Prediction of microstructural features and forming of friction stir welded sheets using cellular automata finite element (cafe) approach," *International Journal of Material Forming*, vol. 9, no. 1, pp. 115–129, 2016.
- [129] I. Dinaharan, G. A. Kumar, S. Vijay, and N. Murugan, "Development of Al<sub>3</sub>Ti and Al<sub>3</sub>Zr intermetallic particulate reinforced aluminum alloy AA6061 in situ composites using friction stir processing," *Materials & Design*, vol. 63, pp. 213–222, 2014.
-

## 13 Anhang

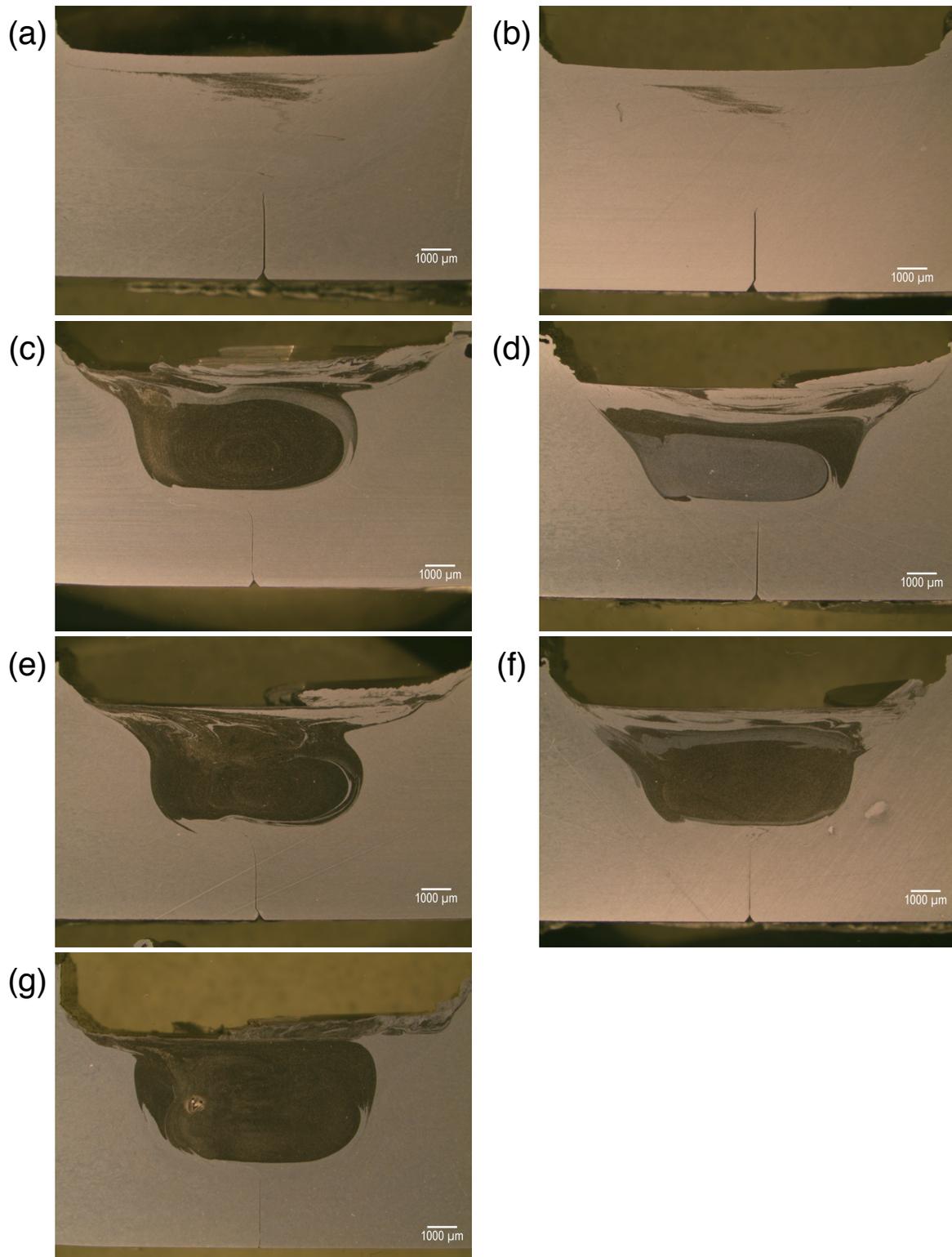


Abbildung 49: Lichtmikroskopaufnahmen nach Kroll geätzter Querschnitte für Proben der Nähte (a) 6\_1, (b) 6\_2, (c) 6\_4, (d) 6\_5, (e) 6\_8, (f) 6\_10 und (g) 7\_1 präpariert am *iwb* der TU München.

Bezeichnung	Zusatzstoff	Details zum Zusatzstoff	Matrixmaterial	Drehzahl [RPM]	Vorschub [mm/min]	Überfahrten	Pin (Durchmesser x Länge, Eigensch.) [mm]	Schulterbr. [mm]	Temperaturmessung	Nutgeometrie (Breite x Tiefe) [mm]	Details
1_1	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	2000	750	1	5 x 3,5, Ablflachungen	16	nein	1 x 0,62	Drehr. CW
1_2	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	1000	75	1	5 x 3,5, Ablflachungen	16	nein	1 x 0,62	Drehr. CW
1_3	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	1000	75	1	5 x 3,5, Ablflachungen	16	nein	1 x 0,62	-
1_4	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	2000	750	1	5 x 3,5, Ablflachungen	16	nein	1 x 0,62	-
1_5	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	2000	750	2	5 x 3,5, Ablflachungen	16	nein	1 x 0,62	-
1_6	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	2000	75	2	5 x 3,5, Ablflachungen	16	nein	1 x 0,62	-
1_7	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	2000	750	1	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,46	-
1_8	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	1000	75	1	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,46	-
1_9	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	1000	75	2	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,46	-
1_10	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	1000	75	2	5 x 3,5, Gewinde	12	nein	1 x 0,46	-
1_11	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	1000	75	1	5 x 3,5, Gewinde	12	nein	1 x 0,46	-
1_12	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	2000	750	1	5 x 3,5, Gewinde	16	nein	1 x 0,62	-
2_1	Kupfer	Folie 2 x 130 µm	EN AW-1050	1000	75	1	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,26	-
2_2	Kupfer	Folie 2 x 130 µm	EN AW-1050	1500	75	2	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,26	-
2_8	Kupfer	Folie 13 x 10 µm	EN AW-1050	1000	75	2	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,52	-
2_9	Kupfer	Folie 13 x 10 µm	EN AW-1050	1500	75	2	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,52	-
2_5	Eisen	Folie 50 µm x 1 mm	EN AW-1050	1000	75	4	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,05	-
2_7	Eisen	Draht 25 x d = 50 µm	EN AW-1050	1000	75	4	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,05	-
2_6	Eisen	Draht 25 x d = 50 µm	EN AW-1050	1000	75	2	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,05	-
2_3	Eisen	Pulver < 75 µm	EN AW-1050	1000	75	4	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,13	-
2_4	Eisen	Folie 50 µm x 1 mm	EN AW-1050	1000	75	2	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,05	-
2_4R	-	-	EN AW-1050	1000	75	2	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	-	-
2_11	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	1000	75	1	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,1	Z-Kraft 2 kN
2_10	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	1000	75	1	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,1	Z-Kraft 2,1 kN
2_12	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	1200	75	1	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,1	Z-Kraft 2 kN
2_13	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	1500	75	1	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,1	Z-Kraft 2 kN
2_14	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	1000	50	1	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,1	Z-Kraft 2 kN
2_15	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	1000	25	1	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,1	Z-Kraft 2 kN
2_16	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	1500	75	1	5 x 2, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,1	Z-Kraft 2 kN
2_17	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	1500	75	1	5 x 5, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,1	Z-Kraft 2 kN
2_20	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	1500	75	1	5 x 2, Ablflachungen	16	nein	1 x 0,1	Z-Kraft 2,25 kN
2_18	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	1500	75	1	5 x 3,5, Ablflachungen	16	nein	1 x 0,1	Z-Kraft 2,25 kN
2_19	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	1500	75	1	5 x 3,5, Ablflachungen	16	nein	1 x 0,1	Z-Kraft 2,25 kN
2_21	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	1500	75	1	5 x 3,5, Ablfl. & Gew.	12	nein	1 x 0,1	Z-Kraft 2 kN
2_22	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	1500	75	4	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,1	Z-Kraft 2 kN
5_1	Kupfer	Roga50, < 50 µm	EN AW-1050	1000	75	2	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,1	-
5_2	Eisen	Pulver, < 75 µm	EN AW-1050	1000	75	2	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,1	-
5_3	-	-	EN AW-1050	1000	75	2	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	0 x 0	Referenz
5_4	Kupfer	Alpha Aesar, 3,25-4,75 µm	EN AW-1050	1500	50	2	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,1	Probl. bei Aufsp.
5_5	Kupfer	Alpha Aesar, 3,25-4,75 µm	EN AW-1050	1500	50	2	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,1	Wiederholung
5_6	Kupfer	Alpha Aesar, 3,25-4,75 µm	EN AW-1050	1500	75	2	5 x 3,5, Ablfl. & Gew.	12	nein	1 x 0,1	-
2	Kohlenst.	Ni-besch. Kurzfasern	EN AW-1050	1500	75	2	5 x 3,5, Ablflachungen	12	nein	1 x 0,85	-
6_1	Kupfer	Alpha Aesar, 3,25-4,75 µm	EN AW-1050	1500	50	2	5 x 3,5, Ablfl. & Gew.	12	ja	1 x 0,5	-
6_2	Kupfer	Flakes, < 75 µm	EN AW-1050	1500	50	2	5 x 3,5, Ablfl. & Gew.	12	ja	1 x 0,5	-
6_3	Eisen	Pulver, < 75 µm	EN AW-1050	1500	50	2	5 x 3,5, Ablfl. & Gew.	12	ja	1 x 0,5	-
6_4	Kupfer	Alpha Aesar, 3,25-4,75 µm	EN AW-1050	2250	50	2	5 x 3,5, Ablfl. & Gew.	12	ja	1 x 0,5	-
6_5	Kupfer	Flakes, < 75 µm	EN AW-1050	2250	50	2	5 x 3,5, Ablfl. & Gew.	12	ja	1 x 0,5	-
6_6	Eisen	Pulver, < 75 µm	EN AW-1050	2250	50	2	5 x 3,5, Ablfl. & Gew.	12	ja	1 x 0,5	-
6_8	Kupfer	Flakes, < 75 µm	EN AW-1050	3000	50	2	5 x 3,5, Ablfl. & Gew.	12	ja	1 x 0,5	-
6_10	Kupfer	Alpha Aesar, 3,25-4,75 µm	EN AW-1050	1500	50	2	5 x 3,5, Ablfl. & Gew.	12	ja	1 x 0,5	-
6_11	-	-	EN AW-1050	1500	50	2	5 x 3,5, Ablfl. & Gew.	12	ja	0 x 0	Referenz
7_1	Kupfer	Alpha Aesar, 3,25-4,75 µm	EN AW-1050	2375	100, 75, 50, 25	2	5 x 3,5, Ablfl. & Gew.	12	ja	1 x 0,5	nach [35]
A1	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	250	50	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	1 x 0,5	-
A2	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	250	100	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	1 x 0,5	-
A3	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	250	150	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	1 x 0,5	-
A4	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	300	75	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	1 x 0,5	-
A5	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	300	125	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	1 x 0,5	-
A6	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	350	50	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	1 x 0,5	-
A7	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	350	100	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	1 x 0,5	-
A8	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	350	150	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	1 x 0,5	-
A9	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	400	75	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	1 x 0,5	-
A10	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	400	125	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	1 x 0,5	-
A11	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	450	50	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	1 x 0,5	-
A12	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	450	100	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	1 x 0,5	-
A13	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	450	150	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	1 x 0,5	-
B1	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	350	50	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	2 x 0,25	-
B2	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	450	100	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	2 x 0,25	-
C1	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	300	25	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	2 x 0,25	-
C2	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	400	25	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	2 x 0,25	-
C3	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	500	25	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	2 x 0,25	-
C4	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	350	50	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	2 x 0,25	-
C5	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	450	50	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	2 x 0,25	-
C6	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	550	50	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	2 x 0,25	-
C7	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	650	50	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	2 x 0,25	-
C8	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	500	75	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	2 x 0,25	-
C9	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	600	75	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	2 x 0,25	-
C10	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	700	75	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	2 x 0,25	-
C11	Zirconium	Pulver, < 75 µm	EN AW-2195	550	100	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	2 x 0,25	-
D1	Zirconium	Folie, 4 x 20 µm	EN AW-2195	300	25	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	2 x 0,08	halbe Naht Ref.
D2	Zirconium	Folie, 4 x 20 µm	EN AW-2195	400	25	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	2 x 0,08	halbe Naht Ref.
D3	Zirconium	Folie, 4 x 20 µm	EN AW-2195	500	25	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	2 x 0,08	halbe Naht Ref.
D4	Zirconium	Folie, 4 x 20 µm	EN AW-2195	350	50	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	2 x 0,08	halbe Naht Ref.
D5	Zirconium	Folie, 4 x 20 µm	EN AW-2195	450	50	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	2 x 0,08	halbe Naht Ref.
D6	Zirconium	Folie, 4 x 20 µm	EN AW-2195	550	50	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	2 x 0,08	halbe Naht Ref.
D7	Zirconium	Folie, 4 x 20 µm	EN AW-2195	650	50	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	2 x 0,08	halbe Naht Ref.
D8	Zirconium	Folie, 4 x 20 µm	EN AW-2195	500	75	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	2 x 0,08	halbe Naht Ref.
D9	Zirconium	Folie, 4 x 20 µm	EN AW-2195	600	75	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	2 x 0,08	halbe Naht Ref.
D10	Zirconium	Folie, 4 x 20 µm	EN AW-2195	700	75	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	2 x 0,08	halbe Naht Ref.
D11	Zirconium	Folie, 4 x 20 µm	EN AW-2195	550	100	2	8 x 7,8, Ablfl. & Gew.	12	ja	2 x 0,08	halbe Naht Ref.

Tabelle 8: Relevante Versuchsparameter zur Untersuchung der Integration von Zusatzstoffen in Aluminium durch einen Rührreibprozess.

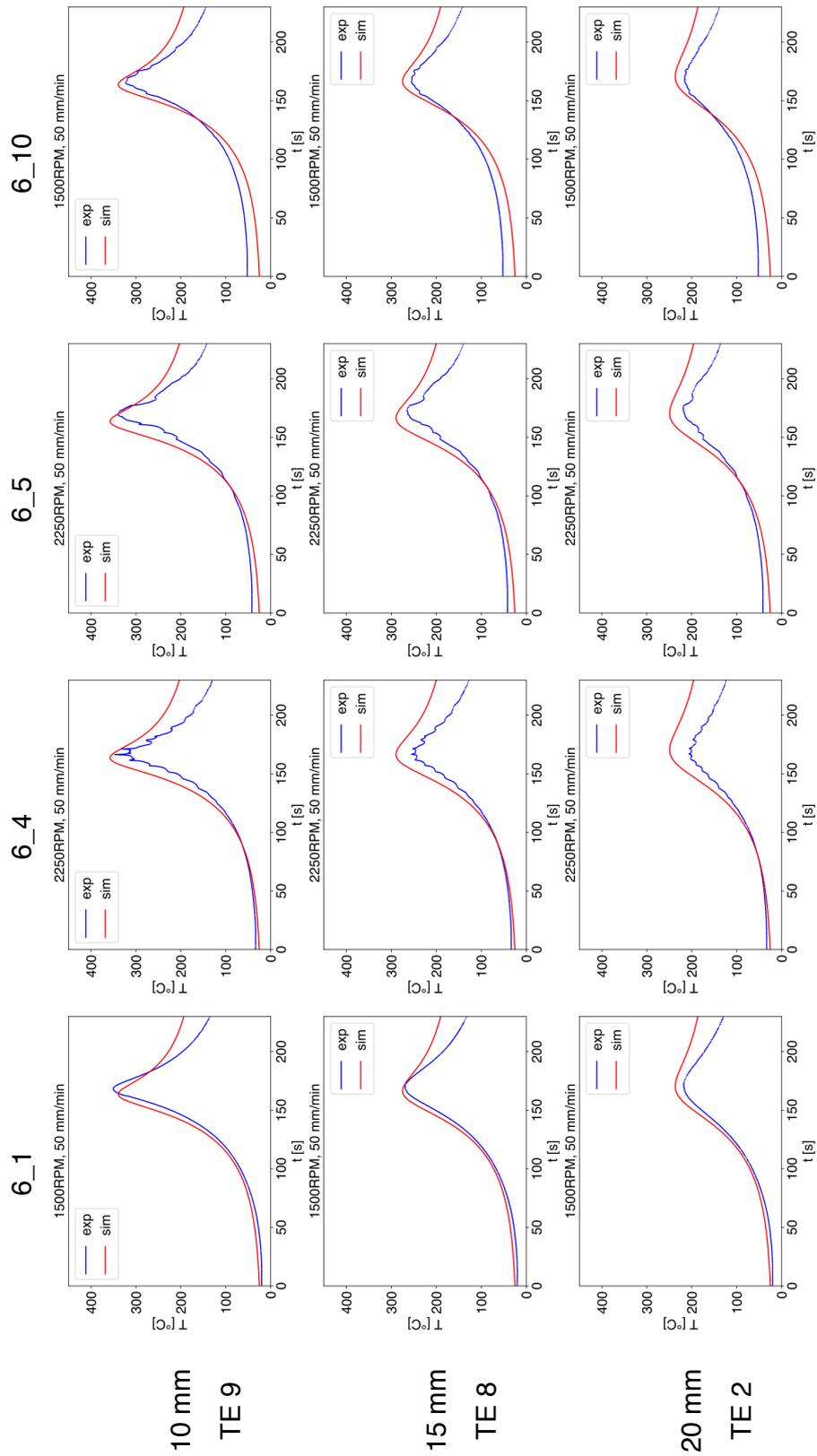


Abbildung 50: Vergleich der Temperaturmessdaten mit FE-simulierten Profilen für alle drei verwendeten Abstände zum Nahtzentrum jeweils für das angegebene Thermoelement.

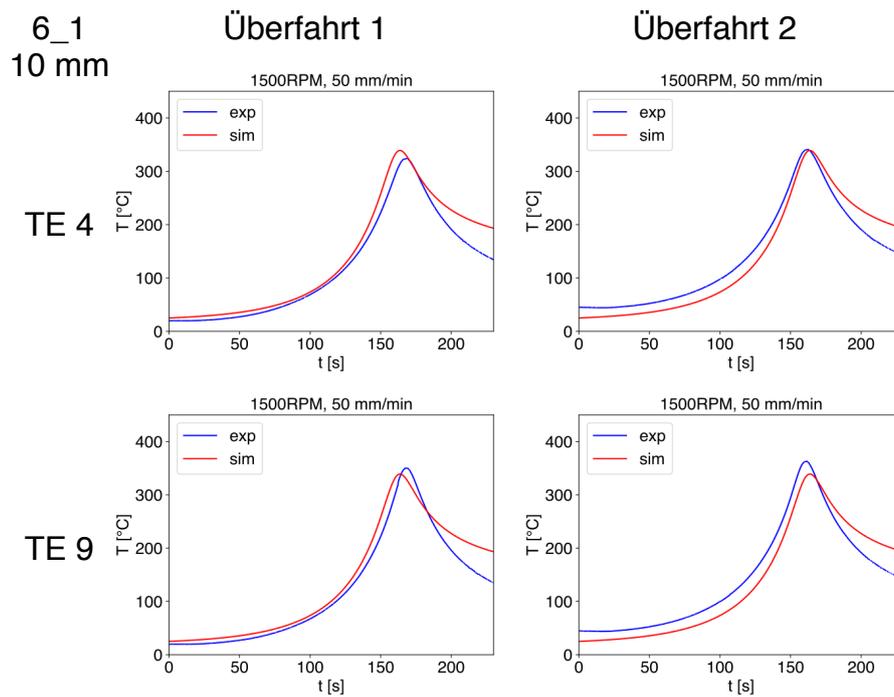


Abbildung 51: Vergleich der Temperaturmessdaten mit FE-simulierten Profilen für beide Überfahrten und Thermoelemente für 10 mm Abstand für die Naht 6\_1.

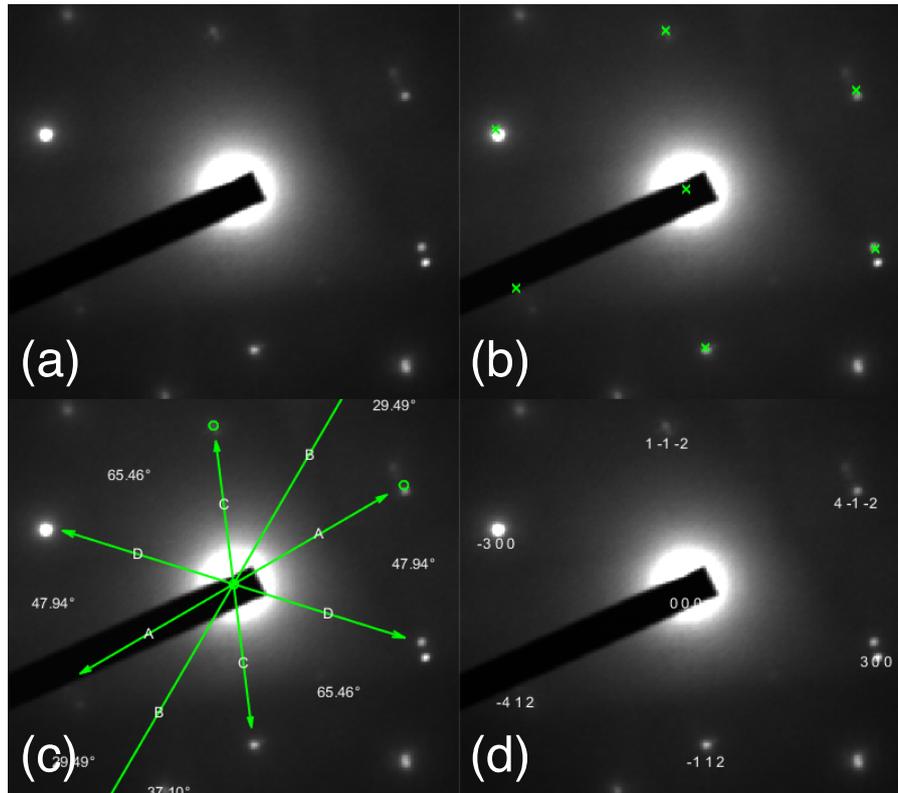
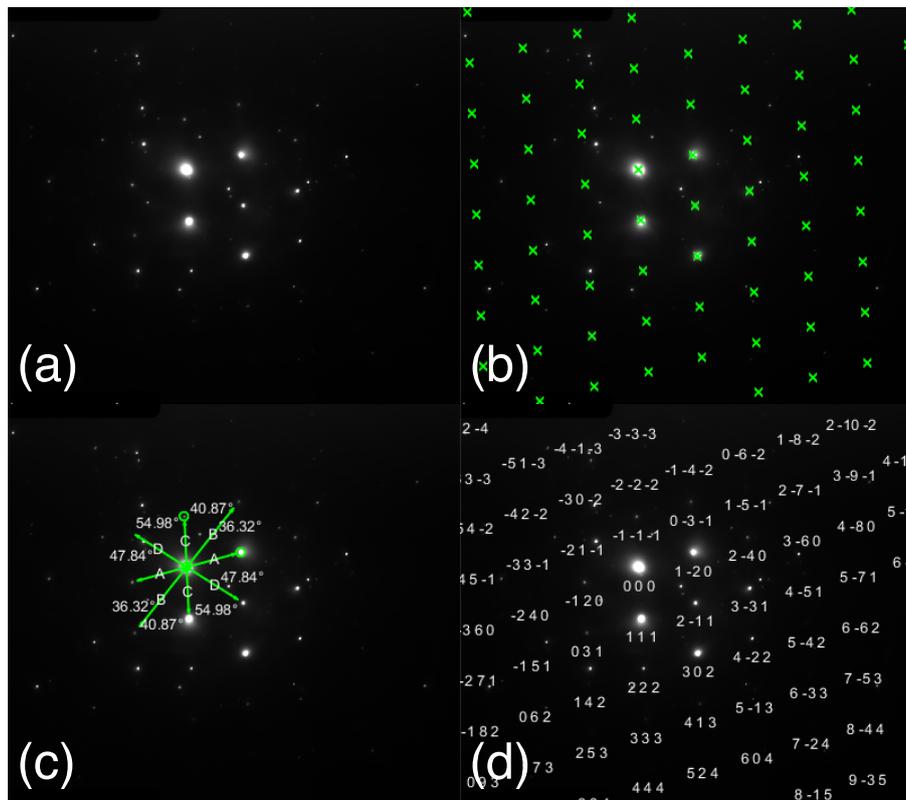
AlCu, Zonenachse  $(0\bar{2}1)$ 

Abbildung 52: CrystBox-Output zur Strukturbestimmung der AlCu-Phase [119] durch Feinbereichsbeugungsbilder. (a) Relevanter Ausschnitt des Beugungsbildes, (b) vorgeschlagenes, reziprokes Gitter, (c) reziproke Gittervektoren mit zugehörigen Winkeln, (d) vollständig indizierte Reflexe.

$\text{Al}_2\text{Cu}$ , Zonenachse  $(\bar{2}\bar{1}3)$ 


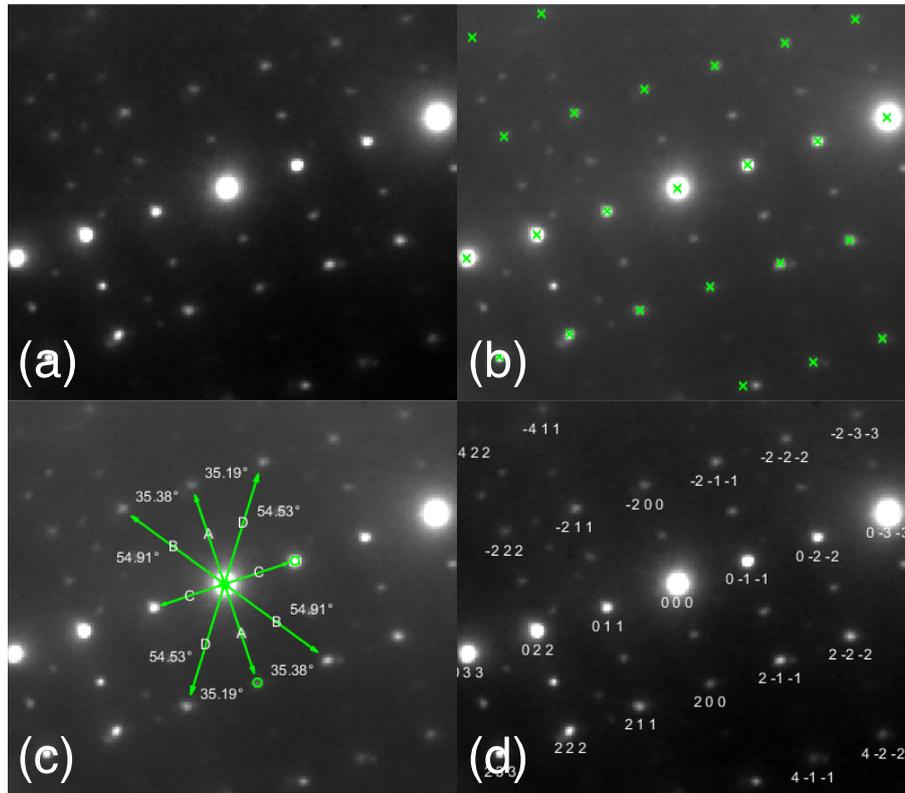
$\text{Al}_4\text{Cu}_9$ , Zonenachse  $(0\bar{1}1)$ 


Abbildung 54: CrystBox-Output zur Strukturbestimmung der  $\text{Al}_4\text{Cu}_9$ -Phase [122] durch Feinbereichsbeugungsbilder. (a) Relevanter Ausschnitt des Beugungsbildes, (b) vorgeschlagenes, reziprokes Gitter, (c) reziproke Gittervektoren mit zugehörigen Winkeln, (d) vollständig indizierte Reflexe. Bei den nicht in Betracht gezogenen Reihen an schwachen Reflexen handelt es sich um für die betrachtete Struktur verbotene Reflexe, sichtbar durch Verzerrung im Gitter.

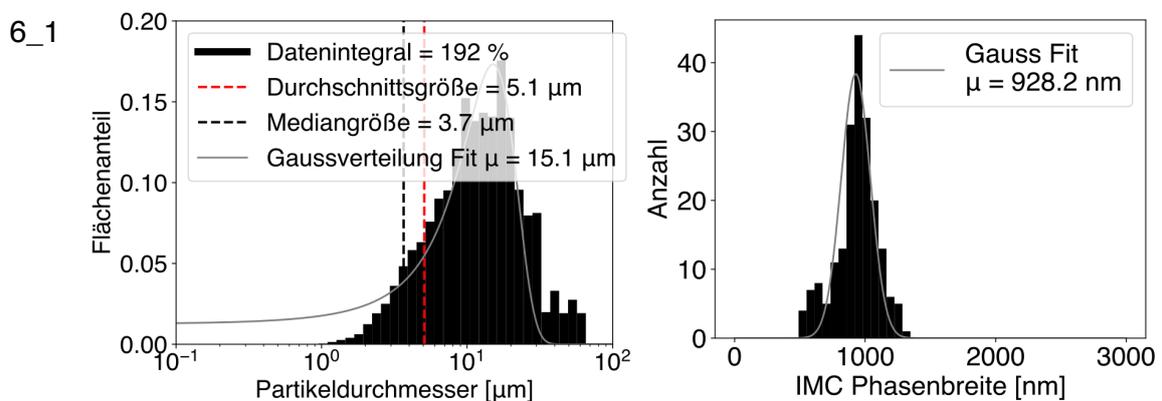


Abbildung 55: Kupferpartikelgrößenverteilung (links) und IMC-Schichtbreitenverteilung (rechts) einer Probe der Naht 6\_1. Beide Verteilungen wurden über die Analyse von SEM-Aufnahmen erstellt.

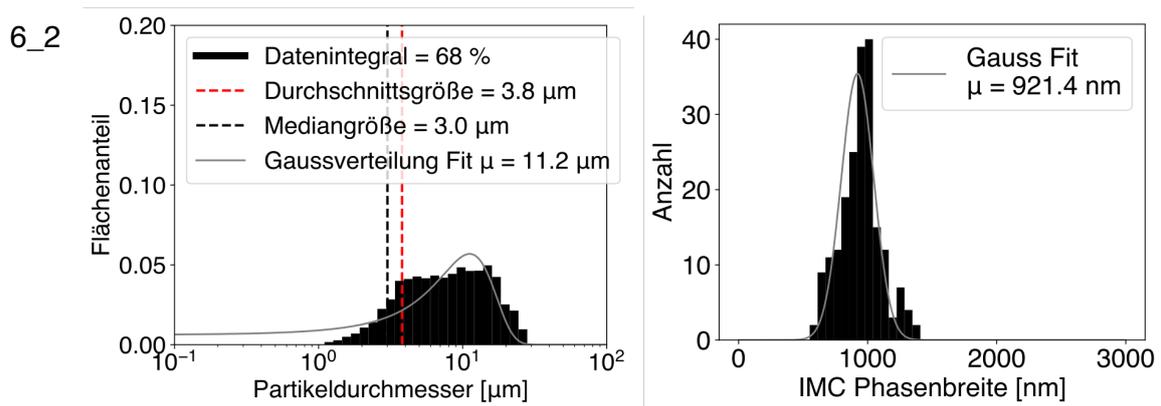


Abbildung 56: Kupferpartikelgrößenverteilung (links) und IMC-Schichtbreitenverteilung (rechts) einer Probe der Naht 6\_2. Beide Verteilungen wurden über die Analyse von SEM-Aufnahmen erstellt.

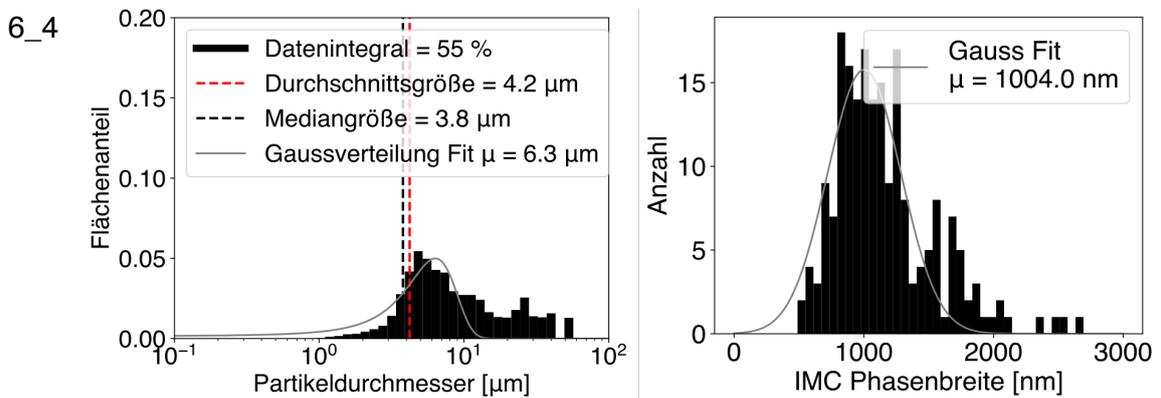


Abbildung 57: Kupferpartikelgrößenverteilung (links) und IMC-Schichtbreitenverteilung (rechts) einer Probe der Naht 6\_4. Beide Verteilungen wurden über die Analyse von SEM-Aufnahmen erstellt.

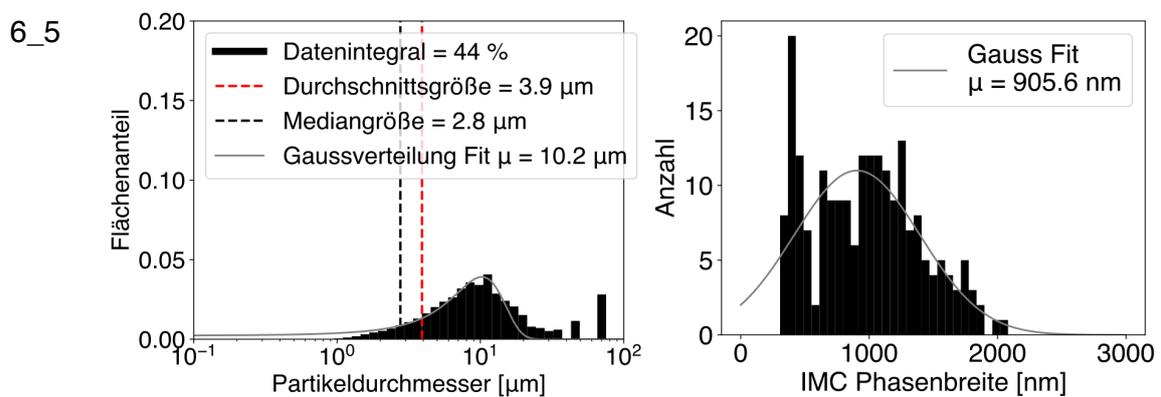


Abbildung 58: Kupferpartikelgrößenverteilung (links) und IMC-Schichtbreitenverteilung (rechts) einer Probe der Naht 6\_5. Beide Verteilungen wurden über die Analyse von SEM-Aufnahmen erstellt.

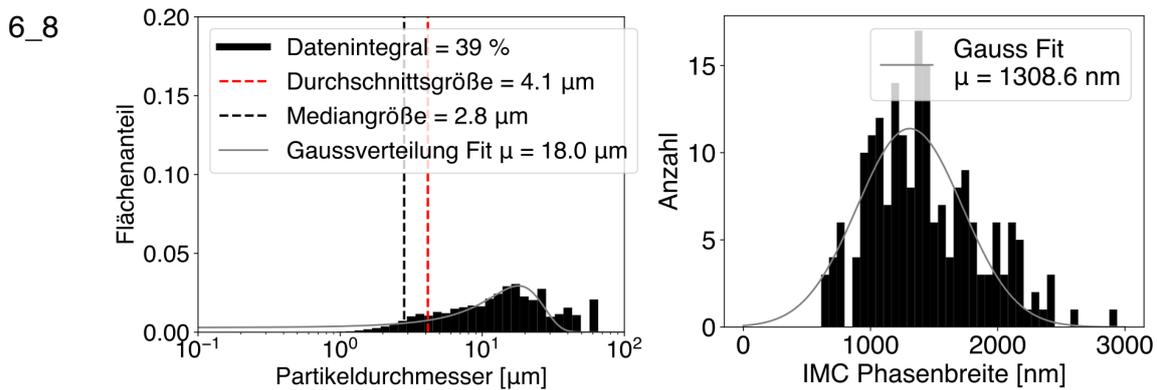


Abbildung 59: Kupferpartikelgrößenverteilung (links) und IMC-Schichtbreitenverteilung (rechts) einer Probe der Naht 6\_8. Beide Verteilungen wurden über die Analyse von SEM-Aufnahmen erstellt.

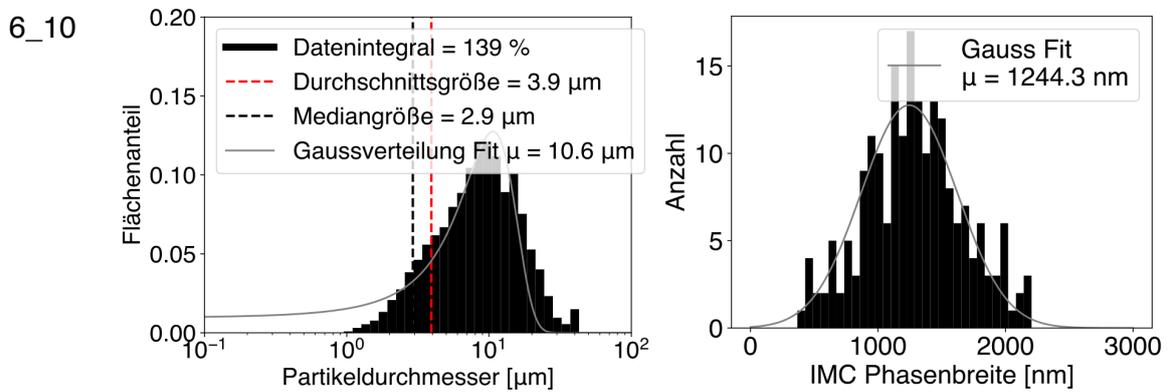


Abbildung 60: Kupferpartikelgrößenverteilung (links) und IMC-Schichtbreitenverteilung (rechts) einer Probe der Naht 6\_10. Beide Verteilungen wurden über die Analyse von SEM-Aufnahmen erstellt.

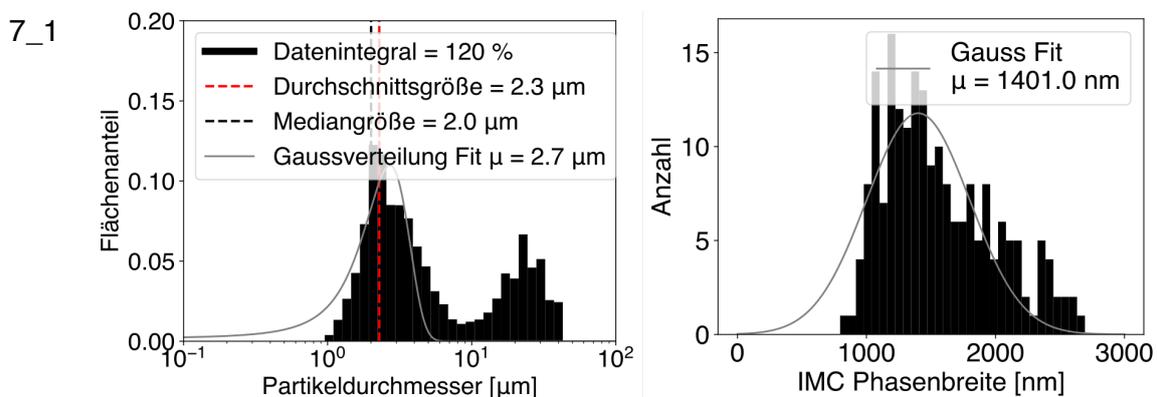


Abbildung 61: Kupferpartikelgrößenverteilung (links) und IMC-Schichtbreitenverteilung (rechts) einer Probe der Naht 7\_1. Beide Verteilungen wurden über die Analyse von SEM-Aufnahmen erstellt.

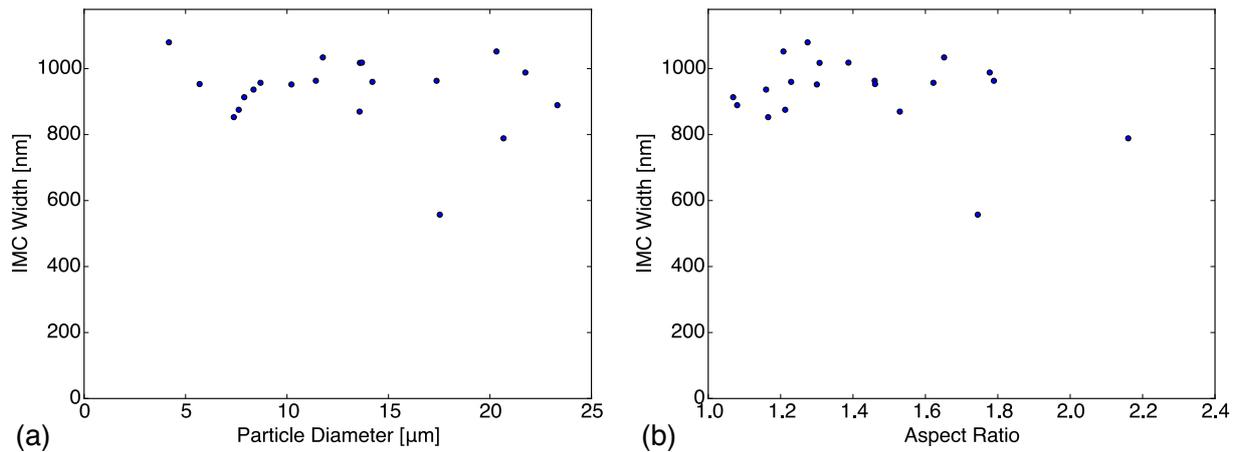


Abbildung 62: IMC-Phasenbreite aufgetragen über (a) Partikeldurchmesser sowie (b) Aspektverhältnis nach Formfit der Kontur mit einer Ellipse für eine Probe der Naht 6\_1.

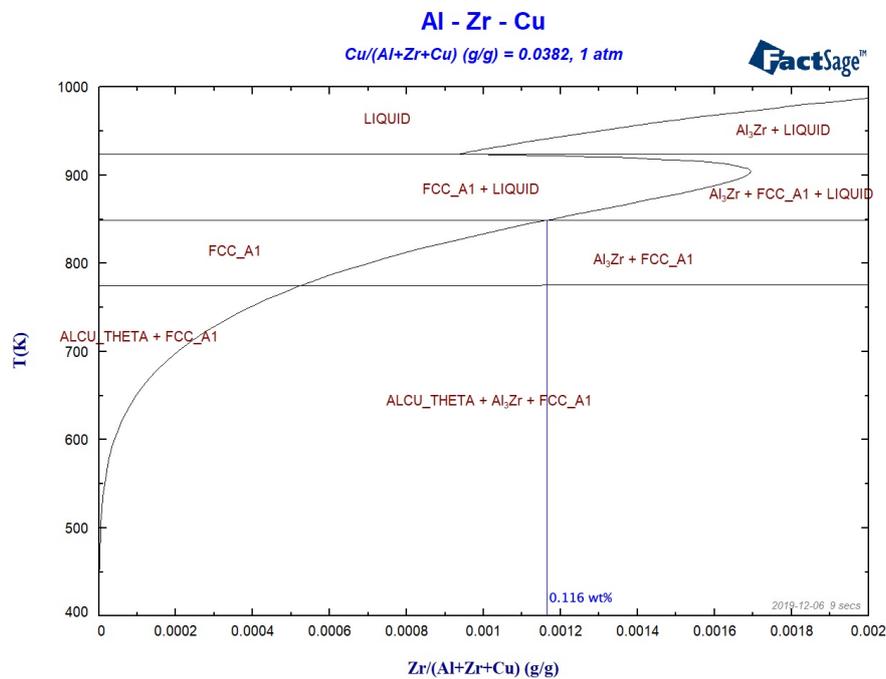


Abbildung 63: Berechnetes Phasendiagramm mit Temperatur über Zr-Konzentration zur Überprüfung des Einflusses des Hauptlegierungselements Kupfer. Die maximale Löslichkeit von Zr ist blau markiert.

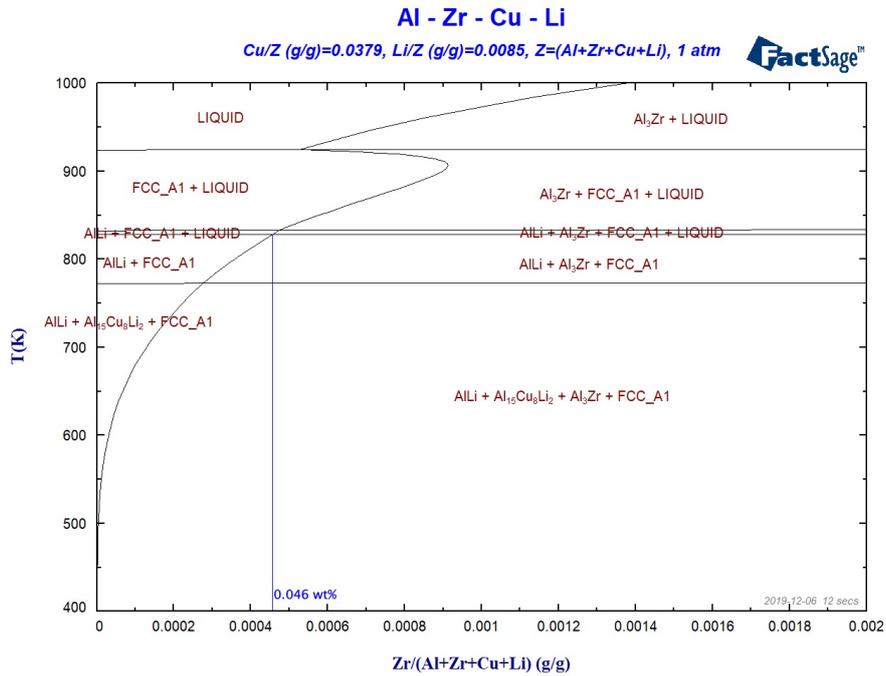


Abbildung 64: Berechnetes Phasendiagramm mit Temperatur über Zr-Konzentration zur Überprüfung des Einflusses des Legierungselements Lithium. Die maximale Löslichkeit von Zr ist blau markiert.

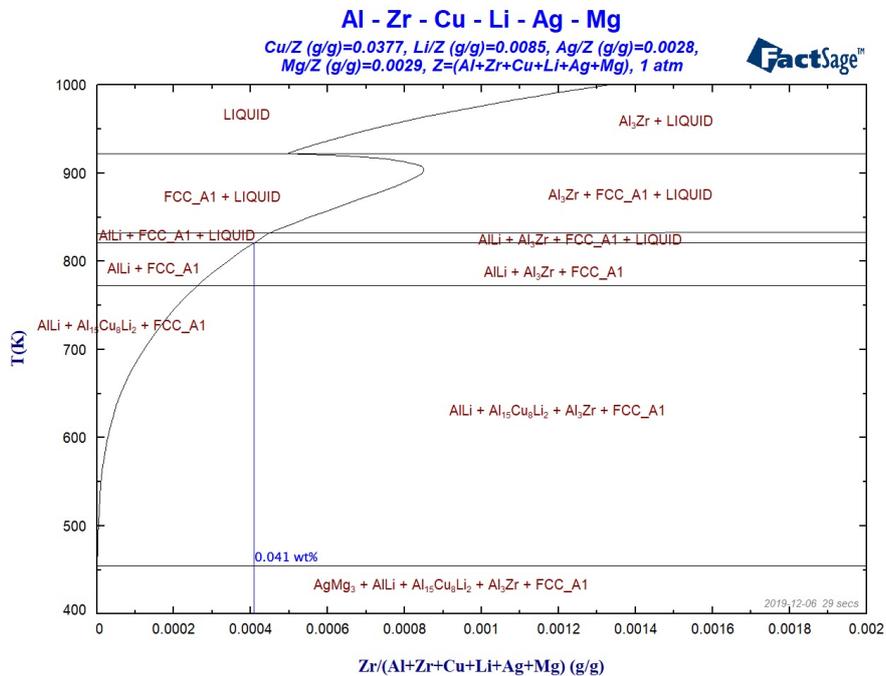


Abbildung 65: Berechnetes Phasendiagramm mit Temperatur über Zr-Konzentration in AN EW-2195. Die maximale Löslichkeit von Zr ist blau markiert.



