Entstehung und Charakterisierung der atomaren Bindung beim Rührreibschweißen von Mischverbindungen

Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades
Dr. rer. nat.

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

von

Roland Marstatt

Augsburg, Juli 2022

Universität
Augsburg
University

Erstgutachter: Prof. Dr. rer. nat. Ferdinand Haider
Zweitgutachter: Prof. Dr.-Ing. Kay Weidenmann

Tag der mündlichen Prüfung: 26. Januar 2023

Science is a field which grows continuously with ever expanding frontiers. Further, it is truly international in scope. Any particular advance has been preceded by the contributions of those from many lands who have set firm foundations for further developments.

John Bardeen (Stockholm, 10. Dezember 1972)

Inhaltsverzeichnis

1 Motivation - Notwendigkeit der metallischen Mischbauweise und dafür geeigneter Herstellungsprozesse 1

2 Metallmischverbunde - Grundlagen und Stand von Wissenschaft und Technik 3

2.1 Der Rührreibschweißprozess 3
2.2 Anwendung des Rührreibschweißens auf Mischverbindungen 5
2.3 Die Rührreibschweißnaht 6
2.3.1 Schweißkonfiguration 6
2.3.2 Nahtgefüge 8
2.4 Intermetallische Phasen 9
2.4.1 Interdiffusion 9
2.4.2 Bildung intermetallischer Phasen in Interdiffusionssystemen 15
2.4.3 Aluminium - Titan - System 16
2.4.4 Aluminium - Kupfer - System 18
2.4.5 Verwendete legierte Materialien 19
2.5 Bindemechanismen beim Rührreibschweißen von Mischverbindungen - Stand der Wissenschaft 21
2.6 Bindemechanismen bei Fügeverfahren im festen Zustand 23

3 Experimentelle Techniken 27

3.1 Herangehensweise 27
3.2 Schweißen und Zerteilung der Proben 27
3.3 Zugversuche 28
3.4 Probenpräparation 28
3.4.1 Querschliffpräparation 28
3.4.2 TEM-Probenpräparation 29
3.5 Elektronenmikroskopie 30
3.5.1 Rasterelektronenmikroskopie 30

3.5.2 Transmissionselektronenmikroskopie 30

4 Mikro- und makroskopische Mechanismen - Form- und Stoffschluss in der Fügezone und Veränderung der Grundmaterialien 31

4.1 Rolle mikro- und makroskopischer Verhakung 31

4.1.1 Verhakung in Aluminium-Titan Nähten 31

4.1.2 Verhakung in Aluminium-Kupfer Nähten 34

4.1.3 Entstehung von Formschluss durch Verhakung 36

5 Atomare Mechanismen - Nachweis und Untersuchung der atomaren Bindung 39

5.1 Stoffschlüssige Bindung an der Fügefläche 39

5.1.1 Stoffschluss in Aluminium-Kupfer-Nähten 39

5.1.2 Stoffschluss in Aluminium-Titan-Nähten 47

5.2 Wachstumskinetik der intermetallischen Phasenschichten 67

5.2.1 Temperaturabhängigkeit 67

5.2.2 Zeitabhängigkeit 70

6 Anwendbarkeit - Kontrolle der intermetallischen Schichten und deren Auswirkung auf die Stabilität und Haltbarkeit 75

6.1 Reproduzierbarkeit durch temperaturgeregelten Fügeprozess 75

6.2 Mechanisches Belastungs- und Versagensverhalten der bindenden intermetallischen Schichten 78

6.3 Korrosionsverhalten der FSW-Mischverbindungen 82

6.4 Veränderung der Dicke der bindenden intermetallischen Schichten durch thermische Anregung 85

6.5 Veränderung der mechanischen Eigenschaften der bindenden intermetallischen Schichten durch thermische Anregung 86

6.6 Möglichkeiten der zerstörungsfreien Analyse der Fügeverbindung 88

6.6.1 Resistometrie 88

6.6.2 Röntgen und Computertomographie 88

7 Zusammenfassung und Ausblick 91

Literaturverzeichnis 93

Danksagungen 102

Abbildungsverzeichnis 104

Kapitel 1

Motivation - Notwendigkeit der metallischen Mischbauweise und dafür geeigneter Herstellungsprozesse

Die elementare Aufgabenstellung moderner Konstruktionsbauweisen ist die immer weitere Steigerung der Effizienz. Dies meint eine gesamtheitliche Optimierung von Energieeffizienz, Kosteneffizienz und Ressourceneffizienz. Da die Möglichkeiten zur Verbesserung durch die reine Formoptimierung von Konstruktionen bereits stark ausgeschöpft sind, wird das Verbesserungspotential momentan hauptsächlich in materialseitiger Optimierung realisiert. Nicht zuletzt moderne Materialmischbauweisen brachten dabei in der jüngeren Vergangenheit die Effizienz voran. Während Verbundbauweisen aus Glas- oder Kohlefasern mit Kunststoffen oder Keramiken bereits in die Anwendung breiten Einzug erhalten haben, stecken Verbundwerkstoffe mit Metallen weitgehend noch in der Entwicklungsphase. Insbesondere Metall-Metall-Verbunde sind kaum genutzt. Da die Unterschiede zwischen den verschiedenen Metallen und ihren Legierungen in Bezug unter anderem auf mechanische Festigkeit, Dichte, elektrische Leitfähigkeit, chemische Beständigkeit, aber auch Materialkosten erheblich sind, ist es rein logisch, diese miteinander zu kombinieren. Noch geschieht dies meist durch kraft- oder formschlüssige Verbindungen wie Verschrauben, Vernieten oder Verpressen. Verschweißen unterschiedlicher Metalle durch Aufschmelzen scheitert oft an der Bildung großer Mengen an Material aus intermetallischen Phasen (engl.: Intermetallic Compound (IMC)). Auch beim Schmelzschweißen unterschiedlicher Legierungen auf Basis des gleichen Metalls kann es zu verschiedenen, auch intermetallischen, negativen Effekten kommen.

Daher besteht für die Entwicklung innovativer Fahrzeugkonstruktionen der Wunsch, verschiedene Metalle in ihren Festphasen miteinander zu fügen. Zwar gibt es dafür bereits einige gut erforschte Prozesse, doch bauen diese in der Regel darauf, die gemeinsame Grenzfläche der Fügepartner durch Deformation zu vergrößern. Ein Beispiel dafür ist das Walzplattieren (engl.: Roll Bonding (RB)). Durch die Oberflächenvergrößerung in Folge der Bauteilelongation brechen die Oxidschichten, die beide Werkstücke trennen auf und neue oxidfreie Flächen entstehen, die in der Lage sind metallische Bindungen miteinander aufzubauen [1] [2]. Dabei bleiben allerdings die Oxidfragmente in der Fügefläche zurück, so dass die tatsächliche Bindefläche deutlich kleiner ist als die gemeinsame Grenzfläche der beiden Werkstücke und die Belastbarkeit der Fügefläche auch unter der der Ausgangswerkstoffe liegt. Diese Problematik ist unabhängig von der Artgleicheit oder -ungleichheit der Werkstoffe. Um dieses Problem zu lösen wird nach Prozessen gesucht, die die Oxidschicht nicht nur aufbrechen, sondern ihre Fragmente auch von der Fügefläche entfernen. Ein solcher Prozess ist der Rührreibschweißprozess, mit dem bereits vielfach unterschiedliche Mischverbindungen erzeugt werden konnten [3]. Die meisten dieser Studien beruhen allerdings auf dem Fügen unter der Variation von Prozessparametern und der anschließenden makroskopischen Untersuchung der Schweißnahteigenschaften und der Verwendung der Ergebnisse zur iterativen Anpassung und Verbesserung des Prozesses und der Prozessparameter. Die Charakterisierung der den makroskopischen Nahteigenschaften zugrundeliegenden mikroskopischen Eigenschaften des Nahtmaterials und die Untersuchung der Bindemechanismen erfolgt nur selten. Die Rolle intermetallischer Phasen die dabei in der Naht entdeckt werden konnten [4] ist nicht ausreichend verstanden und eine allgemeine Theorie die das Fügen von Mischverbingungen mittels Rührreibschweißen ganzheitlich beschreibt existiert nicht.

Zur Aufklärung dieser Fragestellungen gewährte die Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) Prof. Dr.-Ing. M.F. Zäh und dem Institut für Werkzeugmaschinen und Betriebswissenschaften (iwb) der Technischen Universität München, sowie Prof. Dr. rer. nat. F. Haider die Finanzierung eines Gemeinschaftsforschungsprojekts „Bindemechanismen beim Rührreibschweißen von Mischverbindungen“. Dies geschah innerhalb des Schwerpunktprogramms 1640 (SPP 1640) als Teilprojekt A6. Die in diesem Rahmen entstandene Arbeit soll dabei die Bindemechanismen beim Rührreibschweißen von Mischverbindungen bis hinab auf die atomare Ebene untersuchen und die Rolle von intermetallischen Phasen in der Naht klären, um dem akademischen Ziel einer Fügetheorie, aber auch dem industriellen Ziel einer breiten und prozesssicheren Anwendbarkeit einen entscheidenden Schritt näher zu kommen.

Kapitel 2

Metallmischverbunde - Grundlagen und Stand von Wissenschaft und Technik

2.1 Der Rührreibschweißprozess

Entwickelt und schließlich 1991 zum Patent angemeldet wurde das Rührreibschweißverfahren (engl.: Friction Stir Welding (FSW)) von Wayne M. Thomas et al. [5] am The Welding Institute (TWI) in Cambridge, England. Beim Rührreibschweißen werden zwei Werkstücke miteinander gefügt, indem ein rotierendes Werkzeug in die Stoßfläche der beiden Werkstücke eindringt, das Material im Bereich der Stoßfläche durch die auftretende Reibung erwärmt, bis es sich durch das Werkzeug plastisch verformt und dabei die Materialien an der Stoßfläche verrührt. Wenn sich dieses Werkzeug dabei noch lateral vorwärts bewegt, kommt es hinter dem Werkzeug zu einer Verringerung der auftretenden mechanischen Kräfte und zur Abnahme der Temperatur, bis die plastische Verformung zum Erliegen kommt. Zurück bleibt eine stoffschlüssige Verbindung. Eventuell vorher vorhandene, die Werkstücke trennende Oxidschichten werden dabei aufgebrochen und im plastischen Fluss verrührt. Das Werkzeug besteht üblicherweise aus drei Bereichen. Zum einen dem als Pin bezeichneten, oder gemäß DIN EN ISO 25239-1 im Englischen als „Probe“ oder im Deutschen „Stift“ genannten Bereich, der in das Material eindringt. Dieser ist zur Erzeugung eines ausreichenden Materialflusses üblicherweise nicht achs- und rotationssymmetrisch, sondern mit Abflachungen und einem das Material nach unten transportierendem Gewinde ausgestattet. Oft verjüngt sich der Pin auch zu seinem Ende hin. Der zweite, an den Pin angrenzende Bereich des Werkzeugs wird als Schulter bezeichnet. Die Schulter hat einen deutlich größeren Durchmesser als der Pin. Die Schulter dringt, wenn überhaupt,

nur minimal in das Material ein, sondern liegt hauptsächlich auf der Materialoberfläche auf. Sinn der Schulter ist es, eine Grenzfläche von plastisch bewegtem Material mit der Umgebungsluft zu verhindern. Dies verhindert den Verlust von plastifiziertem Material, aber auch das Einrühren von Luftbläschen wird mit unterbunden. Außerdem können dadurch Oxidationsprobleme reduziert werden. Des Weiteren ist die Reibung zwischen Schulter und der Materialoberfläche auch wichtig für den Prozesswärmehaushalt. An die Schulter schließt als dritter Bereich des Werkzeugs eine Werkzeugaufnahme an. Diese ist abhängig von der Maschinerie die verwendet wird. Gängige Maschinerien für den Rührreibschweißprozess sind horizontale und vertikale CNC-Bearbeitungszentren, also sogenannte „CNC-Fräsen“, in entsprechend den Prozesskräften, massiver Ausführung. Zunehmend werden allerdings auch Industrieroboter eingesetzt. Das Rührreibschweißwerkzeug kann dabei aus einem Stück oder in mehreren Teilen gefertigt sein.
Bei dem zum Verschweißen führenden Materialfluss handelt es sich um einen plastischen Fluss, also um eine fortlaufende plastische Deformation des Materials. Der Solidus-Punkt des Materials wird dabei üblicherweise nicht überschritten. Die durch die auftretende Reibung erhöhte Temperatur dient lediglich zur Materialerweichung. Bestens für das Rührreibschweißen geeignet sind daher Aluminiumknetlegierungen bei denen es bereits breite industrielle Anwendung findet. Aber auch alle weiteren kubischen metallischen Werkstoffe, die weicher sind als einfache Werkzeugstähle, wie z.B. Kupfer, sind gut geeignet. Metallische Werkstoffe, die bei erhöhter Temperatur immer noch hohe mechanische Festigkeit aufweisen, wie z.B. Stähle oder Titanlegierungen, stellen besondere erhöhte Anforderungen an das Werkzeugmaterial. Mit Werkzeugen aus speziellen metallischen oder keramischen Werkstoffen lassen sich aber auch diese mit dem Rührreibschweißverfahren fügen. Außerdem eignet sich FSW auch zum Fügen vieler Metal-Matrix-Composites (MMCs), z.B. Aluminium, welches Keramikpartikel enthält [3] oder komplexer metallischer Materialien wie Beryllium-Aluminium-Legierungen, u.a. [6].
Der Rührreibschweißprozess hält zum Fügen von Aluminiumverbindungen immer weiter Einzug in die industrielle Fertigung. Vorreiter war hierbei die Raumfahrtindustrie, wo die NASA 1998 begann, die Fertigung von Wasserstofftanks auf FSW umzustellen [7]. Im Luftfahrzeugbau wurde FSW ab 2004 von Boeing in der Fertigung von Transportflugzeugen der Typen „C-17“ und später „747 Freighter“ eingebracht [8]. Ab 2007 brachte Embraer zusammen mit TWI den FSW Prozess gezielt in die Neuentwicklung der „Legacy 450“- und „Legacy 500“-Jets ein [9]. Somit ist das Fügen gleicher wie auch zweier unterschiedlicher Aluminiumlegierungen im Luft- und Raumfahrtbereich mittels FSW als etabliert zu betrachten. Eine Beispielanwendung für das Fügen von verschiedenen Aluminiumlegierungen ist das in Abbildung 2.1 skizzierte einseitige Aufbringen von Versteifungsprofilen, sogenannten Stringern, aus EN AW-7075 auf EN AW-2024 Bleche für die

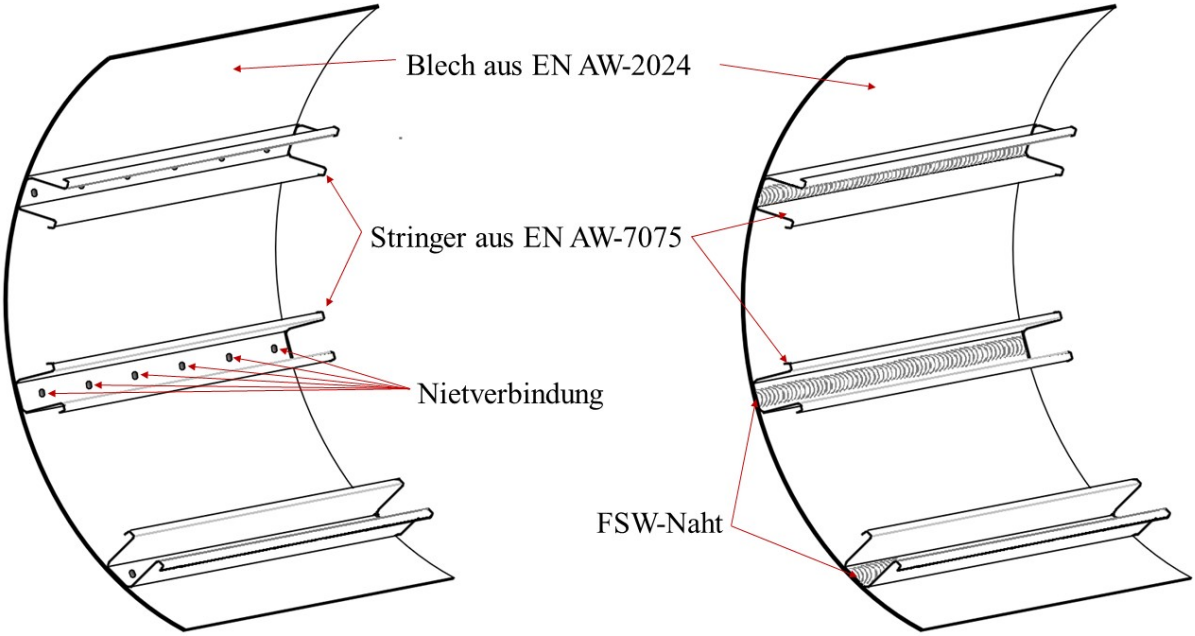

Abb. 2.1: Skizze einer Typischen Al-Al-Mischbauweise im Flugzeugbau; Möglichkeit Vernieten durch Rührreibschweißen zu ersetzen

Flugzeugaußenwand [10]. Dadurch werden zur klassischen vernieteten Bauweise je Flugzeug tausende Nieten und damit erheblich an Gewicht eingespart. Außerdem reduziert das FSW gegenüber dem Nieten deutlich die Produktionskosten.

2.2 Anwendung des Rührreibschweißens auf Mischverbindungen

Das Rührreibschweißen hat sich in einer Vielzahl von Studien als grundsätzlich geeignet erwiesen, eine große Bandbreite an unterschiedlichen Mischverbindungen zu fügen [3]. Der große Vorteil, den das Rührreibschweißen hierbei gegenüber Schmelzschweißverfahren hat, ist die Tatsache, dass das Material eben nicht aufgeschmolzen wird. Bei zwei Werkstücken aus demselben Material und bei unterschiedlichen Werkstoffen, die dieselbe Matrixphase besitzen, wie etwa unterschiedliche Aluminiumlegierungen, liegt der Vorteil im Erhalten der Legierungszusammensetzung und der Vermeidung von Materialerweichung durch Ausheilen im Zuge der starken Hitzeeinwirkung. Bei phasenungleichen Mischverbindungen ist der Vorteil, dass eutektische Erstarrungsgefüge und große Mengen an intermetallischen Phasen, wie sie beim Aufschmelzen und Erstarren während des Schmelzschweißens entstehen, vermieden werden können. Gänzlich vermieden werden können intermetallische

Phasen wohl aber auch beim Rührreibschweißen nicht. So beschrieben Abdolla-Zadeh et al. 2008 [4] erstmals intermetallische Schichten in Al-Cu-FSW-Nähten. Im Labormaßstab wurde eine Vielzahl an Metallmischverbindungen mit dem Rührreibschweißprozess gefügt. Diese können aber größtenteils in zwei Gruppen nach anvisiertem Einsatzzweck unterteilt werden. Zum einen sind dies Materialkombinationen wie Leichtbau. Als Beispiele wären Nähte aus Aluminium- und Titanlegierungen, u.a. [11] (siehe auch 2.4) oder auch Aluminium- und Magnesiumlegierungen, u.a. [12] zu nennen. Zum anderen Anwendungen bei denen elektrische Leitfähigkeit, thermische Leitfähigkeit oder chemische Eigenschaften für Strom und Wärme führende Anordnungen oder Installationen kombiniert werden sollen. Als Beispiele hier sind neben Aluminium und Kupfer (siehe auch 2.4) noch Silber, Messing und Bronzelegierungen zu nennen die in den verschiedenen Kombinationen verschweißt wurden u.a. [13] oder [14]. Insgesamt scheint es, als ließe sich bei geeigneter Wahl der Geometrie und der Prozessparameter jedes ausreichend plastifizierbare Metall mittels FSW mit jedem beliebigen anderen Metall verschweißen

2.3 Die Rührreibschweißnaht

2.3.1 Schweißkonfiguration

Im Zuge dieser Arbeit deutlich relevanter als der Rührreibschweißprozess ist die Rührreibschweißnaht. Es wurden zwei unterschiedliche Stoßkonfigurationen untersucht. Zum einen und in der überwiegenden Mehrheit der untersuchten Nähte ist dies der Überlappstoß. Dabei liegt das eine Blech, das als Oberblech bezeichnet wird, in einem Überlappungsbereich auf dem zweiten Blech, welches folglich als Unterblech bezeichnet wird. Das Oberblech wird durch das Rührreibschweißwerkzeug in seiner gesamten Dicke plastifiziert und auf das Unterblech gefügt. Die Fügefläche ist parallel zu den Blechnormalen und ungefähr orthogonal zur Werkzeugachse. Zum anderen wurde auch eine kleine Zahl an Nähten im Stumpfstoß gefügt und untersucht. Dabei stoßen die Seitenflächen der Bleche aneinander und werden so gefügt, dass die Fügefläche parallel zu Werkzeugachse und Vorschubvektor ist und senkrecht auf den beiden Blechnormalen steht. In Abbildung 2.2 sind die beiden Anordnungen zum besseren Verständnis skizziert. Es existieren weitere Stoßkonfigurationen für das Rührreibschweißen, die aber in dieser Arbeit nicht untersucht wurden.
Für die resultierende Naht, ihre Eigenschaften und das entstehende Materialgefüge von hoher Relevanz ist nun noch die Rotationsrichtung des Werkzeugs im Verhältnis zu dessen Vorschubrichtung und der Stoßkonfiguration. Die Seite, auf der sich die Werkzeugseite in die Vorschubrichtung dreht, wird als Advancing-Side(AS; auch dt.: Gleichlaufseite) bezeichnet. Gegenüberliegend bewegt sich die Werkzeugaußenfläche dem Vorschub ent-

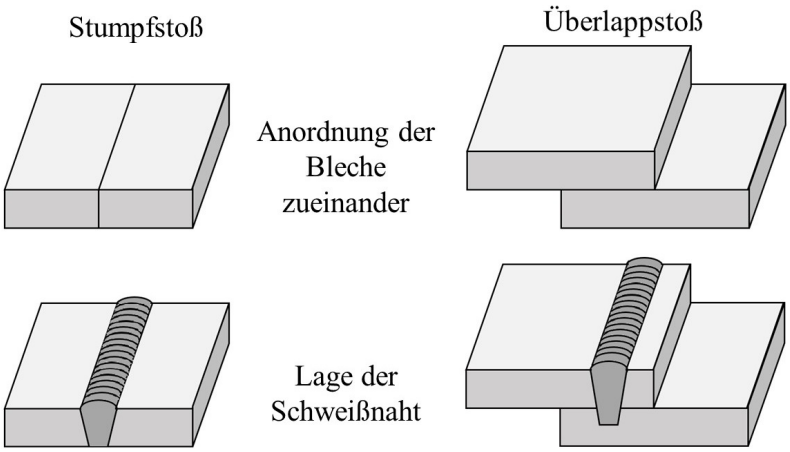

Abb. 2.2: Skizze der in dieser Arbeit betrachteten Stoßkonfigurationen

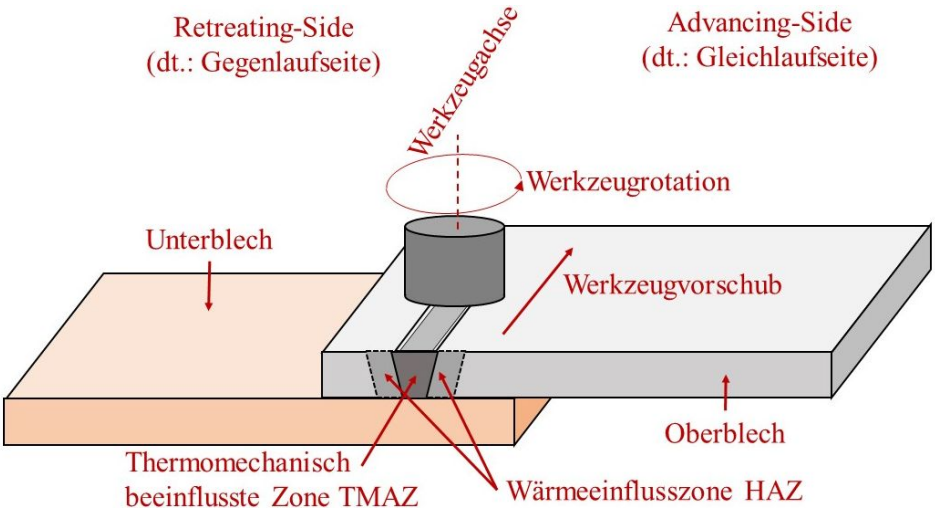

Abb. 2.3: Skizze zu Lage von Advancing- und Retreating-Side

gegengesetzt und man spricht von der Retreating-Side (RS; auch dt.: Gegenlaufseite). Veranschaulicht ist die Lage der beiden Seiten in Abbildung 2.3. Ändert sich der Drehsinn des Werkzeugs oder die Richtung des Vorschubs, so vertauschen die Seiten bezüglich der Stoßkonfiguration

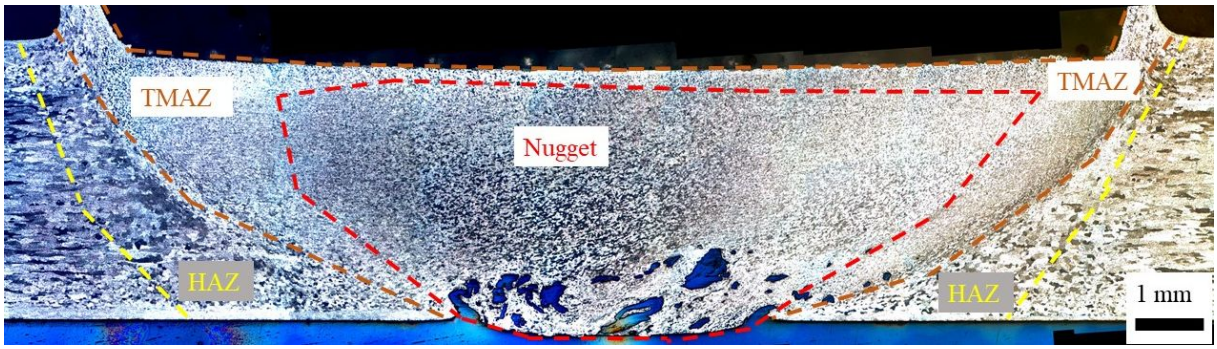

Abb. 2.4: Gefüge einer Rührreibschweißnaht sichtbar gemacht durch Barkerätzung und Markierung der unterschiedlichen Bereiche; Oberblech: Aluminium; Unterblech: Titan

2.3.2 Nahtgefüge

Durch den Rührreibschweißprozess wird das Korngefüge der Bleche im Bereich der Naht massiv verändert und das typische Gefüge einer Rührreibschweißnaht entsteht. Dies besteht aus drei relevanten Bereichen, der Wärmeeinflusszone (HAZ von engl. heat affected zone), der thermomechanisch beeinflussten Zone (TMAZ oder auch TMZ von engl. thermo-mechanically affected zone) und dem zentral gelegenen Nugget. Im Nugget wurde das Material unter der erhöhten Prozesstemperatur so stark verformt und plastifiziert, dass es im Anschluss feinkörnig rekristallisiert ist [15]. Das Material in der thermomechanisch beeinflussten Zone wurde erwärmt und deformiert, ist aber nicht rekristallisiert. Umgeben werden diese Bereiche noch von der Wärmeeinflusszone, in der das Material nicht deformiert, aber erheblich erwärmt wurde. Dabei kommt es zu Ausheilungsprozessen des Walzgefüges der Bleche, wodurch dieser Bereich üblicherweise an Festigkeit verliert und bei ausreichender Bindung an der Fügefläche den Schwachpunkt der späteren Rührreibschweißnaht darstellt. Die drei Bereiche sind in Abbildung 2.4 in einen Nahtquerschliff einskizziert. Da alle drei Bereiche aufgrund der hohen Wärmeleitfähigkeit von Aluminiumwerkstoffen nach dem Prozess schnell abkühlen, ist dort auch eine Leerstellendichte über dem thermodynamischen Gleichgewicht konserviert.

2.4 Intermetallische Phasen

2.4.1 Interdiffusion

Störende intermetallische Phasen in Schweißnähten entstehen entweder durch eine intermetallische Schmelze, was beim Rührreibschweißen aber ausscheidet, oder durch Interdiffusion der festen Phasen. Werden zwei unterschiedliche Metalle zu einer Phasengrenze miteinander verbunden, so tritt dort Interdiffusion mit weiteren, damit verbundenen Effekten auf. Das heißt, es diffundieren Atome des einen Metalls in das andere und umgekehrt. Beim Fügen zweier gleicher Metalle tritt diese Interdiffusion zwar auch auf, aufgrund der Vertauschbarkeit gleicher Atome geschieht dies aber ohne nennenswerte Effekte. Theoretisch beschrieben von Huntington und Seitz [16] und experimentell nachgewiesen durch Kirkendall [17] handelt es sich dabei um Leerstellendiffusion. Das heißt, eine im Material vorhandene Leerstelle wird von einem angrenzenden Atom genutzt, um in diese Position zu wandern und seinerseits wieder eine Leerstelle zu hinterlassen. Die Anzahl der Leerstellen, die im Material vorhanden sind, sind im thermodynamischen Gleichgewicht gegeben als:

$$c_v = e^{\frac{-E_{VF}}{k_b T}} , \tag{2.1}$$

wobei c_v die Leerstellenkonzentration ist, E_{VF} die zur Bildung einer Leerstelle nötige Energie und k_b die Boltzmannkonstante. In einer Rührreibschweißnaht hat sich das Gleichgewicht anfänglich noch nicht eingestellt. Aufgrund der erfahrenen Deformation und des Abfalls der Temperatur unmittelbar nach dem Fügen ist davon auszugehen, dass die Leerstellenkonzentration zuerst über dem Gleichgewichtswert liegt. Wie schnell diese Platztauschvorgänge vor sich gehen, beschreibt der Diffusionskoeffizient D. Er ist materialspezifisch, gilt also für die Wanderung von Atomen eines Elements in einer bestimmten Phase mit einer bestimmten Konzentration. Außerdem hängt er unter anderem noch von der Temperatur ab gemäß:

$$D(T) = D_0 \; e^{\frac{-E_{Akt}}{k_b T}} , \tag{2.2}$$

mit dem präexponentiellen Diffusionsfaktor des Materialsystems D_0 (entspricht dem Diffusionskoeffizienten für $T \rightarrow \infty$) und der Aktivierungsenergie des Diffusionsprozesses E_{Akt}, die die Summe aus der Leerstellenbildungsenergie E_{VF} und der zu überwindenden Energiebarriere bei der Leerstellenwanderung E_{VE} ist. Diese Interdiffusion gehorcht dem 1.Diffusionsgesetz nach Fick [18]:

$$\vec{j} = -D \ \vec{\nabla} c \ . \tag{2.3}$$

Fick besagt in diesem, dass der durch Diffusion verursachte Strom $\vec{j}$ an Atomen proportional zu einem Diffusionskoeffizienten D und dem Gradienten der Konzentration c mit dem Ort ist. Aufgestellt wurde es für den Fall von Flüssigkeiten und damit in nur einer Phase. Liegt wie bei Mischverbindungen eine Grenzfläche zweier fester Phasen vor, so muss der Gradient der Konzentration c durch den des chemischen Potenzials μ ersetzt werden. Man erhält:

$$\vec{j} = -D \ \frac{c}{RT} \ \vec{\nabla} \mu \ . \tag{2.4}$$

An einer Phasengrenze kommt es üblicherweise zu einem nicht differenzierbaren Sprung der Konzentration, während das chemische Potenzial stetig und differenzierbar bleibt. Somit ist Gl.2.4, im Gegensatz zu Gl.2.3, an der Phasengrenze sinnvoll lösbar. Die auf beiden Seiten der Phasengrenze unterschiedlichen Konzentrationen c_{x_1} und c_{x_2} sowie die unterschiedlichen Diffusionskoeffizienten D_{x_1} und D_{x_2} führen gemäß Gl.2.4 zu zwei unterschiedlichen Strömen $\vec{j_{x_1}}$ und $\vec{j_{x_2}}$. Diese Differenz der Diffusionsströme gleicht nun den Konzentrationsgradienten aus. Dies folgt der Kontinuitätsgleichung:

$$\frac{dc}{dt} = -\vec{\nabla} \cdot \vec{j} \ . \tag{2.5}$$

Und insgesamt folgt das 2.Diffusionsgesetz nach Fick [18]:

$$\frac{dc}{dt} = \vec{\nabla}(D \ \frac{c}{RT} \ \vec{\nabla} \mu) \ . \tag{2.6}$$

Einstein zeigte [19], dass bei den von Fick beschriebenen Diffusionsvorgängen, basierend auf der Brown'schen Molekularbewegung, für die Wurzel des mittleren Verschiebungsquadrats $\bar{x^2}$, also die pro Teilchen im Schnitt zurückgelegte Strecke pro Zeit t, gilt:

$$\sqrt{\overline{x^2}} = \sqrt{2 \, D \, t} \ . \tag{2.7}$$

Nach Seitz [20] ist dies auch auf die Atome bei der Leerstellendiffusion anwendbar. An einer Phasengrenze ist die Diffusion gemäß Gl.2.4 aufgrund des Gradienten des chemischen Potenzials stark richtungsabhängig. In der Diffusionsrichtung, also für $x \parallel \vec{j}$ ist Gl.2.6 aber auch gültig. Die Wanderung der Atome und damit der Abbau des Konzentrationsgradienten geht also immer weiter, verlangsamt sich aber mit der Wurzel der Zeit.
An einer Phasengrenze ist außerdem noch zu beachten, dass bei verschiedenen Konzentrationen auch eine Mischung aus mindestens zwei verschiedenen Elementen vorliegen muss.

Gehen wir nun in der Begutachtung wieder zurück in eine Phase, so ist es dort der Fall, dass die unterschiedlichen Atome A und B bei gleicher Konzentration unterschiedliche Sprungfrequenzen und Sprungwahrscheinlichkeiten haben. Sie besitzen also je einen eigenen Diffusionskoeffizienten D_A und D_B. Nach Darken [21] und Bardeen [22] führt das über das 1.Fick'sche Gesetz (Gl.2.3) zu zwei unterschiedlichen Diffusionsströmen der beiden Elemente

$$\overrightarrow{j_A} = -D_A \overrightarrow{\nabla} c_A \tag{2.8}$$

und

$$\overrightarrow{j_B} = -D_B \overrightarrow{\nabla} c_B \ . \tag{2.9}$$

In einem Gemisch aus zwei Elementen A und B mit den Konzentrationen c_A und c_B liegen gemäß Gl.2.1 aber auch noch Leerstellen V mit der Leerstellenkonzentration c_V vor. Im thermodynamischen Gleichgewicht ergibt sich die Leerstellenkonzentration in Abhängigkeit von der Temperatur als:

$$c_{V_{gg}}(T) = e^{\frac{-E_{VF}}{k_b T}} \ . \tag{2.10}$$

Und es gilt:

$$c_A + c_B + c_V = const. \ . \tag{2.11}$$

Ist man nicht im thermodynamischen Gleichgewicht, kann die Leerstellenkonzentration zwar deutlich abweichen, die Gesamtzahl der Leerstellen sollte dabei im Festkörper aber 1‰ nie überschreiten und es folgt näherungsweise:

$$\overrightarrow{\nabla} c_A = -\overrightarrow{\nabla} c_B \ . \tag{2.12}$$

Die Summe der Diffusionsströme ergibt sich als:

$$\overrightarrow{j_A} + \overrightarrow{j_B} = -D_A \overrightarrow{\nabla} c_A - D_B \overrightarrow{\nabla} c_B = -(D_A - D_B) \overrightarrow{\nabla} c_A \ . \tag{2.13}$$

Ist nun $\overrightarrow{j_A} \neq -\overrightarrow{j_B}$ kommt es zu einem Nettoteilchenstrom in eine Richtung und damit verbunden zu einem Nettoleerstellenstrom in die andere Richtung. Dies führt dazu, dass es auf der einen Seite zu einer Erhöhung der Teilchenzahl und dadurch zu einem Volumenzuwachs kommt. Gleichzeitig reduziert sich die Teilchenzahl auf der anderen Seite und das Volumen schrumpft. Bei ausreichend großen Proben kann dies nicht mehr nur an der Oberfläche geschehen, sondern führt auch zur Porenbildung im Inneren, durch sich agglomerierende Leerstellen. Dies wird als Kirkendahl-Effekt [17] bezeichnet. Teilchenzustrom

und -abstrom und Volumenänderung sind dabei über die Konzentration c_{ges} der Teilchen pro Volumen gekoppelt als:

$$\frac{\partial V}{\partial t} = \frac{1}{c_{ges}} j_{ges} \ . \tag{2.14}$$

Bei ungleichen Diffusionsströmen kommt es auch zu einer zunehmenden Verschiebung der ursprünglichen, durch Marker definierten, Grenzfläche und der Matano-Ebene bzw. im Bezug auf die äußere Geometrie [23]. Die Geschwindigkeit $\overrightarrow{v}$ dieser Verschiebung folgt aus Gl.2.12 und Gl.2.14 als [21]:

$$\overrightarrow{v} = \frac{-1}{c}\Big(D_A - D_B\Big)\overrightarrow{\nabla} c_A \ . \tag{2.15}$$

Dies ist die Zweite Darken'sche Gleichung.
Die als Bezugspunkt verwendete, nach Chujiro Matano benannte, Matanoebene ist dabei definiert als Position $x = 0$ einer x-Achse parallel zum Diffusionsstrom, die die Bedingung

$$\int_0^{c_{100\%}} x(c)dc = 0 \tag{2.16}$$

erfüllt, also die Ebene, durch die gleich viel beider Atome in die jeweiligen einander entgegengesetzten Richtungen diffundiert sind. Diese Kirkendall-Verschiebung stellt eine gerichtete Bewegung da. Darken nimmt in seiner Theorie [21] diese als Bewegungsstrom aller Teilchen von

$$j_M = v \cdot c \tag{2.17}$$

beziehungsweise einem Transportstrom der Teilchen der Sorte A von

$$j_{M_A} = v \cdot c_A \tag{2.18}$$

an. Dabei sind die Konzentrationen c und c_A bezogen auf die Position der Matano-Ebene (vgl. [24]).
Den Diffusionsstrom j_D, der zu einer kontinuierlichen Verbreiterung des Vermischungsbereichs um die Matanoebene führt, und dem Fluss j_M, der die Matanoebene im Bezug auf z. B. Marker in der Fügefläche verschiebt, kann man zu einer Gesamttransport-Gleichung addieren:

$$j_{ges} = j_M + j_D = v \cdot c - \tilde{D}\frac{\partial c}{\partial x} \ . \tag{2.19}$$

Diese gilt entsprechend auch für jede Atomsorte einzeln und resultiert in folgender Kontinuitätsgleichung je Atomsorte:

$$\frac{\partial c_A}{\partial t} + \frac{\partial j_{A,ges}}{\partial x} = \frac{\partial c_A}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial x}\left[v \cdot c_A - D_A \frac{\partial c_A}{\partial x}\right] = 0 \tag{2.20}$$

und insgesamt:

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \frac{\partial c_A}{\partial t} + \frac{\partial c_B}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x}\left[D_A \frac{\partial c_A}{\partial x} + D_B \frac{\partial c_B}{\partial x} - v \cdot (c_A + c_B)\right] . \tag{2.21}$$

Geht man nun davon aus, dass sich die Gesamtteilchenzahl nicht ändert und die Leerstellenkonzentration c_V mit unter 0,1 ‰ vernachlässigbar gering ist, gilt $\partial c/\partial t = 0$. Durch Integration folgt dann:

$$D_A \frac{\partial c_A}{\partial x} + D_B \frac{\partial c_B}{\partial x} - v \cdot c = 0 . \tag{2.22}$$

Kombiniert man nun die Gleichungen 2.15 und 2.20 so erhält man:

$$\frac{\partial c_A}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x}\left[D_A \frac{\partial c_A}{\partial x} - \frac{c_A}{c} D_A \frac{\partial c_A}{\partial x} + \frac{c_A}{c} D_B \frac{\partial c_A}{\partial x}\right] \tag{2.23}$$

$$\frac{\partial c_A}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x}\left[\left(\frac{c}{c} D_A - \frac{c_A}{c} D_A + \frac{c_A}{c} D_B\right) \frac{\partial c_A}{\partial x}\right] \tag{2.24}$$

$$\frac{\partial c_A}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x}\left[\left(\frac{c_a}{c} D_A + \frac{c_B}{c} D_A - \frac{c_A}{c} D_A + \frac{c_A}{c} D_B\right) \frac{\partial c_A}{\partial x}\right] \tag{2.25}$$

$$\frac{\partial c_A}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x}\left[\left(\frac{c_B}{c} D_A + \frac{c_A}{c} D_B\right) \frac{\partial c_A}{\partial x}\right] . \tag{2.26}$$

Unter Einsetzen des Stoffmengenanteils $\chi_i = c_i/c$ (bei Darken [21] „N_i“) wird daraus

$$\frac{\partial \chi_A}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x}\left[(\chi_B D_A + \chi_A D_B) \frac{\partial \chi_A}{\partial x}\right] . \tag{2.27}$$

Darken [21] löst dies mit der variablen $\lambda = x/\sqrt{t}$ und der Substitution $\chi_i = f(\lambda)$ zu

$$-\frac{1}{2}\lambda d\chi_A = d\left[(\chi_B D_A + \chi_A D_B) \frac{\partial \chi_A}{\partial \lambda}\right] . \tag{2.28}$$

Über Integration ergibt sich daraus:

$$\chi_B D_A + \chi_A D_B = \frac{-\frac{1}{2}\int_{N_{A,0}}^{N_A} \lambda dN_A}{dN_A/d\lambda} . \tag{2.29}$$

Nach Darken [21] entspricht die rechte Seite der Gleichung gleich $\tilde{D}$ gemäß Boltzmann [25] und auch Matano [24] und damit ist

$$\tilde{D} = \chi_B D_A + \chi_A D_B . \tag{2.30}$$

Die Erste Darken'sche Gleichung (Gl.2.30) und die Zweite Darken'sche Gleichung (Gl. 2.15) beschreiben die isotherme lineare Interdiffusion in einer Phase vollständig. Liegen mehrere Phasen vor, so unterscheiden sich die Diffusionskoeffizienten der Elemente in den

verschiedenen Phasen und damit auch die Interdiffusionskoeffizienten in beiden Phasen. Außerdem kann es auch zu Unterschieden der Diffusionskoeffizienten in einer Phase in Abhängigkeit von der Konzentration kommen. Der Diffusionsstrom führt allerdings dazu, dass sich der Konzentrationsgradient in Bereichen mit höherem Interdiffusionskoeffizient schneller abbaut als in Bereichen mit niedrigerem. Dies führt dazu, dass sich ein Gleichgewicht der Diffusionsströme an jeder Phasengrenze bildet.
Es ist also nun anzunehmen, dass es beim Rührreibschweißen einer Mischverbindung zu dem Fall kommt, dass Bereiche unterschiedlicher Konzentrationen von verschiedenen Atomen bei der erhöhten Prozesstemperatur in Kontakt kommen (vgl. auch 2.6). Dort setzt die oben beschriebene Diffusion ein. Ihre Diffusionsgeschwindigkeit ist gegeben durch die Erste Darken'sche Gleichung (Gl.2.30) in Abhängigkeit von der Temperatur als

$$\tilde{D}(T) = \chi_B D_A(T) + \chi_A D_B(T) \ . \tag{2.31}$$

Die Temperatur fließt dabei gemäß Gl.2.2 exponentiell in die partiellen Diffusionskoeffizienten ein. Leider fehlt es an jeglicher Möglichkeit mit dem Interdiffusionsvorgang verbundene Werte, z.b. $c(x;T;t)$, während des Rührreibschweißvorgangs zu erfassen. Erfassbar ist nur das Resultat in der nachträglichen Analyse. Außerdem kommt es in einer Rührreibschweißnaht zu einem hochgradig dynamischen und durch eine Vielzahl von Einflüssen gestörten Diffusionsvorgang. Aus Gl.2.31 und Gl.2.2 folgt jedoch, dass

$$\tilde{D}(T) \propto e^{\frac{-E_{Akt}}{k_b T}} \tag{2.32}$$

ist. Außerdem gilt weiterhin Gleichung 2.7 als

$$\sqrt{\overline{x^2}} = \sqrt{2\ \tilde{D}(T)\ \cdot t} \tag{2.33}$$

so dass:

$$\sqrt{\overline{x^2}} \propto e^{\frac{-E_{Akt}}{2k_b T}} \tag{2.34}$$

und

$$\sqrt{\overline{x^2}} \propto \sqrt{t} \tag{2.35}$$

ist.

- **Das Anwachsen der Interdiffusionszone ist exponentiell von der Temperatur abhängig.**
- **Das Anwachsen der Interdiffusionszone ist eine Funktion der Wurzel der Zeit.**

2.4.2 Bildung intermetallischer Phasen in Interdiffusionssystemen

Gängige Interdiffusionsfälle starten üblicherweise mit dem Aufeinandertreffen zweier unterschiedlicher Materialien an einer gemeinsamen Grenzfläche. Dies kann als doppelt unendlicher Halbraum mit zwei unterschiedlichen Phasen angesehen werden, wenn die Krümmung der Grenzfläche viel größer als die spätere Ausbreitung der Interdiffusionszone ist. Es liegt also vor dem Einsetzen der Diffusion ein Konzentrationssprung vor, welcher häufig, wie auch im Falle dieser Arbeit, sogar von 0 % auf 100 % geht. Mit Einsetzen der Diffusion kommt es zur Ausbildung eines Konzentrationsverlaufs, der nach kurzer Zeit ein Vielfaches der Atomabstände als Breite erreicht hat. Es entwickelt sich eine Zone, in dem jede Konzentration zwischen 0 % und 100 % an irgendeiner Stelle vorliegt. Abhängig von den Elementen sind die Ausgangsphasen, also die Phasen, in denen die beiden Reinstoffe im thermodynamischen Gleichgewicht üblicherweise vorliegen, nicht mehr die bei diesen Konzentrationen stabilsten Phasen. Eine Phase, die aus einer regelmäßig abwechselnden Anordnung der beiden Elemente besteht, eine sogenannte intermetallische Phase, kann in einer solchen Mischung einen energetisch deutlich günstigeren Zustand darstellen. Was wir aber bei einer Konzentration als stabilste Phase bezeichnen, bezieht sich in der Regel auf das thermodynamische Gleichgewicht. Diesen Zustand hat ein Festkörper dann näherungsweise, wenn er diese Konzentration kontinuierlich aufweist und auch die nötige Zeit und thermische Aktivierung zur Verfügung hatte, um diese energetisch günstigste Anordnung einzustellen. Abgesehen von der permanenten Dynamik eines akut diffundierenden Systems erfüllt auch der Konzentrationsverlauf dies nicht. Ob eine intermetallische Phase in einem Diffusionsexperiment zu nukleiren beginnt, hängt davon ab, ob dabei mehr Energie gewonnen wird als aufgewendet werden muss. Wie viel Energie gewonnen wird, hängt vom Volumen ab, das seine Phase, also in der Regel die Anordnung der Atome von der energetisch ungünstigeren zur energetisch günstigeren hin ändert. In einem interdiffundierenden, doppelt unendlichen Halbraum ist das hauptsächlich abhängig vom Abstand der minimalen Konzentration zur maximalen Konzentration, bei der eine bestimmte intermetallische Phase den günstigsten Zustand darstellt. Was aufgewendet werden muss, hängt hauptsächlich von der Energie ab, die in die Entstehung einer Phasengrenze investiert werden muss. Dabei spielt es eine große Rolle, ob die Phasen an den Grenzflächen kohärent aneinanderpassen, also alle Gitterebenen ineinander übergehen, semikohärent, also mit regelmäßigen Gitterfehlern wie Versetzungen aneinanderbinden oder ob die Gitter inkohärent sind. Im doppelt unendlichen Halbraum liegt bereits zu Beginn eine Phasengrenze vor. Auch deren Kohärenz spielt eine Rolle. Es hängt somit von vielen Faktoren ab, ob, wann, wie viele und welche Phasen sich in der Interdiffusionszone bilden. Fest steht aber,

dass es in jedem System ein unteres Limit an Breite der Interdiffusionszone gibt, bis zu dem sich keine intermetallischen Phasen ausbilden. Außerdem gibt es ein oberes Limit, ab dem alle nach dem Phasendiagramm stabilen Phasen vorliegen. Deren Breite ist dann abhängig von ihrem Konzentrationsbereich und den phasen- und konzentrationsabhängigen Interdiffusionskoeffizienten.

2.4.3 Aluminium - Titan - System

Aluminium kristallisiert kubisch-flächenzentriert (fcc (von engl. face-centered cubic)) mit einer Gitterkonstante von 405 pm [26]. Der Abstand von einem Atom zu seinen nächsten Nachbarn ist demnach 286 pm. Der Schmelzpunkt von reinem Aluminium liegt bei 660 °C [26] . In kommerziell verfügbarem 99,5 Gew.% Aluminium EN AW-1050A [27] verursachen die Restverunreinigungen eine Absenkung des Schmelzbereichs auf 646 - 657 °C [28]. Das Lösen der maximal möglichen Menge von 0,7 At.% Titan im Aluminium hebt den Soliduspunkt auf 665 °C [26].
Titan kristallisiert bei Raumtemperatur in hexagonal dichtester Packung (hcp (von engl. hexagonal close packing) mit den Gitterkonstanten a=295 pm und c=468 pm [29]. Der Abstand zweier benachbarter Atome ist in der (0001)-Ebene a=295 pm und zwischen Atomen benachbarter (0002)-Ebenen 289 pm. Ab einer Temperatur von 882 °C [26] findet ein Phasenübergang zu einer kubisch-raumzentrierten (bcc (von engl. body-centered cubic)) Hochtemperaturphase statt. Diese Temperatur wird durch das Lösen von Aluminium im Titan deutlich erhöht, da das Aluminium die hexagonal dichteste Packung energetisch stabilisiert. Der Schmelzpunkt von reinem Titan liegt bei 1670 °C [26] und wird durch die Lösung von ca. 10 At.% Aluminium noch auf ca. 1700 °C [26] angehoben, bevor er mit höherem Aluminiumanteil wieder abfällt. Das kommerziell verfügbare 99,1 Gew.% technisch reine Titan Ti Gr1 [30] schmilzt bei 1668 °C [31]. Die Phasenübergangstemperatur kann bei Ti Gr1 in Abhängigkeit von den Restverunreinigungselementen, vor allem α-begünstigender Sauerstoff und β-begünstigendes Eisen [26], um wenige °C in beide Richtungen schwanken.
Abbildung 2.5 zeigt das Al-Ti-Phasendiagramm. Titan kann größere Mengen Aluminium in seinen Niedertemperatur-α-Phasen lösen, bevor es beginnt die intermetallische α_2-Phase ($AlTi_3$) zu bilden. In Aluminium hingegen kann sich nur sehr wenig Titan lösen. Die maximale Löslichkeit von 0,7 At.% Titan am Schmelzpunkt fällt zu tieferen Temperaturen rapide ab. Bereits bei 600 °C sind nur noch etwa 0,2 At.% löslich [26]. Bei Raumtemperatur ist von keiner nennenswerten Löslichkeit mehr auszugehen. Oberhalb dieses Löslichkeitslimits beginnt sich die intermetallische η-Phase (Al_3Ti) [26] zu bilden. Kommt es also nun an einer Al-Ti-Phasengrenze aufgrund erhöhter Temperatur zu nennenswerter In-

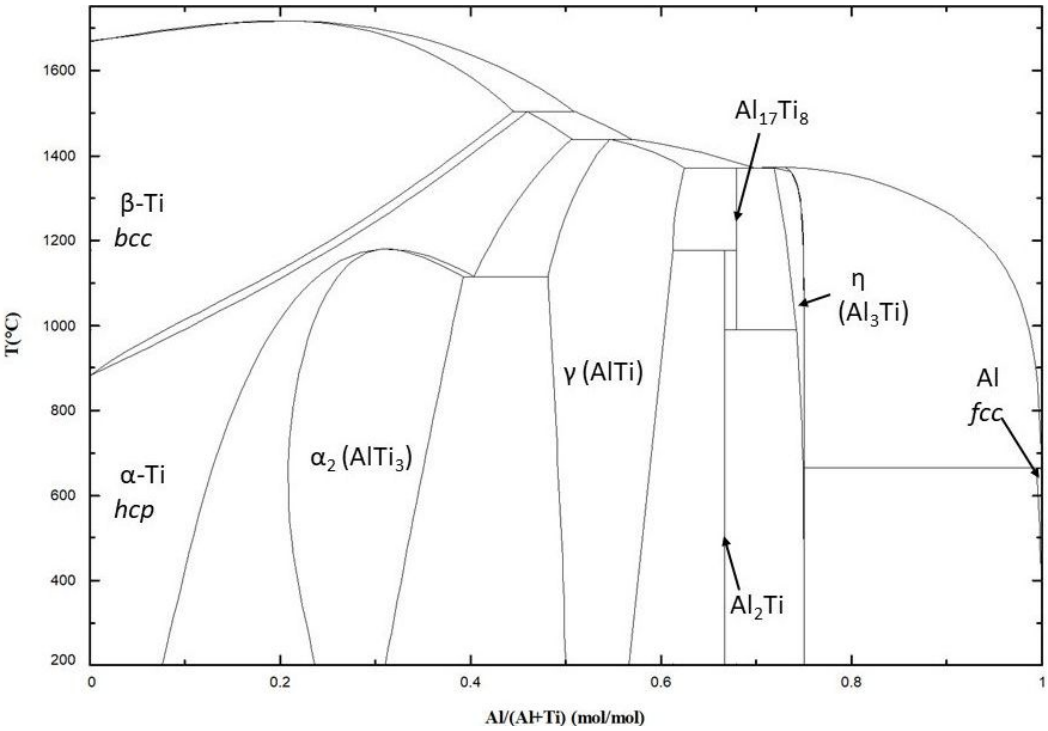

Abb. 2.5: Aluminium-Titan-Phasendiagramm; Generiert mit Factsage7.2 [32] und beschriftet nach Murray [26]

terdiffusion, so reichert sich das Titan nur mit gelösten Aluminiumatomen an, während auf der Aluminiumseite rasch das Löslichkeitslimit überschritten ist und die Nukleation der η-Phase (Al_3Ti) einsetzt. Die η-Phase besitzt eine $D0_{22}$ Struktur mit a=384 pm und c=858 pm [33]. Sollte im weiteren Verlauf der Interdiffusion auch das Löslichkeitslimit von Aluminium im Titan erreicht werden, entsteht die α_2-Phase ($AlTi_3$) [26]. Sie hat im thermodynamischen Gleichgewicht eine $D0_{19}$ Struktur, die sich von der $D0_{22}$ Struktur in der Stapelfolge der dichtesten Ebenen unterscheidet. Im Gleichgewicht gibt es bei relevanten Temperaturen außerdem noch eine γ-Phase (AlTi) [26] mit $L1_0$-Struktur [34] sowie eine Al_2Ti-Phase bei der es zu Struktur [35] [36] und genauem Verlauf [32] [26] im Phasendiagramm keinen eindeutigen Konsens gibt.

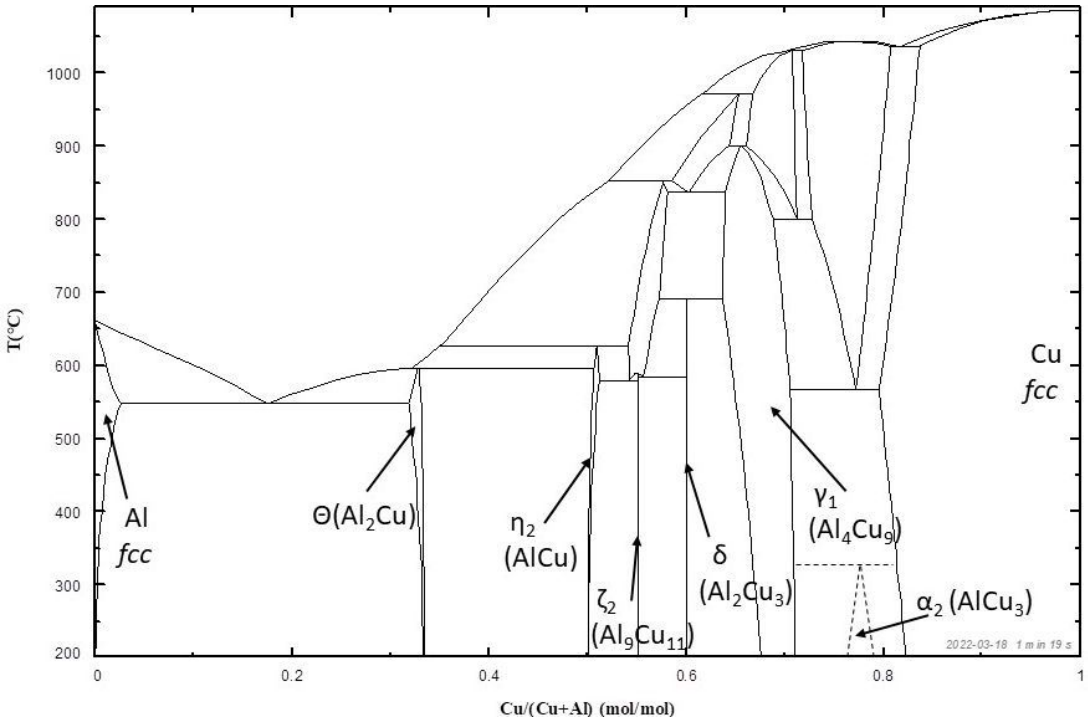

Abb. 2.6: Aluminium-Kupfer-Phasendiagramm; Generiert mit Factsage7.2 [32], relevante Phasen beschriftet und ergänzt nach Murray [37]

2.4.4 Aluminium - Kupfer - System

Kupfer kristallisiert genau wie Aluminium kubisch-flächenzentriert (fcc), allerdings mit einer deutlich geringeren Gitterkonstante von 361 pm [37] und einem daraus resultierenden Atomabstand von 255 pm zum nächsten Nachbarn. Der Schmelzpunkt von reinem Kupfer ist 1085 °C [37]. Der Schmelzpunkt, der in dieser Arbeit betrachteten hochreinen und sauerstofffreien Legierung EN CW008A mit mind. 99,95 Gew.% Kupferanteil, weicht davon nur minimal ab. Das Lösen von Kupfer in der Aluminiumphase gelingt bis zu maximal 2,48 At.% [37].

Das Phasendiagramm von Aluminium und Kupfer ist in Abbildung 2.6 zu sehen. Die Zugabe von Kupfer zu Aluminium führt zu einem eutektischen System mit der θ-Phase (Al_2Cu) mit dem eutektischen Punkt bei 548,2 °C und 17,1 At.% Kupfer [37]. Die θ-Phase (Al_2Cu) selbst hat ihren Schmelzpunkt bei 591 °C [26]. Außerdem können im interessanten Temperaturbereich bei entsprechender Vermischung noch eine η_2-Phase (AlCu), eine ζ_2-Phase (Al_9Cu_{11}), eine δ-Phase (Al_2Cu_3), eine γ_1-Phase (Al_4Cu_9) sowie eine α_2-Phase ($AlCu_3$) entstehen. Die Schmelzpunkte bei Kupfergehalten über 33 At.% , also jenseits der θ-Phase, liegen über 600 °C [37] und damit außerhalb des im Rührreibschweißprozess von Aluminium erreichbaren Prozesstemperaturbereichs.

Die θ-Phase (Al_2Cu) besitzt eine raumzentriert tetragonale Struktur, die nach ihr selbst als Prototyp auch Al_2Cu- bzw. Khatyrkite-Struktur genannt wird. Die η_2-Phase (AlCu) ist monoklin. Die ζ_2-Phase (Al_9Cu_{11}) weist eine kubische $D8_3$-Struktur auf. Von der metastabilen α_2-Phase ($AlCu_3$) wird unter anderem eine kubische $L1_2$-Struktur berichtet [38] [39]. Aber auch andere Strukturen [40] [41] werden berichtet. Dass beide Strukturen beobachtet werden, dürfte wohl an einer sehr geringen Stapelfehlerenergie liegen.
Experimentell untersucht wurden die Bildung und das Wachstum von intermetallischen Phasen an einer Al-Cu-Grenzfläche von Funamizu und Watanabe [42]. Sie ließen Aluminium und Kupfer unter anderem für eine Zeit von 80 h bei 535 °C ($\equiv$ 808 K) interdiffundieren. Bei dieser Dauer und Temperatur ist davon auszugehen, dass ausreichend Zeit und Energie für Phasenreaktion und Keimbildung zur Verfügung stand und bei weiterer Interdiffusion keine neuen intermetallischen Phasen mehr entstehen. Die Stöchiometrie der entstandenen intermetallischen Phasen wurde mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX oder auch EDS (von engl. energy dispersive X-ray spectroscopy)) und chemischer Analyse bestimmt. Gefunden wurden die Stöchiometrien Al_2Cu, AlCu, Al_3Cu_4,Al_2Cu_3 und Al_4Cu_9. Ein Strukturnachweis wurde zwar nicht erbracht, aber Funamizu und Watanabe [42] gehen von θ-, η_2-, ζ_2-, δ und γ_2-Phase aus, wobei die als γ_2 bezeichnete Phase der bei Murray [37] als γ_1-Phase bezeichneten entspricht.

2.4.5 Verwendete legierte Materialien

Da die Nutzung der Ergebnisse dieser Arbeit bezüglich der Bindemechanismen in Al-Ti-Nähten auch für die prognostizierte Anwendung in hauptsächlich mechanisch belasteten Komponenten abzielt, wurden neben den technisch reinen Werkstoffen EN AW-1050A und Ti Gr1 auch die Aluminiumlegierungen EN AW-5754 und EN AW-6082 sowie die Titanlegierung Ti Gr5 „Ti-6Al-4V“ untersucht. EN AW-5754 ist eine naturharte Aluminiumknetlegierung mit 2,60 - 3,60 Gew.% Magnesium, sowie bis zu 0,50 Gew.% Mangan und bis zu 0,30 Gew.% Chrom legiert [27]. Der Soliduspunkt dieser Legierung beträgt 600 °C [43]. Bei der aushärtbaren Knetlegierung EN AW-6082 ist Aluminium mit 0,70 - 1,30 Gew.% Silizium, 0,60 - 1,20 Gew.% Magnesium und 0,40 - 1,00 Gew.% Mangan legiert [27]. Der Soliduspunkt fällt bei einer solchen Zusammensetzung auf 555 °C [44]. Die Wahl dieser Legierungen begründete sich in dem Wunsch zwei Legierungen mit Ähnlichen mechanischen Eigenschaften, aber unterschiedlichem Härtemechanismus zu vergleichen, unter Berücksichtigung der einfachen kommerziellen Verfügbarkeit in den benötigten Mengen und Formaten. Die Titan α-β-Legierung Ti Gr5 enthält 5,5 - 6,75 Gew.% Aluminium und 3,5 - 4,5 Gew.% Vanadium [30]. Sie beginnt bei 1538 °C zu schmelzen und hat ihren β-Transitus bei 999 °C [45]. Die Zusammensetzung der in dieser Arbeit untersuchten Ble-

che wurde vom Hersteller mit 6,57 - 6,58 Gew.% Aluminium, 4,24 - 4,34 Gew.% Vanadium, 0,16 - 0,17 Gew.% Eisen, 0,150 - 0,151 Gew.% Sauerstoff und 0,1 Gew.% anderen Verunreinigungen angegeben [46].

2.5 Bindemechanismen beim Rührreibschweißen von Mischverbindungen - Stand der Wissenschaft

Erstmals wurden intermetallische Reaktionen im Nugget von Al-Cu-Rührreibschweißnähten durch Abdolla-Zadeh und Sazgari [4] berichtet. Sie wählten eine Überlappstoßgeometrie (siehe Abbildung 2.2), bei der das rotierende Werkzeug durch die Stoßfläche der beiden Bleche aus technisch reinem Aluminium und Kupfer fuhr. Dementsprechend wurden die beiden Metalle dort stark fragmentiert und ein Durchmischungsbereich aus Kupferpartikeln in Aluminiummatrix bzw. auch Aluminiumpartikeln in Kupfermatrix entstand. An den Grenzflächen zwischen Aluminium und Kupfer entdeckten sie Bereiche, die sie aufgrund des Bildkontrastes im Rückstreuelektronenbild und den Ergebnissen von EDX-Messungen als intermetallische Phasen der Stöchiometrien Al_2Cu, AlCu und Al_4Cu_9 interpretierten. Diese lagen ebenfalls fragmentiert vor. Auch beschrieben sie einen systematischen Zusammenhang zwischen Prozessdrehzahl und Vorschub und der mechanischen Belastbarkeit der Naht im Zugversuch. Beste Ergebnisse wurden bei einem Vorschub von 118 mm/min und 1500 min^{-1} Drehzahl erreicht, was jeweils knapp unter der Mitte des Prozessfensters zu betrachten ist. Den Einfluss der Prozessparameter auf das Nuggetgefüge oder auf die intermetallischen Effekte betrachteten sie dabei aber nicht.
Genevois et al. [47] zeigten 2011 die Existenz einer intermetallischen Doppelphasenschicht an der bindenden Grenzfläche einer Aluminium-Kupfer-Rührreibschweißnaht in Stumpfstoßkonfiguration (siehe Abbildung 2.2). Durch Untersuchungen mit EDX und Elektronenfeinbereichsbeugung (SAD oder auch SAED (von engl. Selected area (electron) diffraction)) im Transmissionselektronenmikroskop analysierten sie die Schichten als Al_2Cu und Al_4Cu_9. Die Schichtdicke maß dabei etwa 200 nm. Ebenfalls merkten sie an, dass die Schicht in Regionen mit einer Fragmentierung und Verrührung der Werkstoffe davon deutliche Abweichungen zeigte. Eine Variation der Parameter fand in dieser Studie nicht statt.
Zahlreiche weitere Studien untersuchten die bindenden Grenzflächen und auch die Partikel-Matrix-Grenzflächen. Avettand-Fenoel et al. [48] fanden Al_2Cu und Al_4Cu_9 mit EDX, Elektronenrückstreubeugung (EBSD (von engl. Electron backscatter diffraction)) und SAD, Xue et al. [49] fanden mit u.a. EDX und SAD eine Dreiphasenschicht aus Al_4Cu_9, Al_2Cu und einer Phase mit Kupfer übersättigtem (ssss (von engl. Supersaturated Solide State)) α-Aluminiums, während Tan et al. [50] Al_2Cu, Al_2Cu_3 und Al_4Cu_9 mit EDX und SAD fanden.
Zahlreiche weitere Studien, zum Beispiel [51] [52], untersuchten Al-Cu-FSW-Grenzflächen mit Rasterelektronenmikroskopie (REM) und bemerkten dort IMC-Schichten aus Al_2Cu und Al_4Cu_9. Die dabei unternommenen Versuche, diese Schichten mit REM-EDX zu cha-

rakterisieren, sind aufgrund der Fehleranfälligkeit bei der Stöchiometriebestimmung im Nanometerbereich und dem Fehlen einer Untersuchung der atomaren Struktur durch atomar auflösende oder beugende Methoden nicht übermäßig belastbar. Es wird auch beobachtet [52], dass es bei anschließenden Auslagerungen auch sehr schnell noch zu Phasenumwandlungen kommt. Unter anderem wird eine sich optisch abgrenzende Schicht mit 11,9 Gew.% und 13,9 Gew.% Aluminium in der Kupfer-Phase berichtet.
Zum Fügen von Aluminium und Titan mit dem FSW-Prozess gibt es ebenfalls zahlreiche Studien [11] [53] [54] [55] [56] doch bleiben die Bindemechanismen auf atomarer Ebene kaum erforscht. Dressler et al. [53] sowie Aonuma und Nakata [55] entdeckten dabei mit REM an Querschliffen Grenzflächenschichten in FSW-Nähten die je eine deutliche Fragmentierung der beiden Metalle an der Fügefläche und die damit verbundene mechanische Vermischung der beiden aufwiesen. In den zwei Studien sind sehr ähnliche Abbildungen von Grenzflächenschichten mit wirbelartigen Strukturen von etwa 5 µm Gesamtbreite und einr Breite der nicht näher analysierten Unterstrukturen von 1 µ bis hinab zur Auflösungsgrenze der Bilder dargestellt. Aonuma und Nakata [55] fanden mittels Röntgenbeugung (XRD von engl.: X-Ray Diffraction) auch die intermetallische η-Phase (Al_3Ti) in ihrer Naht.
Auch das Fügen von Aluminium mit Stählen stellt eine weitere Metallmischverbindung aus dem metallischen Leichtbau dar, für die das Rührreibschweißen als Fügetechnik interessant und daher vergleichsweise breit erforscht ist. Es existiert eine Vielzahl von Veröffentlichungen, die die Machbarkeit empirisch gezeigt haben [57] [58] [59] [60] [61]. Dabei wurden ebenfalls IMC-Schichten an den Fe-Al-Grenzflächen gefunden, die zum Beispiel als θ-Phase ($Al_{13}Fe_4$ auch Al_3Fe_{1-x}) und η-Phase (Al_5Fe_2) [62] oder als Al_4Fe-Phase [60] identifiziert wurden. Es werden dabei Gesamtschichtdicken zwischen 100 nm und 750 nm berichtet [62]. Dem entgegen stehen die Beobachtungen von Springer et al. [63], dass an der AL-Fe-Grenzfläche einer FSW-Naht aus technisch reinem Aluminium und Stahl keine IMC-Schichten vorhanden sind. Bei Auslagerungsexperimenten bilden sich die IMC-Schichten dann sehr schnell in Form von θ-Phase ($Al_{13}Fe_4$ auch Al_3Fe_{1-x}) und η-Phase (Al_5Fe2). Außerdem sind Al-Fe-Grenzflächen und diese damit verbundenen intermetallischen Effekte auch interessant als Prozessartefakte in rührreibgeschweißten Al-, Al-Ti- und Al-Cu-Nähten, wenn Stahlpartikel aus Pinabrieb oder Stahlstaubpartikel der industriellen Umgebung der Rührreibschweißanlage auftreten.
Um die Rolle von Interdiffusion beim Rührreibschweißen von Mischverbindungen zu klären, fehlte eine systematische Untersuchung von Zusammensetzung und atomarer Struktur der intermetallischen Grenzflächenschichten im Bezug auf eine Variation der Prozessparameter, bei gleichzeitiger Erfassung der Temperatur im Nahtinneren und der strikten Vermeidung der mechanischen Vermischung der beiden Fügepartner als störenden Ein-

fluss.

2.6 Bindemechanismen bei Fügeverfahren im festen Zustand

Die drei möglichen Bindemechanismen zwischen verbundenen Körpern sind Kraftschluss, Formschluss und Stoffschluss [64]. Der Kraftschluss beruht dabei auf der Reibungskraft zweier Körper an einer vollständig ebenen gemeinsamen Grenzfläche aufgrund einer orthogonal dazu einwirkenden Kraft, z. B. der Gewichtskraft. Sobald die Körper nicht mehr perfekt eben sind, liegt Formschluss vor. Es existiert eine Hinterschneidung der Unebenheiten der beiden Körper zueinander. Damit sie sich zueinander bewegen können, muss sich einer der Körper verformen oder eine die Hinterschneidung aufhebende Bewegung machen, die nicht parallel zur einwirkenden Kraft ist. In der Praxis tritt reiner Kraftschluss quasi nie auf, da Oberflächenunebenheiten immer auch Formschluss verursachen. Formschluss hingegen ist eine gängige Methode in der praktischen Anwendung etwa beim Schrauben, Nieten oder Clinchen, oder in Verbindung mit Kraftschluss beim Verklemmen von Objekten oder der Haftreibung von Reifen. Beim Rührreibschweißen von Mischverbindungen ist das Verkneten der beiden Metalle bis zur Ausbildung von Hinterschneidungen eine grundsätzliche Möglichkeit, Bindung durch Formschluss zu erzeugen.
Die dritte Kategorie von Bindung ist der Stoffschluss. Stoffschluss bezeichnet alle Formen von Bindung zweier Oberflächen aneinander, die nicht auf Reibung und einer äußeren Anpresskraft, sondern auf anziehenden Kräften der Atome auf beiden Oberflächen zueinander beruhen. Dies sind atomare Bindungen, also kovalente, metallische oder ionische Bindungen oder auch Van-der-Waals-Bindungen oder Wasserstoffbrücken sowie alle weiteren Formen von Adhäsion und Kohäsion. In der Praxis also die unzähligen verschiedenen Formen von Schweißen und Kleben.
Um zwei Metalle stoffschlüssig miteinander zu verbinden, müssen alle, die beiden trennenden, Schichten an der Fügefläche entfernt werden. Solche trennenden Schichten sind zum einen die Oxidschichten, die sich mit der Luft auf den Metalloberflächen gebildet haben und zum anderen Verschmutzungen, wie z. B. kondensiertes Öl oder Fett von Fingerabdrücken. Wenn diese entfernt sind, müssen die beiden Metalle an einer gemeinsamen Grenzfläche in Kontakt gebracht werden. Bei Fügeverfahren im festen Zustand geschieht dies üblicherweise durch starke Deformation. Für die meisten dieser Verfahren sind die Theorien von Bay [1] [2] direkt oder abgewandelt anwendbar. Diese wurden am Prozess des Walzplattierens (engl.: Roll Bonding) aufgestellt. Diese Theorien besagen, dass die Elongation der Werkstücke die eher spröden Oxidschichten aufreißt und damit auch die darauf

anhaftenden Verschmutzungen. Anschließend werden die beiden Metalle in den Zwischenräumen der Oxidfragmente zusammengedrückt und bilden eine gemeinsame Grenzfläche. An dieser Grenzfläche kommt es nun zur Ausbildung von metallischer Bindung zwischen den Atomen beider Seiten, also zu Stoffschluss. In der Regel bildet sich eine Großwinkelkorngrenze. Sind die Metalle unterschiedlich, ist diese auch eine Phasengrenze. Aufgrund der an der Fügefläche zurückbleibenden Oxid- und Schmutzreste wird eine Bindung nur auf einem Bruchteil der Fläche, welcher der Elongation und damit der Dickenreduktion beim Walzen entspricht, erzeugt. Die Oxidfragmente schwächen dabei auch die Fügefläche und prädestinieren sie als Ort für Versagen unter späterer Anwendungsbelastung.
Zum anderen kann der Sauerstoff der Oxidschichten auch als Teil des Stoffschlusses in die Grenzfläche eingebaut werden. Margin und Balle zeigten [65] [66] mittels Transmissionselektronenmikroskopie(TEM) und Elektronenenergieverlustspektroskopie (EELS von engl. Electron Energy Loss Spectroscopy), dass durch Ultraschalltorsionsschweißen gefügte Aluminium-Titan-Mischverbunde eine etwa 12 nm starke, flächig bindende Oxidschicht auf der Grenzfläche aufwiesen. Sie bestand aus Al_2O_3 und TiO oder nur aus Al_2O_3 und war sowohl mit der Aluminium- als auch mit der Titanmatrix verbunden. Diese entsteht wohl, wenn während des Prozesses die Oberflächen beider Materialien und ihre Oxide in einem einige Nanometer dicken Volumen in eine ungeordnete Ansammlung von Aluminium-, Titan- und Sauerstoffatomen übergeführt werden, welche dann versuchen sich auf kurzer Reichweite wieder energetisch sinnvoll anzuordnen. Dabei erreichten Margin und Balle Scherzugfestigkeiten von 18,3 MPa für Reinwerkstoffe und 56,2 MPa für technische Legierungen.
Da eine massive Materialvermischung beim Rührreibschweißen stattfindet, sind aber auch deutlich andere Mechanismen möglich und auch wahrscheinlich. Allerdings gilt auf jeden Fall auch hier, dass der Prozess die Oxid- und Schmutzschichten in ihrer Ausgangsform zerstören muss. Aufgrund des Materialflusses ist aber nicht davon auszugehen, dass sie an der direkten Grenzfläche zurückbleiben. Sie werden vielmehr in das Materialvolumen der Naht, den sogenannten Nugget, eingearbeitet. Aufgrund des Materialflusses und der erhöhten Temperatur ist auch davon auszugehen, dass sich der Sauerstoff zumindest teilweise im Nugget löst, also als einzelne Fremdatome im dann Mischkristall (engl.: Solid Solution) vorliegt.
In der überwiegenden Mehrheit der Literatur wurden die Materialien an der Grenzfläche miteinander verknetet und ineinander fragmentiert. Üblicherweise lagen dabei keine Spalten oder Lufteinschlüsse im nennenswerten Maße vor, sodass eine Mischung von Stoff- und Formschluss vorlag. Über die Zusammenhänge und Bedeutung der beiden Bindemechanismen separat ist aber wenig bekannt. Deswegen war es unter anderem Ziel der Forschung dieser Arbeit, die Entstehung von Formschluss im Rührreibschweißprozess zu

kontrollieren, also prozesssicher Nähte, je nach Wunsch mit oder ohne Formschluss, zu erzeugen.

Kapitel 3

Experimentelle Techniken

3.1 Herangehensweise

Ziel des Projektes war es zum einen, Bindemechanismen beim Rührreibschweißen aufzuklären und zum anderen, die Zusammenhänge zwischen den Material- und Prozessparametern und der Art und Ausprägung der Bindemechanismen sowie der makroskopischen Nahteigenschaften zu verstehen. Dazu wurden am Institut für Werkzeugmaschinen und Betriebswissenschaften (iwb) der Technischen Universität München Nähte unter Variation der Prozessparameter gefügt und der Prozess dabei optimiert, observiert und weiterentwickelt. Anschließend wurden dort auch die Nahteigenschaften, allem voran die für die Anwendung höchst relevante Scherzugfestigkeit, ermittelt. Im Anschluss wurden am Lehrstuhl für Experimentalphysik der Universität Augsburg umfangreiche Analysen des gefügten Nahtmaterials und der Bindemechanismen an der Grenzfläche, die im weiteren Verlauf dieser Arbeit dargestellt sind, durchgeführt. Schlussendlich wurden die Ergebnisse beider Partner zusammengeführt, interdisziplinär ausgewertet und im Rahmen zahlreicher Publikationen [67] [68] [69] [70] [71] [72] [73] [74] [75] und Abschlussarbeiten u.a. [76] [77] [78] [79] [80] [81] erfolgreich veröffentlicht und dokumentiert.

3.2 Schweißen und Zerteilung der Proben

Die Rührreibschweißmischverbindungen für diese Arbeit wurden am Institut für Werkzeugmaschinen und Betriebswissenschaften (iwb) der Technischen Universität München mit einem HELLER MCH-250 CNC-Bearbeitungszentrum geschweißt. Durchgeführt wurden diese Arbeiten von Markus Krutzlinger, Amanda Zens oder Sophie Grabmann, beziehungsweise unter deren Aufsicht von studentischen und wissenschaftlichen Hilfskräften oder auch Abschlussarbeitenden. Bei der anschließenden Zerteilung der Nähte fand dort

ein Nasstrennschleifer der Firma Buehler vom Typ AbrasiMatic 300 oder am Lehrstuhl für Experimentalphysik I der Universität Augsburg ein Metkon Servocut 301 MA Nasstrennschleifer Verwendung. Dabei wurde der Schnittplan nach Höpfl [80] angewandt. Alle weiteren Schnitte für Querschliff- und TEM-Proben erfolgten dann am Lehrstuhl für Experimentalphysik I mit dem Servocut 301 MA und mit einem ölgekühlten Diamanttrennschleifer Buehler IsoMet 1000.

3.3 Zugversuche

Die überwiegende Mehrheit der in dieser Arbeit gezeigten Zugversuche wurden am Institut für Werkzeugmaschinen und Betriebswissenschaften (iwb) der Technischen Universität München anfänglich mit einer Zwick Z020 und später mit einer Zwick Z150 durchgeführt. Dabei konnte der Versatz der Bleche in Überlappstoßnähten durch die stufenlos einstellbare Einspannung voll kompensiert werden.
Die Dauerschwingversuche wurden in Augsburg mit einer Servohydraulischen Instron 8502 mit einer Zwick TestControl II Steuereinheit bei einer Frequenz von 12 Hz gemacht. Der nötige Versatz von 2,75 mm in der Einspannung konnte mit 2 mm dabei nur teilweise realisiert werden. Aufgrund der nur für Zug ausgelegten Spannbacken wurde im Dauerzug mit einer positiven Unterkraft von 500 N und variierter Amplitude gemessen.
Da bei den Rührreibschweißnähten die Breite der Fügefläche von ca. 4-5 mm nicht genau erfasst werden kann, und sie aufgrund der Deformation im Versuch auch im Nachgang nicht mehr bestimmbar ist, können keine Spannungen angegeben werden. Stattdessen wird die Scherzugkraft verwendet, bei der eine 20 mm breite Probe versagt. Die Variation der Proben von nicht mehr als ±0,5 mm wurde dabei durch Normierung berücksichtigt. Bei den Proben für die Ermüdungsversuche wurde ähnlich verfahren, allerdings bei nur 10 mm Breite

3.4 Probenpräparation

3.4.1 Querschliffpräparation

Zum Zwecke der Querschliffpräparation wurden die Schweißnahtstücke in Einbettformen mit Methylmethacrylat des Typs Technovit 4071 oder Epoxidharz der Firma Struers EpoFix eingegossen. Üblicherweise wurde dazu die zylindrische Form mit 40 mm Durchmesser verwendet. Vereinzelt wurden aber auch für Proben die zylindrischen Formen mit 30 mm oder 25,4 mm Durchmesser gewählt. Eine Alternative stellte das Aufkleben mit Cyanacrylat-Klebstoff (umgangssprachlich auch „Sekundenkleber“) auf runde Aluträger-

platten mit ebenfalls 40 mm Durchmesser dar. Letzteres hatte den Vorteil, nur die komplett metallischen Proben ohne Einbettmasse im REM untersuchen zu können. Die Querschliffflächen wurden mit SiC-Schleifpapier der Firmen Buehler bzw. Struers mit FEPA (von franz.: Fédération Européenne des Fabricants de Produits Abrasifs) Körnungen von P600, P1000, P2500 und zuletzt P4000 abgeschliffen. Dies geschah mit einem Polierautomaten der Firma Buehler, bestehend aus einer EcoMet250 Schleif- und Poliermaschine mit einem AutoMet250 Probenkopf. Geschliffen wurde je drei Minuten nass mit Leitungswasser, mit 5 N Kraft im Einzelandruck. Im Anschluss wurde je drei Minuten mit polykristallinen 3 µm Polierdiamanten in „DP-Suspension“ auf einem „DP-Mol“ Poliertuch, beides von der Firma Struers, im selben Polierautomaten poliert. Darauf folgte ein weiterer Polierschritt mit polykristallinen 1 µm Polierdiamanten in „DP-Suspension“ auf einem „DP-Nap“ Poliertuch. Zum Abschluss wurde ein chemomechanischer Polierschritt auf einem „ChemoMet“ Tuch der Firma Buehler durchgeführt. Es wurde eine Poliermischung aus 6 ml der 40 nm Silicapartikellösung „OP-U“ von Struers, 1 ml H_2O_2, 1 ml EtOH und 4 ml demineralisiertem Wasser hergestellt und zuerst pur und im zunehmenden Verlauf des chemomechanischen Polierschrittes immer weiter mit Wasser verdünnt auf das Tuch getropft. Die Gesamtdauer dieses chemomechanischen Poliervorgangs betrug etwa 720 s. Um ein Trocknen der Polierfläche und das damit verbundene Zusammenklumpen der Silica-Nanopartikel zu unterbinden, wurden die Proben im direkten Anschluss zur vorübergehenden Lagerung in ein demineralisiertes Wasserbad gelegt. Von dort aus wurden sie einzeln zur Reinigung im Ultraschallbad mit demineralisiertem Wasser entnommen und anschließend zur Trocknung der Polierfläche mit reinem Druckstickstoff abgeblasen. Anschließend trocknete der Rest der Probe an der Luft. Zum Schutz vor Staub wurden die Proben dabei mit einem Becherglas abgedeckt.

3.4.2 TEM-Probenpräparation

Zur Untersuchung der Kornstruktur und Kristallorientierung der intermetallischen Schichten und der angrenzenden Bereiche der Grundwerkstoffe wurden aus der Mitte des Schweißnugget Proben der Grenzfläche für die Transmissionselektronenmikroskopie präpariert. Dies geschah auf zwei unterschiedliche Arten. Zum einen wurden mittels eines ölgekühlten Präzisions-Diamanttrennschleifers ca. 500 µm dünne Scheiben, deren Normale in Vorschubrichtung lag, gesägt. Aus diesen Scheiben konnten nun zentral auf der Grenzfläche kreisrunde Stücke mit 3 mm Durchmesser ausgestanzt und mit Schleifpapieren von P1000 bis P4000 FEPA auf Dicken unter 200 µm abgeschliffen werden. Diese wurden mit einem Ionenpolierer PIPS (von engl. precision ion polishing system) Model 691 der Firma Gatan unter Verwendung von Ar-Ionen in ihrem Zentrum elektronentransparent gedünnt.

Der elektronentransparente Bereich fiel leider nur selten mit der Grenzfläche zusammen. Elektrolytisches Vordünnen vor dem PIPS Einsatz verschlechterte die Wahrscheinlichkeit der Präparation im relevanten Bereich zwar etwas, konnte allerdings den Durchsatz deutlich erhöhen. Als alternative Technik wurden aus einigen Proben TEM-Lamellen mittels Focused-Ion-Beam Präparation erzeugt. Diese stammen aus der Grenzfläche der durch Blechnormale und Vorschubrichtung aufgespannten Ebene. Durch keine der beiden Techniken konnte eine TEM-Probenserie von gezielt variierten Schweißparametern erzeugt werden.

3.5 Elektronenmikroskopie

3.5.1 Rasterelektronenmikroskopie

Anfänglich wurde mit einem FEI-Phenom und einem FEI-XL30 ESEM FEG gemessen. Die Auflösung beider Geräte war aber zur Untersuchung der Fügefläche auf Nanoebene für Al-Ti-Nähte gänzlich unzureichend und für Al-Cu-Nähte nicht ausreichend. Außerdem ließ die Effizienz des am XL30 verbauten EDAX EDX Detektor zu wünschen übrig. Beide Geräte konnten lediglich zur Untersuchung der Rauigkeit der Fügefläche (FEI PHENOM [67]) und zur Untersuchung der Bruchflächen (XL30 ESEM mit EDAX EDX [78]) jeweils im Mikrometerbereich genutzt werden. Erst das ab Herbst 2016 verfügbare Zeiss MERLIN mit Gemini2-Säule konnte die Grenzfläche gut genug auflösen um sogar quantitative Untersuchungen an Al-Cu-Nähten durchzuführen [69].

3.5.2 Transmissionselektronenmikroskopie

Zur Abbildung der intermetallischen Phasen an der Fügefläche mittels Rastertransmissionselektronenmikroskopie (STEM von engl. scanning transmission electron microscopy) wurde ein Jeol JEM-2100F verwendet. Dieses Gerät wurde außerdem für SAD- und Hochauflösungs-TEM-Aufnahmen (HR-TEM von engl. high resolution-TEM) bei Al-Cu-Nähten eingesetzt. Für die Dunkelfelduntersuchungen der Al-Ti nähte wurde ein Philips CM12 genutzt. Die letzten Bilder mit atomarer Auflösung der Al-Ti-Grenzfläche entstanden dann in einem Jeol JEM-ARM200F NEOARM.

Software Zur Analyse von SAD-Bildern, im folgenden auch als Diffraktogramme bezeichnet, sowie von Fouriertransformationen aus gemessenen oder simulierten atomar aufgelösten Bildern wurde die Software CrysTBox 1.10 von Klinger et al. [82] [83] verwendet. Außerdem wurden unklare TEM-Bilder auch mit simulierten Bildern abgeglichen, die mit der Software „Dr.Probe 1.9“ von J. Barthel [84] erstellt worden waren.

Kapitel 4

Mikro- und makroskopische Mechanismen - Form- und Stoffschluss in der Fügezone und Veränderung der Grundmaterialien

4.1 Rolle mikro- und makroskopischer Verhakung

4.1.1 Verhakung in Aluminium-Titan Nähten

Bei Schweißnähten im Überlappstoß aus technisch reinem Aluminium EN AW-1050A, als Oberblech, und technisch reinem Titan Ti Gr.1 ist es gelungen [67], in Abhängigkeit von der Werkzeuglänge, der statischen Rotationsgeschwindigkeit und der Vorschubgeschwindigkeit zusätzlich zum Stoffschluss kontrolliert auch Formschluss zu erzeugen beziehungsweise zu vermeiden. Dabei wurde die Werkzeuglänge für konstante Vorschub- und Rotationsgeschwindigkeitswerte variiert. Das EN AW-1050A Oberblech sollte nach Hersteller und Lieferant 4 mm Blechstärke haben. Messungen haben aber gezeigt, dass die tatsächliche Stärke nur zwischen 3880 µm und 3920 µm aufwies. Es wurde ein Werkzeug mit einem in der Werkzeugschulter axial verschiebbaren Pin verwendet. Die Werkzeugschulter wurde positionsgeregelt 100 µm in das Oberblech getrieben. Letztendlich wurde mit Werkzeuglängen, also dem Abstand zwischen Pinspitze und Schulter, zwischen 3760 µm und 3500 µm gearbeitet. So wurde ein geringer positiver Abstand d_{eff} zwischen Pinspitze und der Stoßfläche, also der Oberfläche des Unterblechs, sichergestellt. Zur Veranschaulichung ist dies in Abbildung 4.1 skizziert. Dieser d_{eff} bezieht sich auf die Set-up Geometrie. Durch thermische Ausdehnung und Vibrationen kann der tatsächliche Abstand im Prozess

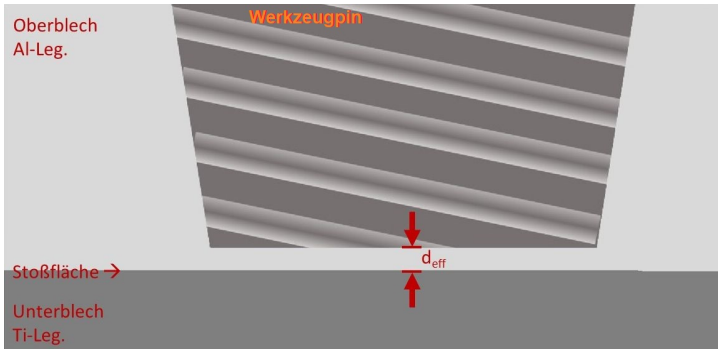

Abb. 4.1: Skizze zur Veranschaulichung von d_{eff} in Überlappstoß

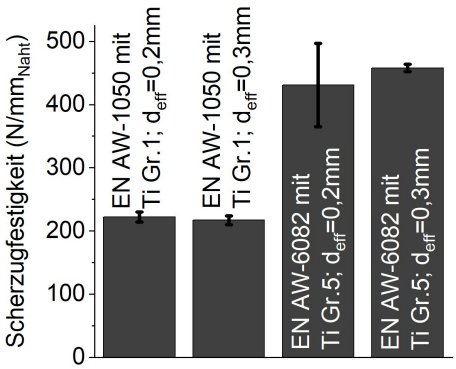

Abb. 4.2: Blockdiagramm zu Scherzugfestigkeiten F_{SZ} [67]

Abb. 4.3: EN AW-1050A (oben) mit Ti Gr.1; geschweißt bei d_{eff} = 0,3 mm und 2800 min^{-1} (Probe I90); F_{SZ}=217 ±7 N/mm$_{Naht}$ [67]

Abb. 4.4: EN AW-6082 (oben) mit Ti Gr.5; geschweißt bei d_{eff} = 0,3 mm und 2800 min^{-1} (Probe I101); F_{SZ}=458 ±6 N/mm$_{Naht}$ [67]

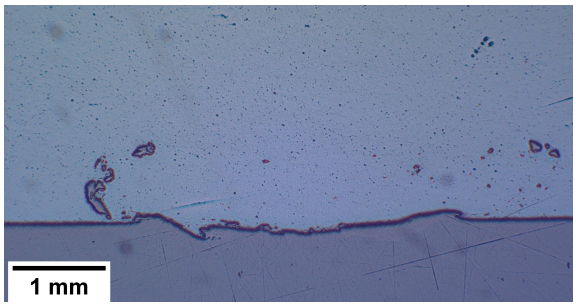

Abb. 4.5: EN AW-1050A (oben) mit Ti Gr.1; geschweißt bei d_{eff} = 0,2 mm und 2800 min^{-1} (Probe I70); F_{SZ}=222 ±8 N/mm$_{Naht}$ [67]

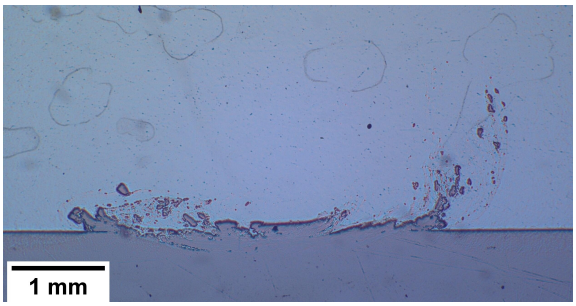

Abb. 4.6: EN AW-6082 (oben) mit Ti Gr.5; geschweißt bei d_{eff} = 0,2 mm und 2800 min^{-1} (Probe I79); F_{SZ}=431 ±66 N/mm$_{Naht}$ [67]

aber noch geringer werden. Querschliffbilder haben schnell gezeigt, dass Abstände unter d_{eff}= 200 µm zu einer starken Verletzung des Unterblechs führen. Über einem d_{eff}= 300 µm gab es zunehmend Probleme, eine hinreichende Verbindung der Bleche zu erreichen. Die Abbildung 4.3 zeigt das metallographische Querschliffbild einer solchen Schweißnaht, die mit einem Abstand des Werkzeugpins zur Oberfläche des Unterblechs von d_{eff} = 0,3 mm geschweißt wurde. Eine ebene Grenzfläche mit ausschließlich stoffschlüssiger Bindung ist entstanden. Daneben zeigt Abbildung 4.5 den Nahtquerschnitt bei einem d_{eff} = 0,2 mm. Man kann deutlich das Aufbrechen der Oberfläche des Unterblechs, die im Nugget verteilten Fragmente aus Titan und die entstandene Mikroverhakung zu beiden Seiten der Aushöhlung erkennen. Ob dies allein durch einen verstärkten Materialfluss aufgrund des geringeren Abstands zum drehenden Werkzeug entstanden ist oder ob es doch zum Kontakt zwischen Unterblech und Pin kam, lässt sich im Nachgang anhand der Schliffbilder nicht mehr feststellen. Die Abbildungen 4.4 und 4.6 zeigen das gleiche Bild für Nähte aus den technischen Legierungen EN AW-6082 und Ti Gr.5, die ansonsten identisch zu den Nähten in den Abbildungen 4.3 bzw. 4.5 gefügt wurden.
Die zugehörigen Untersuchungen der Scherzugfestigkeiten [67], dargestellt in Abbildung 4.2, haben gezeigt, dass unter optimalen Versuchsparametern bei der Materialkombination von EN AW1050A mit Ti Gr.1 die maximale Belastbarkeit mit dem zusätzlichen Kraftschluss mit F_{SZ}= 222 N/mm$_{Naht}$ und damit bei 102,3 % im Vergleich zur rein stoffschlüssig gefügten Naht etwas höher liegt. Im Fall der technischen Legierungen EN AW-6082 und Ti Gr.5 fällt der Wert mit F_{SZ}= 431 N/mm$_{Naht}$ sogar auf 94,3 % unter die der rein stoffschlüssigen Naht ab. Insgesamt sind die Unterschiede zwischen rein stoffschlüssigen Nähten und solchen mit kombiniertem Stoff- und Formschluss aber im Bereich von ±10 %. Der Stoffschluss ist also mit deutlichem Abstand der Hauptbindemechanismus. Außerdem konnte noch beobachtet werden, dass die Scherzugfestigkeit bei den Nähten mit zusätzlichem Kraftschluss eine größere Streuung zeigt. Die Ergebnisse der Scherzugversuche in Scherzugspannungen umzurechnen ist fehlerbehaftet, da die Breite der Fügezone und damit die Anbindungsfläche nicht sehr präzise erfasst werden kann. Überschlagen kommt man aber auf Werte von mindestens 40 MPa für die kommerziell reinen und 90 MPa für die technischen Legierungen. Das sind deutlich höhere Werte als die 15,2 MPa respektive 56,2 MPa die Balle und Magin [66] [65] in ihren Ultraschallschweißnähten erreichen konnten. Dies spricht für einen erheblich stärkeren stoffschlüssigen Mechanismus als die Ausbildung einer gemeinsamen oxidischen Zwischenschicht, wie sie dort berichtet wurde. Auch in Schweißversuchen in Stumpfstoß und einer Variation der Position der Pinflanke in Bezug auf die Stoßfläche konnte qualitativ gezeigt werden, dass eine zufriedenstellende Bindung ohne Formschluss erzeugt werden kann, wie in den Abbildungen 4.7 und 4.8 zu sehen ist. Im Zugversuch zeigte die rein stoffschlüssige Naht mit F_{SZ}= 393 ±144

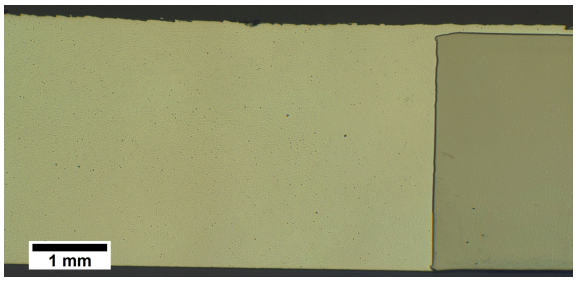

Abb. 4.7: EN-AW-5754 (rechts) mit Ti Gr.5; geschweißt in Stumpfstoßkonfiguration mit +0,1 mm lateralem Abstand der Pinflanke zur Stossfläche bei 1800 min^{-1}; F_{SZ}= 393 ±144 N/mm_{Naht} (Probe IS4)

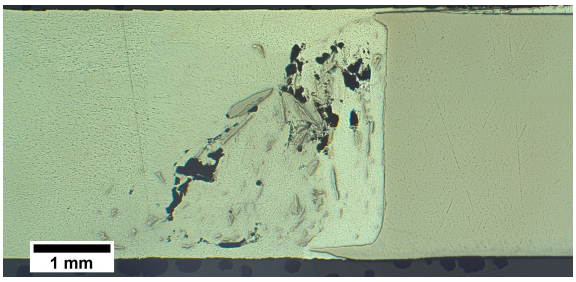

Abb. 4.8: EN-AW-5754A (rechts) mit Ti Gr.5; geschweißt in Stumpfstoßkonfiguration mit -0,5 mm lateralem Abstand der Pinflanke zur Stossfläche bei 1800 min^{-1}; F_{SZ}= 331 ±45 N/mm_{Naht} (Probe IS12)

N/mm_{Naht} eine höhere durchschnittliche Festigkeit, aber auch eine höhere Streuung als die stoff- und formschlüssige Naht mit F_{SZ}= 331 ±45 N/mm_{Naht}. Bei der Stumpfstoßkonfiguration kam es aber auch häufig zu den in Abbildung 4.8 sichtbaren Problemen einer Porenbildung, weswegen ein quantitativer Vergleich hier problematisch ist.

4.1.2 Verhakung in Aluminium-Kupfer Nähten

Auch bei FSW-Überlappstoßnähten aus technisch reinem Aluminium und Kupfer ist das Entstehen von Formschluss optional möglich, wie in [70] berichtet. Abbildung 4.9 zeigt einen metallographischen Querschliff aus einer solchen Naht mit einer homogen ebenen Grenzfläche. Wirkt der Materialfluss stärker auf das Unterblech ein, so kommt es zu einem leichten Materialabtrag von Kupfer in der Mitte der Fügefläche und dem Transport und der Ablagerung in Form einer ca. 50 µm Erhebung des Unterblechs hin zur Advancing Side. Abbildung 4.10 und Abbildung 4.11 zeigen dies sehr deutlich. Die Nähte unterscheiden sich lediglich mit 500 °C beziehungsweise 535 °C um 35 °C in ihrer geregelten Prozesstemperatur. Die höheren Set-Temperaturen und die diese erzeugenden höheren Drehzahlen sorgen für den höheren Materialfluss. Da es über diesen Temperaturbereich des Prozessfensters durchgehend beobachtet werden kann, handelt es sich also nicht um den Übergang zwischen ebener Fügefläche und durchmischter Fügefläche, sondern um einen eigenen Zwischenzustand des Materialtransports. Erst wenn, wie in Abbildung 4.12 gezeigt, die Prozesstemperatur noch einmal deutlich höher ist, kommt es zur Fragmentierung des Kupferblechs und einem Ineinander-Verrühren an der Grenzfläche. Ursache für das spätere Einsetzen des Fragmentierens im Vergleich zu den Titanwerkstoffen dürfte die höhere Duktilität und auch die bessere Wärmeleitfähigkeit des Kupfers sein.
Eine Fügung von Aluminium und Kupfer mit ebener Fügefläche setzt bei geeignetem d_{eff}

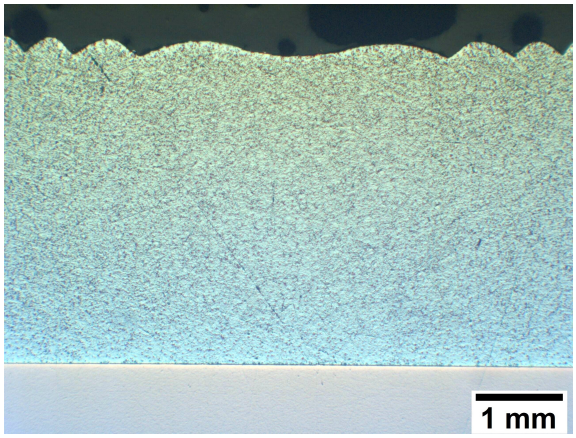

Abb. 4.9: EN AW-1050A (oben) mit EN CW008A; geschweißt bei T_{set} = 465 °C (Probe ICTMP3e); F_{SZ}= 248 ±3 N/mm$_{Naht}$ [70]

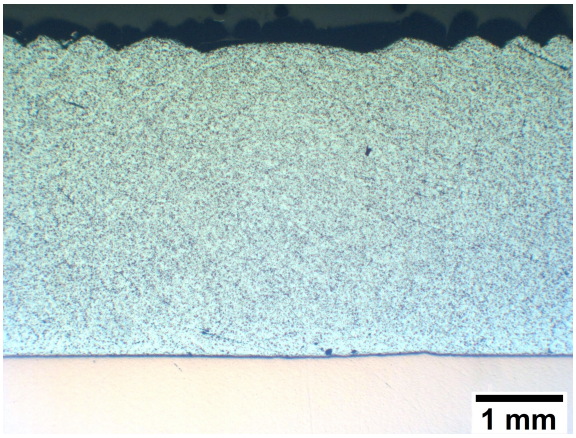

Abb. 4.10: EN AW-1050A (oben) mit EN CW008A; geschweißt bei T_{set} = 500 °C (Probe ICTMP4e); F_{SZ}= 191 ±70 N/mm$_{Naht}$ [70]

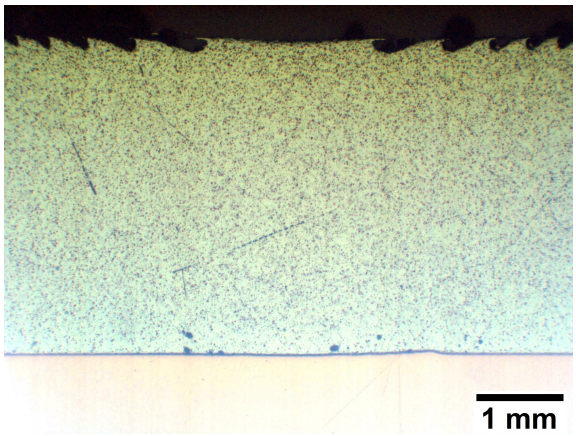

Abb. 4.11: EN AW-1050A (oben) mit EN CW008A; geschweißt bei T_{set} = 535 °C (Probe ICTMP5e); F_{SZ}= 182 ±57 N/mm$_{Naht}$ [70]

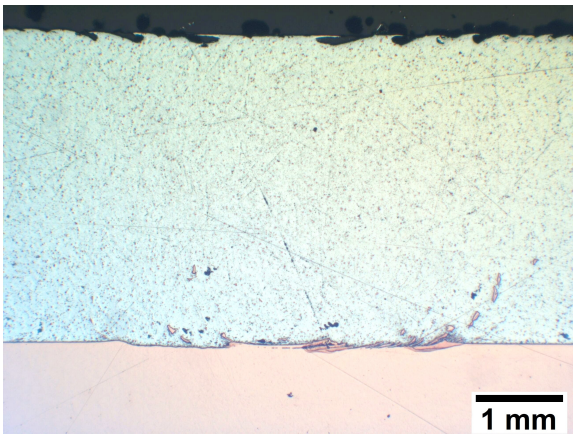

Abb. 4.12: EN AW-1050A (oben) mit EN CW008A; geschweißt bei T_{set} = 570 °C (Probe ICTMP6e)F_{SZ}= 243 ±12 N/mm$_{Naht}$ [70]

ab etwa 400 °C Prozesstemperatur bzw. ab 800 min^{-1} Prozessdrehzahl ein. Zugversuche ergaben [70], dass die Naht schon bei 400 °C aufgrund der stoffschlüssigen Verbindung Kräfte über 100 N/mm_{Naht} im Scherzugversuch aushält. Mit zunehmender Temperatur bzw. Drehzahl erhöht sich dies noch, bis bei den in Abbildung 4.9 gezeigten Parametern etwa 250 N/mm_{Naht} erreicht werden. Mit dem Einsetzen des Materialabtrags am Unterblech beginnen die Nahteigenschaften stark zu streuen. Vom Nicht-Zustandekommen eines Verbundes über Belastbarkeiten von unter 100 N/mm_{Naht} bis über 200 N/mm_{Naht} ist auch an verschiedenen Positionen derselben Naht alles möglich [70]. Erst mit Einsetzen eines deutlichen formschlüssigen Verhakens werden wieder hohe Festigkeiten im Scherzug erreicht. Die Nähte mit zusätzlichem Formschluss bleiben allerdings in puncto Festigkeit und Varianz der Festigkeit hinter denen zurück, welche mit optimalen Parametern rein stoffschlüssig gefügt wurden. Dies wurde in einer weiteren Studie verifiziert [74].

4.1.3 Entstehung von Formschluss durch Verhakung

Wie in den beiden vorhergehenden Unterkapiteln gezeigt, tritt ein Aufreißen der Oberfläche des Unterblechs auf, wenn der Materialfluss des plastifizierten Aluminiums im Oberblech zu stark wird. Dies kann sowohl durch eine hohe Drehzahl, beziehungsweise eine hohe Regeltemperatur, als auch durch einen geringen Abstand von Werkzeugspitze zum Unterblech geschehen. Es sei allerdings noch erwähnt, dass ein tatsächlicher Kontakt von Werkzeug und Unterblech zwar theoretisch nicht möglich gewesen sein dürfte, aber dennoch nicht mit allerletzter Sicherheit ausgeschlossen werden kann. Im Rahmen dieser Abwägungen wurde auch die thermische Expansion des Werkzeugs ermittelt. An einem Pin, identisch zu den in den FSW-Werkzeugen verwendeten, aus dem pulvermetallurgischen Stahl X80CrCoMoVNb 6-3-3-1-1 , auch mit dem Handelsnamen TSP1 bezeichnet, wurde mittels Dilatometrie das Ausdehnungsverhalten vermessen. Abbildung 4.13 zeigt den Wärmeausdehnungskoeffizient α des Werkzeugmaterials. Die resultierende Wärmeausdehnung $\Delta L/L$ ist in Abbildung 4.14 gezeigt. Daraus geht hervor, dass das Material zwischen Raumtemperatur und 500 °C um $6{,}0 \cdot 10^{-3}$ expandiert. Die Ausdehnung des Pins ist also, bezogen auf die eindringende Länge von etwa 3,7 mm gerechnet, etwa 22 µm für vergleichsweise hohe Prozesstemperaturen von 500 °C . Auch wenn man annimmt, dass sich der gesamte Pin so stark erwärmt und die Länge bis zur tatsächlichen Einspannung von 15 mm zugrunde legt, verringert sich d_{eff} immer noch nur um 90 µm. Nicht berücksichtigt und daher als Unbekannte verbleibend ist allerdings die Wärmeausdehnung der weiteren, den Pin aufnehmenden Werkzeugteile sowie der Spindel und des Unterblechs. Lediglich die thermische Ausdehnung des Oberblechs kann als einflusslos betrachtet werden, da das Werkzeug in diesen Versuchen positionsgeregelt geführt wurde.

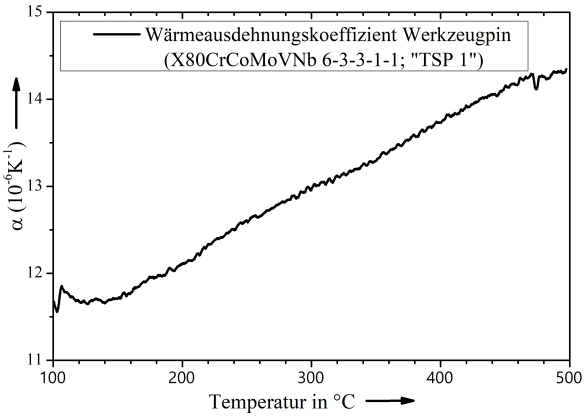

Abb. 4.13: Gemessener Wärmeausdehnungskoeffizient α des Werkzeugmaterials TPS1

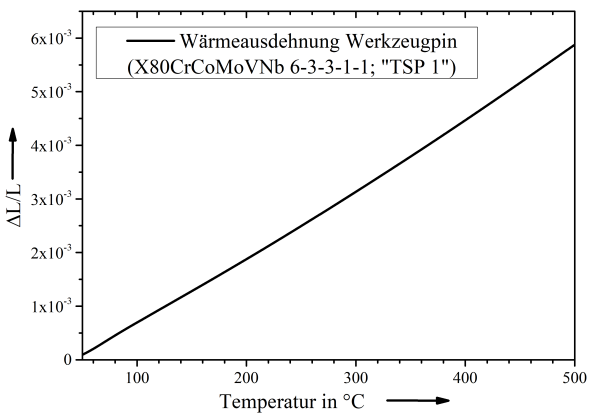

Abb. 4.14: Gemessene Wärmeausdehnung $\Delta L/L$ des Werkzeugmaterials TPS1 bezogen auf 20 °C

Krutzlinger et al. [73] ist es gelungen, Entstehung und Form einer potenziellen Aushöhlung und Verrührung mittels Gauß-Regression vorherzusagen. Dies bedarf allerdings eines umfangreichen, empirisch generierten Datensatzes. Basierend auf diesen Erkenntnissen konnte gezeigt werden, dass reproduzierbar Schweißnähte gefügt werden können, die über eine ausnahmslos stoffschlüssige Bindung verfügen und dabei das Optimum an erzielbaren Nahteigenschaften aufweisen.

Kapitel 5

Atomare Mechanismen - Nachweis und Untersuchung der atomaren Bindung

Der im vorherigen Kapitel gefolgerte stoffschlüssige Bindemechanismus soll nun nachgewiesen und charakterisiert werden. Dazu wurde die Stoßfläche bis hinab zu Auflösungen von etwa 1 nm mit REM und bis zur atomaren Auflösung mit Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) und Rastertransmissionselektronenmikroskopie (STEM) untersucht. Als REMs wurden anfänglich ein Philips XL30 ESEM (FEM) und ein FEI Phenom, später, und in der überwiegenden Zahl der hier verwendeten Messungen, wurde dann ein Zeiss Merlin mit Gemini II Säule verwendet. Als Transmissionselektronenmikroskope kamen ein Philips CM12 und ein Jeol JEM-2100F und zum Ende hin ein Jeol JEM-ARM200F NEOARM zum Einsatz. Die im Folgenden gezeigten Beobachtungen konnten aber auch noch mit weiteren Geräten, u.a. einem FEI Scios, oder auch einem Jeol JEM-F200, beobachtet werden.

5.1 Stoffschlüssige Bindung an der Fügefläche

5.1.1 Stoffschluss in Aluminium-Kupfer-Nähten

Existenz intermetallischer Grenzflächenschichten

Die Existenz intermetallischer Schichten an den während des Rührreibschweißens neu entstandenen Aluminium-Kupfer-Grenzflächen wurde bereits von mehreren Autoren, zuerst von Abdolla-Zadeh et al. [4], berichtet (siehe Kapitel 2.2 und 2.4). Interdiffusion wurde üblicherweise als Erklärung vermutet, aber nie systematisch untersucht. Diese Studien

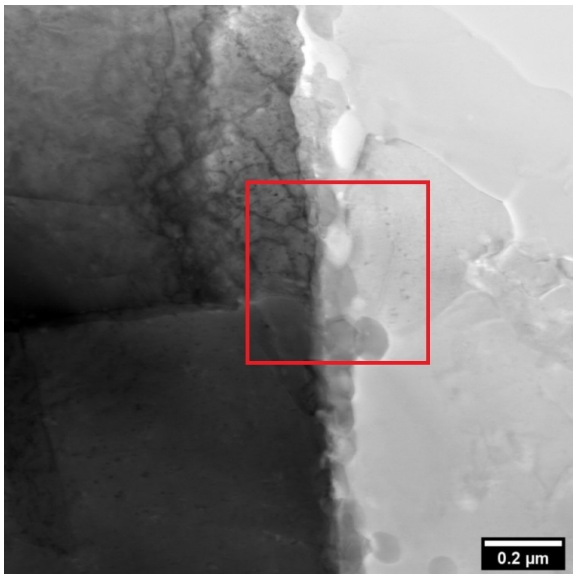

Abb. 5.1: TEM-BF Aufnahme: Grenzfläche einer EN AW-1050A (rechts) mit EN CW008A (links) Schweißnaht (Probe I150C)

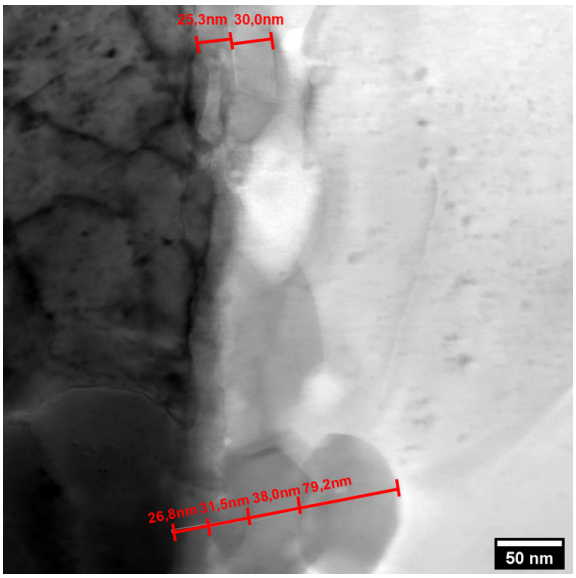

Abb. 5.2: TEM-BF Aufnahme: Detail der Grenzfläche einer EN AW-1050A (rechts) mit EN CW008A (links) Schweißnaht (Probe I150C)

fanden darüber hinaus auch an Nähten mit Materialdurchmischung statt. Als Erstes wurde also untersucht, ob auch in den Nähten ohne Durchmischung, also mit einer ebenen bindenden Grenzfläche, die näherungsweise einen doppeltunendlichen Halbraum bildet, IMC entstanden sind.
Die Abbildungen 5.1 und 5.2 zeigen die Grenzfläche einer Al-Cu-Naht im TEM Bright Field (BF). Sie wurde drehzahlgeregelt bei $800\,\mathrm{min}^{-1}$ geschweißt. An der Grenzfläche ist deutlich eine Schicht zu erkennen, die die bindende Grenzfläche vollständig bedeckt. Sie stellt also den Bindemechanismus dar. Es wurde unter den zahlreichen untersuchten, erfolgreich gefügten Nähte keine gefunden, in der bei ausreichender Abbildungsqualität und -auflösung eine bindende Aluminium-Kupfer- oder Aluminium-Titan-Grenzfläche ohne intermetallische Schicht zu beobachten war.

Korngefüge der intermetallischer Grenzflächenschichten

Die Abbildungen 5.1 und 5.2 zeigen außerdem, dass sich die Schicht aus zwei bis vier Lagen ovaler Körner zusammensetzt. Die STEM-BF-Aufnahme in Abbildung 5.3a zeigt die deutlich dickere intermetallische Schicht in einer mit erheblich höherer Drehzahl von $2300\,\mathrm{min}^{-1}$ geschweißten Naht. Es ist klar zu erkennen, dass sie sich aus zwei Lagen mit einer gut zu erkennenden Grenze dazwischen zusammensetzt. Jede dieser Lagen wiederum besteht aus ein oder zwei Körnern in der Dicke. Diese weisen relativ gerade Korngrenzen

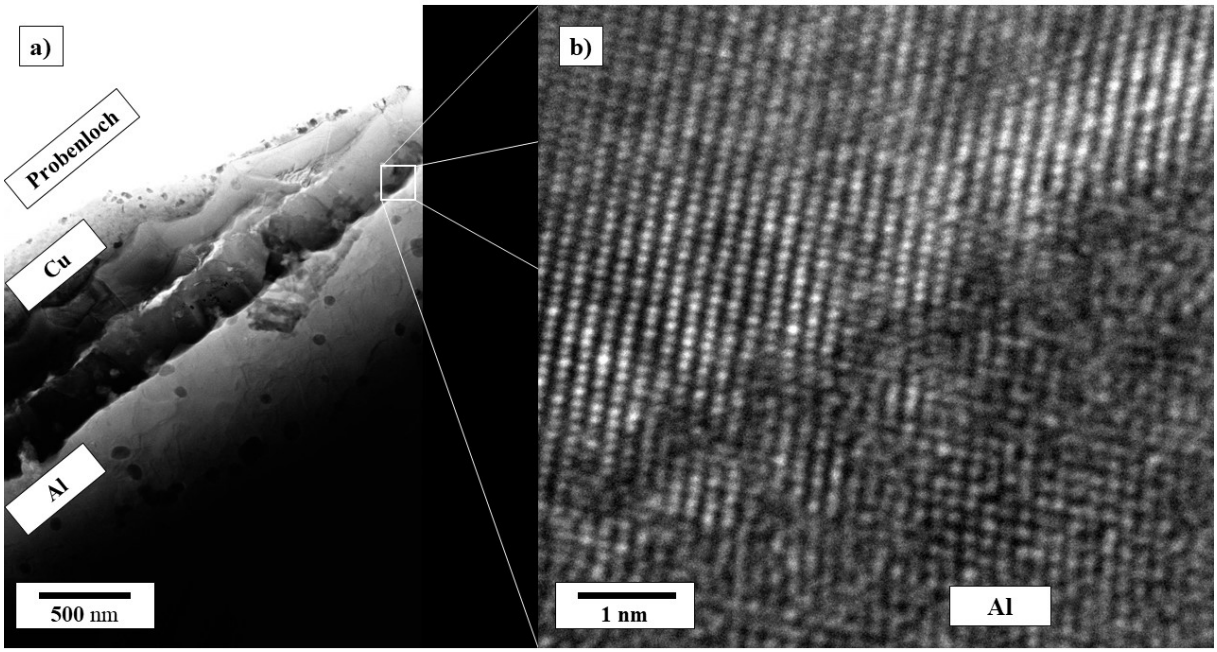

Abb. 5.3: a): BF-STEM Übersichtsaufnahme einer Al-Cu-FSW-Grenzfläche; b): HR-TEM Aufnahme der Grenzfläche von Aluminium zur angrenzenden intermetallischen Schicht (Probe I154E) [69]

orthogonal zur Fügefläche auf und haben einen annähernd rechteckigen Querschnitt.

Struktur und Zusammensetzung der intermetallischen Grenzflächenschichten

Bei Drehzahlen von 800 min^{-1} konnte nur noch teilweise erfolgreich geschweißt werden, weswegen dies als ungefähre untere Grenze des Prozessfensters angenommen wird [67]. Bei dieser niedrigen Drehzahl wird nur wenig Energie eingebracht. Der Peak der Prozesstemperatur wurde im Aluminiumblech nahe des Nugget, etwa 7 mm entfernt von der Werkzeugachse, also unter der Schulterkante, mit 290,5 °C gemessen [69]. Es wird basierend auf zugehörigen Simulationen [68] [75] angenommen, dass die Temperatur im Bereich der Fügezone etwa 100 °C höher liegt. Dies deckt sich auch mit den etwa 400 °C, die sich als untere Grenze des Prozessfensters beim temperaturgeregelten Rührreibschweißprozess in dieser Geometrie abgezeichnet hat [71]. Bei niedrigeren Drehzahlen und damit Temperaturen kommt es in der Regel nicht zu einer erfolgreichen Fügung der beiden Bleche. Die TEM-BF-Aufnahmen in Abbildung 5.1 und 5.2 zeigen ein Beispiel der daraus resultierenden intermetallischen Schicht. Im oberen Teil des rechten Bildes besteht sie aus zwei Körnern von 25,3 nm und 30,0 nm und misst somit 55,3 nm. Im unteren Bereich des rechten Bildes ist die intermetallische Schicht deutlich dicker. Sie besteht hier aus vier

Körnern zu 26,8 nm, 31,5 nm, 38,0 nm und 79,2 nm, was sich zu einer Gesamtschichtdicke von 175,5 nm summiert. Das weniger stark vergrößernde linke Bild zeigt deutlich, dass in diesem Bereich eine Korngrenze im Aluminium auf die Aluminium- Kupfer-Phasengrenze und damit auf die intermetallische Schicht trifft. Der obere Bereich stellt einen Bereich dar, in dem die Interdiffusion quasi nach dem Idealbild der Theorie (siehe. 2.4.1), also in einem näherungsweise doppeltunendlichen Halbraum, stattfinden kann. Im unteren Bereich ist die Interdiffusion entlang der Korngrenze deutlich beschleunigt, was die erheblich größere Dicke der intermetallischen Schicht in diesem Bereich erklärt. In den Bereichen ohne Korngrenzen im Aluminium sind die intermetallischen Körner mit 25 nm und 30 nm sehr dünn. Dies dürfte nah am kritischen Keimradius der intermetallischen Phasen (siehe 3.2.3) unter den im Material vorliegenden Bedingungen sein. Ein weiteres Indiz für die Nähe zum kritischen Keimradius ist das sphärische Erscheinungsbild der Körner. Das würde auch erklären, warum bei diesen Prozesstemperaturen ein Verschweißen nur noch teilweise gelingt und bei noch geringeren Temperaturen und damit noch geringerer Interdiffusion ein Verschweißen mangels intermetallischer Phasenbildung an der Grenzfläche gar nicht mehr möglich ist. In Schweißnähten, welche mit höherer Drehzahl geschweißt wurden, ist die Schicht dann deutlich dicker. Sie besteht dabei aber häufig, wie in Abbildung 5.3a zu sehen, aus nur einem kolumnaren Korn je Schicht. Die Grenze der intermetallischen Schicht zum Aluminium hin ist dabei eher eben, während die Grenze zum Kupfer hin relativ uneben ist. In der in Abbildung 5.3a gezeigten Schweißnaht beträgt die Unebenheit etwa 100 nm bei etwa 700 nm intermetallischer Schichtdicke und hat etwa 0,5 µm Abstand zwischen diesen Erhebungen.

Abbildung 5.4 zeigt ein STEM-EDX-Mapping der intermetallischen Schicht und der beiden angrenzenden Reinphasen aus dem Bereich rechts in Abbildung 5.3a. Der zweiteilige Charakter der intermetallischen Schicht zeigt sich auch hier. Man kann deutlich erkennen, wie von unten nach oben der Kupferanteil in drei Stufen, also über drei Schichtgrenzen und dementsprechend zwei Schichten, zunimmt. Gleichzeitig nimmt der Aluminiumanteil von unten nach oben in drei Stufen ab. Eine ZAF-korrigierte Punktmessung der unteren intermetallischen Phase ergab eine Zusammensetzung von 51,3 At.% Aluminium und 48,6 At.% Kupfer sowie 0,1 At.% Eisen. Die darüber liegende intermetallische Schicht wurde mit ZAF-korrigierter STEM-EDX Punktmessung als aus 20,9 At.% Aluminium und 78,9 At.% Kupfer sowie 0,2 At.% Eisen zusammengesetzt bestimmt, was den Verdacht untermauert, dass es sich um zwei Phasen handeln könnte. Dies würde den intermetallischen Phasen η_2 (AlCu) und α_2 bzw. β (beide $AlCu_3$) entsprechen.

Um diese Frage eindeutig zu klären, wurde versucht, im TEM mittels Elektronen Feinbereichsbeugung (SAD) Diffraktogramme der einzelnen Phasen aufzunehmen. Die dabei entstandenen Aufnahmen waren zur Analyse fast immer unbrauchbar. Es zeichnete sich

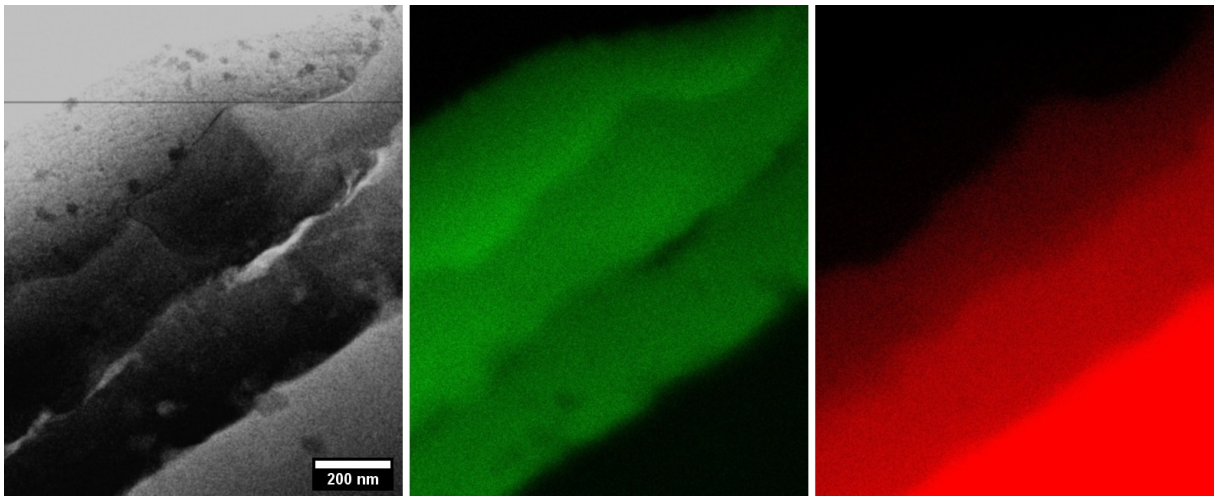

Abb. 5.4: Links: BF-STEM Aufnahme; Mitte: EDX-Mapping Cu $K\alpha$; Rechts: EDX-Mapping Al $K\alpha$ (Probe I154E)

häufig kein klares Beugungsbild ab, da die Körner der IMC-Schicht in sich verspannt sind und aufgrund ihrer geringen Größe und der nicht perfekt einstellbaren euzentrischen Höhe auch beim Orientieren aus der optischen Achse geschwenkt wurden.
So ist leider nur eine Aufnahme entstanden, die eine auswertbare Qualität bietet. Sie ist in Abbildung 5.5 zu sehen. Die Vielzahl an Reflexen wirkt erschlagend, doch sind alle Reflexe scharf und deutlich zu erkennen und das Diffraktogramm erfüllt auch die nötigen Anforderungen an die Symmetrie um den Hauptstrahl. Aufgrund der großen und zum Teil komplexen Einheitszellen der in Frage kommenden Phasen und der offensichtlichen Tatsache, dass es sich um mehrere Körner handelt, wurde Computerunterstützung zum Lösen und Indizieren des Beugungsbildes herangezogen. Das Programm CrysTBox Version 1.10 von Klinger et al. [82] [83] wurde genutzt, um aus der Periodizität der Reflexe des Bergungsbildes iterativ ein regelmäßiges Muster zu erzeugen und die beste Übereinstimmung mit simulierten Beugungsbildern aus den infrage kommenden intermetallischen Phasenstrukturen bis zu Orientierungen mit Indizes $\leq$10 abzugleichen. Dabei wurden die Spots der unterschiedlichen Phasen und Körner durch manuelle Auswahl vorab getrennt. Die Abbildungen 5.6 bis 5.11 zeigen die gefundenen Lösungen. Gefunden wurden ein Korn der η_2-Phase in [1 -1 0]-Orientierung, sowie zwei Körner der γ_1-Phase mit [0 1 2]-Orientierung und [1 0 2]-Orientierung.
Den Simulationen zugrunde liegen die Strukturen für die η_2-Phase nach El-Boragy et al. [85] und für die γ_1-Phase nach Persson et al. [86]. Es fällt auf, dass eine Vielzahl der Reflexe allen drei Körnern zugeordnet werden können. Dies bedeutet, dass es eine sehr gute Orientierungsrelation der Körner zueinander gibt und die diesen Reflexen zugehörigen Ebenen an der Phasengrenze ineinander übergehen. Gleichzeitig sind auch einige Reflexe

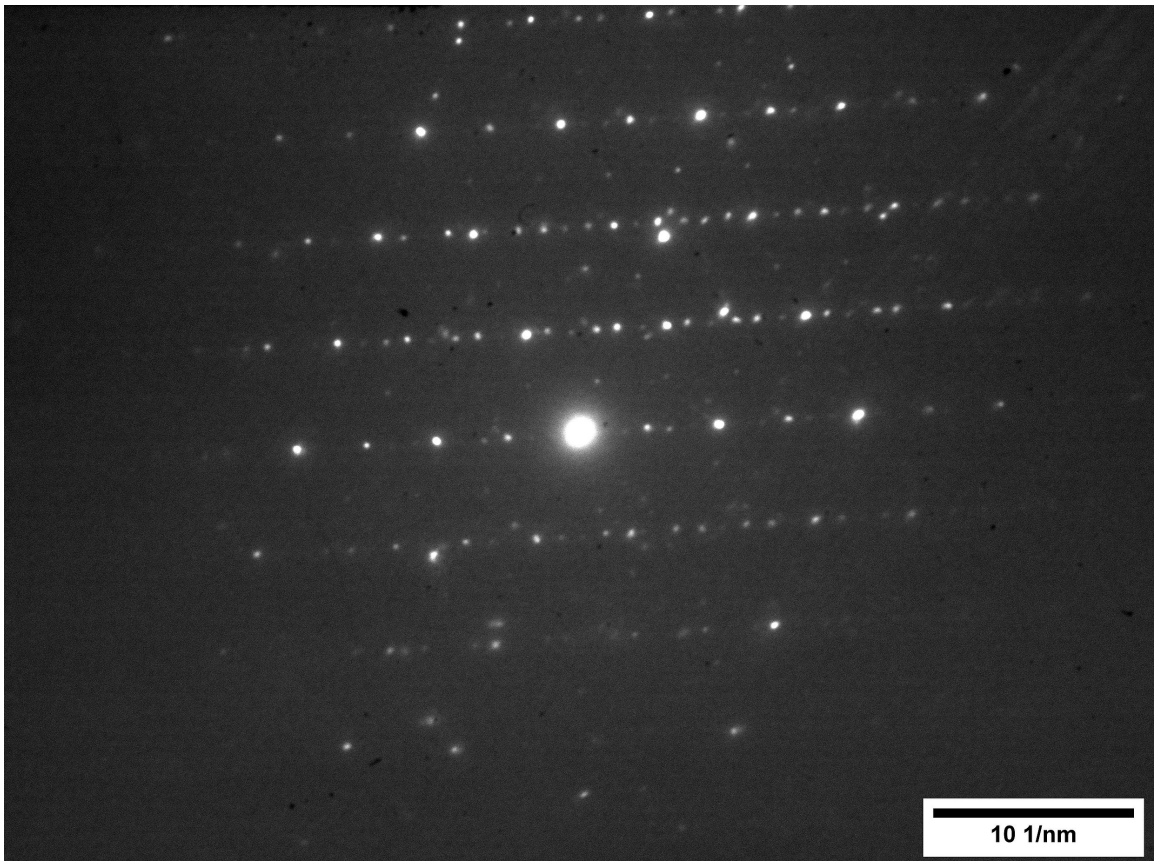

Abb. 5.5: SAD Aufnahme der intermetallischen Grenzfläche (Probe I154E)

vorhanden, die nur einer der gezeigten Lösungen zuzuordnen sind. Es muss sich also sicher um mehrere Phasen handeln.
Die Elektronenbeugung bestätigt die EDX-Messung, dass es sich bei der aluminiumreicheren Phase um die η_2-Phase (AlCu) handelt. Dies ist allerdings nicht in Deckung mit den bisher dazu veröffentlichten Studien [47] bis [50], die allesamt die ϑ-Phase (Al_2Cu) als aluminiumreiche der zwei Phasen fanden.
Die Vermutung der EDX Messung nach einer Phase mit $AlCu_3$-Stöchiometrie bestätigt sich aber nicht. Vielmehr zeigt sie, dass die γ_1-Phase vorhanden sein muss. Eine entsprechende Fehlerbehaftung des EDX-Ergebnisses ist allemal möglich, da ein präzises Treffen der Phase mit dem Elektronenstrahl bei Weitem nicht garantiert werden kann. Die Bestimmung durch Beugung der γ_1-Phase (Al_4Cu_9) deckt sich allerdings mit den Veröffentlichungen [47] bis [50].

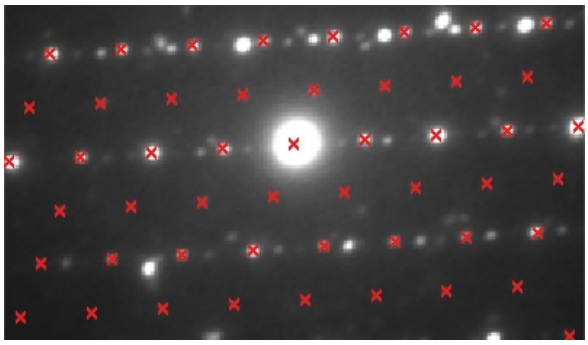

Abb. 5.6: SAD der IMC Zwischenschicht einer Al-Cu-Naht; Markiert die Reflexe der η_2-Phase [1 -1 0]-Orientierung mit CrysTBox [82] [83](Probe I154E)

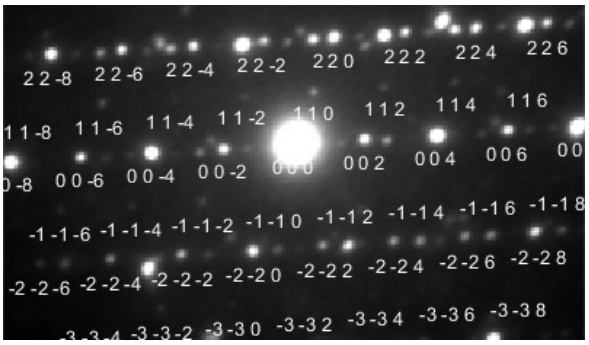

Abb. 5.7: SAD der IMC Zwischenschicht einer Al-Cu-Naht; Beschriftet die Reflexe der η_2-Phase [1 -1 0]-Orientierung mit CrysTBox [82] [83] (Probe I154E)

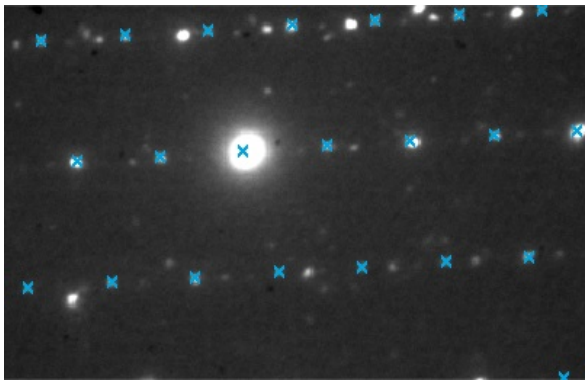

Abb. 5.8: SAD der IMC Zwischenschicht einer Al-Cu-Naht; Markiert die Reflexe der γ_1-Phase [0 1 2]-Orientierung mit CrysTBox [82] [83] (Probe I154E)

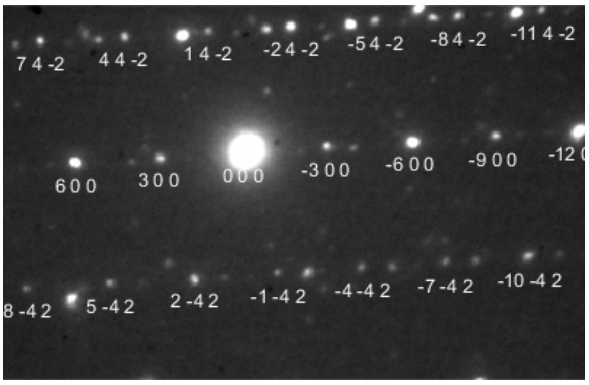

Abb. 5.9: SAD der IMC Zwischenschicht einer Al-Cu-Naht; Beschriftet die Reflexe der γ_1-Phase [0 1 2]-Orientierung mit CrysTBox [82] [83] (Probe I154E)

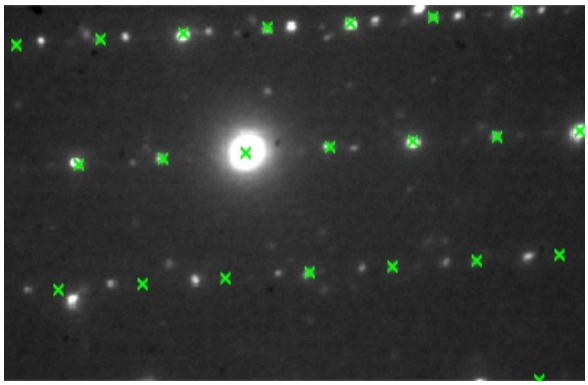

Abb. 5.10: SAD der IMC Zwischenschicht einer Al-Cu-Naht; Markiert die Reflexe der γ_1-Phase [1 0 2]-Orientierung mit CrysTBox [82] [83] (Probe I154E)

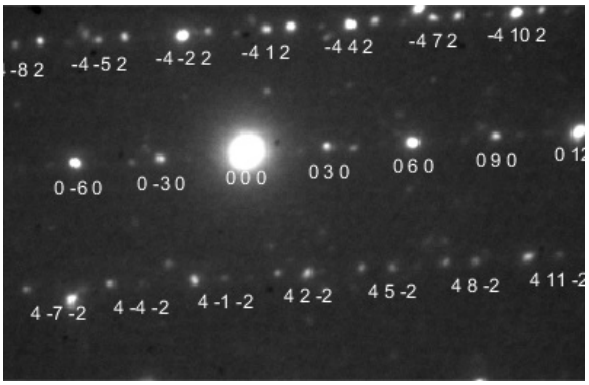

Abb. 5.11: SAD der IMC Zwischenschicht einer Al-Cu-Naht; Beschriftet die Reflexe der γ_1-Phase [1 0 2]-Orientierung mit CrysTBox [82] [83] (Probe I154E)

Die Abbildung 5.12 zeigt die Grenzfläche zwischen der Aluminiumphase und einem Korn der gerade eben als η_2-Phase (AlCu) identifizierten, aluminiumreichen, intermetallischen Phase, mit HR-TEM atomar aufgelöst. Das fcc-α-Aluminium ist in [-4 2 1]- und die η_2-Phase in [-4 0 1]-Orientierung. Die Phasengrenze ist in der Abbildung in weiß markiert. Es ist klar zu erkennen, dass die orthogonal in die Bildebene hineinragenden Atomebenen beider Phasen ineinander übergehen. Es handelt sich um die (2 1 0)-Ebene des α-Aluminiums, die in die (0 2 0)-Ebene der monoklinbasiszentrierten η_2-Phase übergeht. Diese sind in Abbildung 5.12 in blau beziehungsweise rot markiert. Um den geringfügigen Unterschied in den Ebenenabständen der beiden auszugleichen, ist ein leichter Kippwinkel von etwa 6° vorhanden, wie in Abbildung 5.13 zu sehen. Nur ganz vereinzelt (alle >10 Atomlagen) muss der Misfit der beiden Gitter, wie links in Abbildung 5.13 markiert, zusätzlich durch eine Stufenversetzung kompensiert werden.

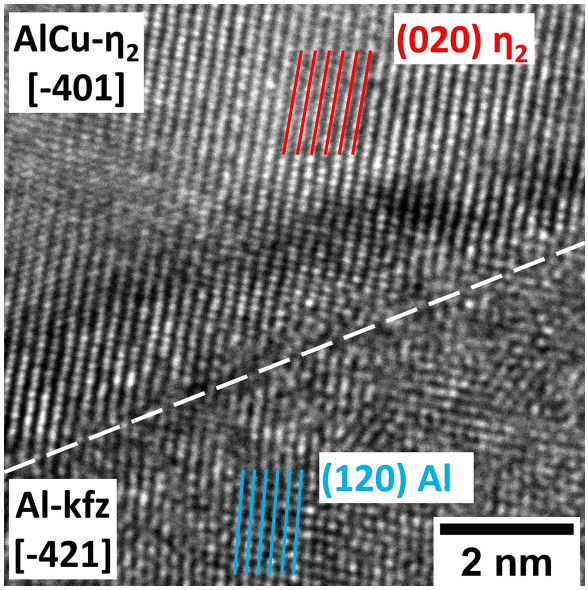

Abb. 5.12: HR-TEM Aufnahmen der Grenzfläche von kubischflächenzentriertem Aluminium in [-4 2 1]-Orientierung und der θ_2-Phase (AlCu) in [-4 0 1]-Orientierung

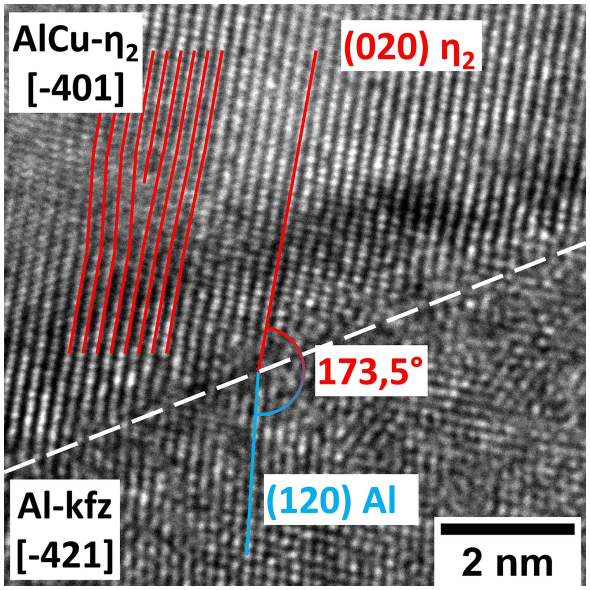

Abb. 5.13: Versetzungen und Verkippung zur Kompensation des Gittermisfits (Probe I154E)

Zusammenfassend hat sich gezeigt, dass es sich bei dem stoffschlüssigen Bindemechanismus in Al-Cu-Nähten um eine rein metallische Bindung handelt, die durch zwei binäre intermetallische Phasen vermittelt wird. Dabei handelt es sich zumindest im Fall der vorliegenden Naht um die η_2-Phase (AlCu) und wahrscheinlich die γ_1-Phase (Al_4Cu_9). An allen untersuchten Grenzflächen wurden klare Orientierungsrelationen gefunden, die die Körner der verschiedenen Phasen mit geringem Misfit miteinander verbinden und eine stabile Verbindung sowie eine gute Übertragung mechanischer Kräfte gewährleisten.

5.1.2 Stoffschluss in Aluminium-Titan-Nähten

Existenz intermetallischer Grenzflächenschichten

Die Untersuchungen im Transmissionselektronenmikroskop zeigten, dass im Falle einer Naht der technisch reinen Legierungen EN AW-1050A und Ti Gr1, wie in Abb.: 5.14 zu sehen, die Schichtdicke $15{,}5 \pm 2{,}8$ nm betrug (Probe I27E) (vgl. auch [67]). Im Falle einer Schweißnaht aus der aushärtbaren Aluminiumlegierung EN AW-6082 mit der Zweiphasentitanlegierung Ti Gr5 „Ti-6Al-4V “, wie in Abb.: 5.15 zu sehen, beträgt die Schichtdicke $27{,}0 \pm 2{,}5$ nm (Probe I99E). Beim Rührreibschweißen dieser Al-Ti-Nähte wurde weder im Pin noch im Blech nahe der Naht die Temperatur gemessen. Es wird allerdings vermutet, dass die höhere Schichtdicke mit einer höheren Temperatur zusammenhängt, da bei gleicher Drehzahl in der Legierung EN AW-6082 aufgrund ihrer höheren Festigkeit mehr Arbeit verrichtet wird. Vor der Plastifizierung begründet sich diese höhere Festigkeit durch die Ausscheidungshärtung. Im plastifizierten Zustand wirkt dann Mischkristallhärtung.

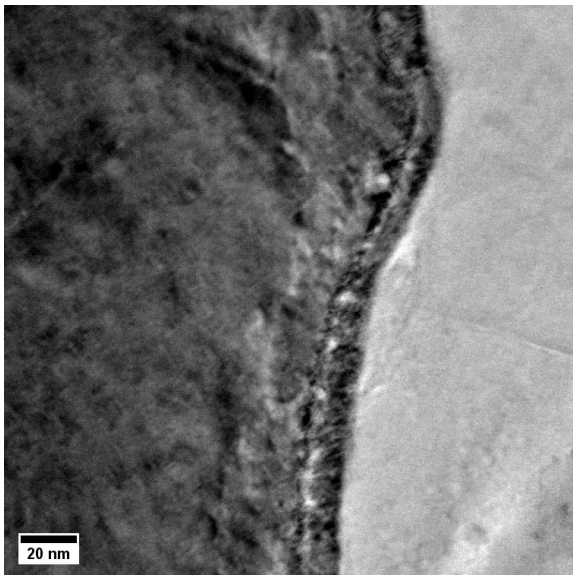

Abb. 5.14: STEM-BF; Grenzfläche einer EN AW-1050A mit Ti Gr.1 Schweißnaht (Probe I27E-III)

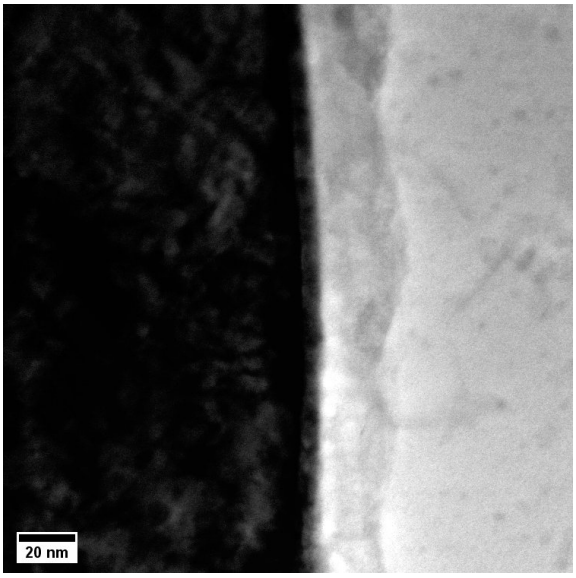

Abb. 5.15: STEM-BF; Grenzfläche einer EN AW-6082 mit Ti Gr.5 Schweißnaht (Probe I99E)

Die Beobachtung einer intermetallischen Phasenschicht an der bindenden Grenzfläche einer Rührreibschweißnaht aus EN AW-6060 und Ti Gr.5 konnte später von Chen und Yazdanian [87] reproduziert werden. Bei erheblich geringerer Vorschubgeschwindigkeit und damit verbunden einer höheren Temperatur über längere Zeit, entstand dort eine Schicht mit einer Dicke < 250 nm.

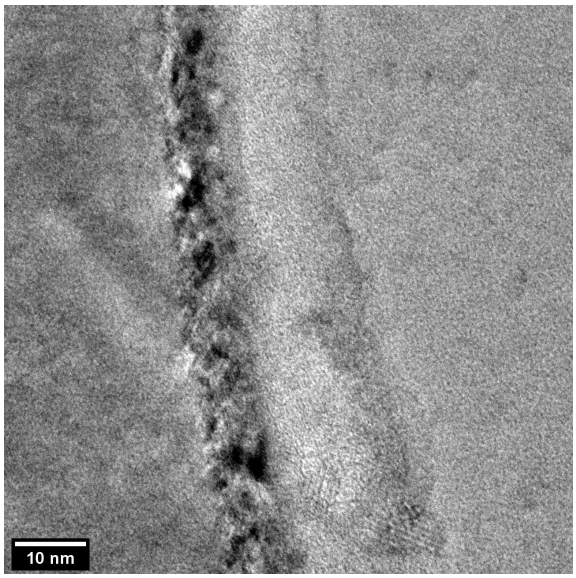

Abb. 5.16: HR-TEM; Grenzfläche einer EN AW-6082 (rechts) mit Ti-Gr.5 (links) Schweißnaht (Probe I99E)

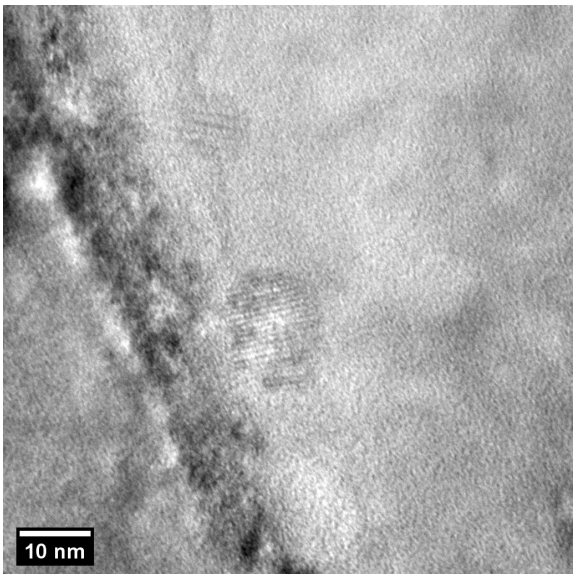

Abb. 5.17: HR-TEM; Grenzfläche einer EN AW-6082 (rechts) mit Ti-Gr.5 (links) Schweißnaht (Probe I99E)

Korngefüge der intermetallischen Grenzflächenschichten

Da die Körner der intermetallischen Grenzflächenschicht in Aluminium-Titan-Nähten deutlich kleiner sind als die in der Regel erreichbare Dicke einer TEM-Probe, ist das Korngefüge nur schwer abzubilden. Es liegen in der Probe mehrere Körner übereinander und überschneiden sich dann in der Projektion(TEM) bzw. Rasterung (STEM). Abbildungen 5.16 und 5.17 zeigen die besten erzielten Bilder des Korngefüges der intermetallischen Grenzflächenschicht. Man erkennt kristalline Bereiche, die als Körner angenommen werden können, zwischen 8 und 20 nm in einer insgesamt etwa 20 bis 30 nm Schicht. Diese liegen in ein bis zwei Lagen vor und sind relativ rund in ihrer Form, soweit es die Bildung einer gemeinsamen Korngrenze mit den Nachbarkörnern zulässt. Die Bereiche dazwischen, in denen keine Gitterstrukturen zu erkennen sind, sind nicht amorph, sondern nur nicht in der Projektion der HR-TEM-Aufnahme orientiert. Direkt am Titan befindet sich noch ein etwa 5 bis 10 nm dicker Saum mit stark wechselnden hellen und dunklen Bereichen. Korngrenzen sind in diesem Bereich in den Bildern 5.16 und 5.17 nicht erkennbar.

Struktur und Zusammensetzung der intermetallischen Grenzflächenschichten

Eine verlässliche Strukturbestimmung durch Elektronenfeinbereichsbeugung (SAD) ist leider an Al-Ti-Grenzflächenschichten nie gelungen. Mit Abbildung 5.19 konnte aber eine Dunkelfeld TEM (TEM-DF von engl. TEM dark field) auf einen Spot gefiltert auf-

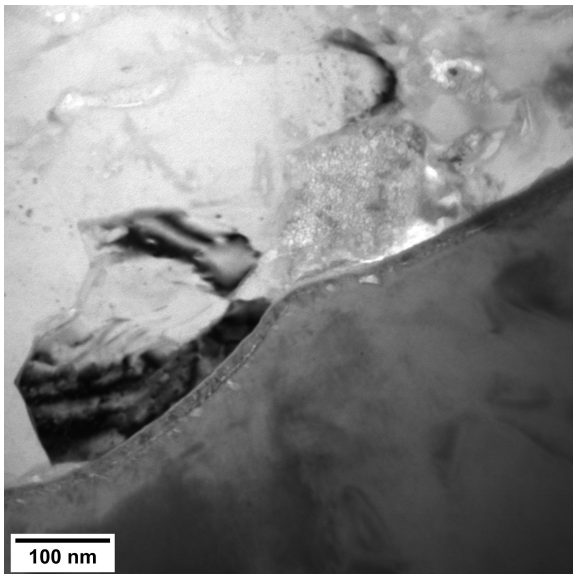

Abb. 5.18: TEM-BF; Grenzfläche einer EN AW-1050A (oben) mit Ti-Gr.1 (unten) Schweißnaht

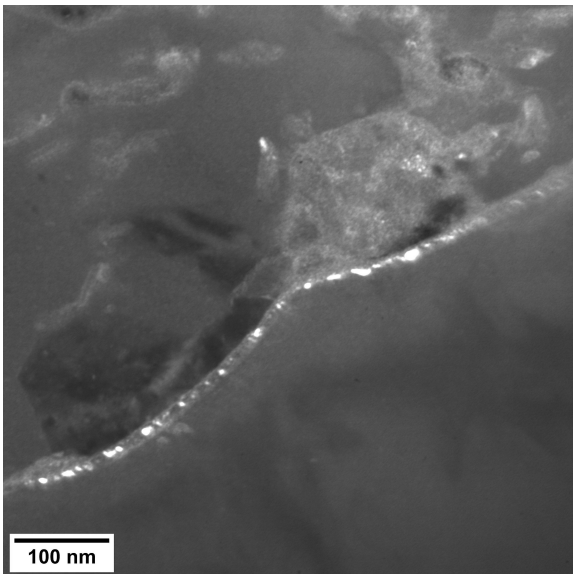

Abb. 5.19: Dazugehörig TEM-DF; gefiltert auf Al_3Ti $D0_{22}$ (0 0 2) Reflex (Probe I27E-III)

genommen werden, der im Aluminium der (0 0 1)-Ebene zugehörig wäre. Bei der Elektronenbeugung an fcc-Aluminium löscht dieser Reflex durch destruktive Interferenz mit den Elektronen, welche an der (0 0 2)-Ebene gebeugt wurden, aus. Bei der Beugung an Al_3Ti löscht der Reflex der, mit der (0 0 1)-fcc Ebene etwa gleichzusetzenden, (0 0 2)-$D0_{22}$-Ebene nicht vollständig aus, sondern erscheint nur schwächer. Gleiches würde allerdings auch für die $L1_2$ Struktur gelten. Aufgrund dieser Aufnahme, dem Phasendiagramm und den Veröffentlichungen zu intermetallischen Schichten im Al-Ti-System, wie zum Beispiel van-Loo [29], wird vermutet, dass es sich um Al_3Ti in der $D0_{22}$-Struktur handelt.
Alle weiteren Versuche Struktur und Zusammensetzung mit SAD, TEM-DF oder TEM-EDX zu untersuchen, führten zu keinen belastbaren Ergebnissen. Stattdessen blieb nur noch die Option, die Periodizitäten atomar auflösender HR-TEM-Aufnahmen zu analysieren. Eine solche Aufnahme zeigt Abbildung 5.20. In dieser Abbildung sind die Atomgitter in allen Phasen deutlich erkennbar und die Körner orientiert. Folglich besitzen sowohl die gebildeten IMC-Schichten als auch die nach dem FSW-Prozess rekristallisierte Aluminium-Phase eine Orientierungsrelation zum Titan. Es ist davon auszugehen, dass das Titan unverändert den FSW-Prozess durchläuft und für die Prozesse der IMC-Schichtbildung und α-Al-Rekristallisation als Substrat dient.
Es wurden aus der Abbildung 5.20, wie in Abbildung 5.21 dargestellt, an allen interessanten Positionen Bereiche von $512 * 512$ Pixeln ausgeschnitten. Die Auflösung beträgt dabei$(21{,}4\,\mathrm{pm})^2$ /Pixel. Die Ausschnitte sind in den Abbildungen 5.22, 5.28, 5.34 und

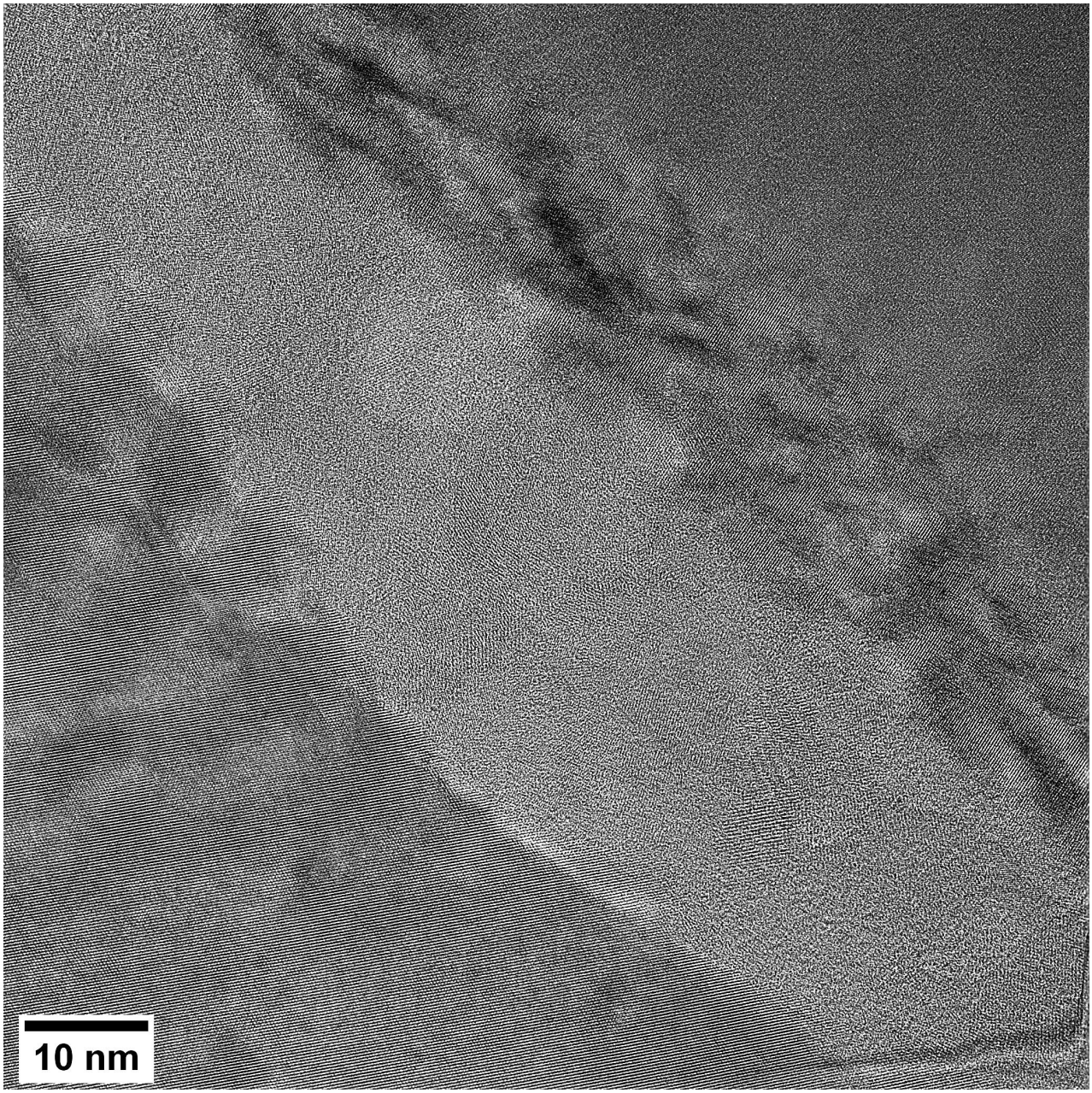

Abb. 5.20: HR-TEM; Grenzfläche einer EN AW-6082 (rechts unten) mit Ti Gr.5 (links oben) Schweißnaht (Probe I99E1)

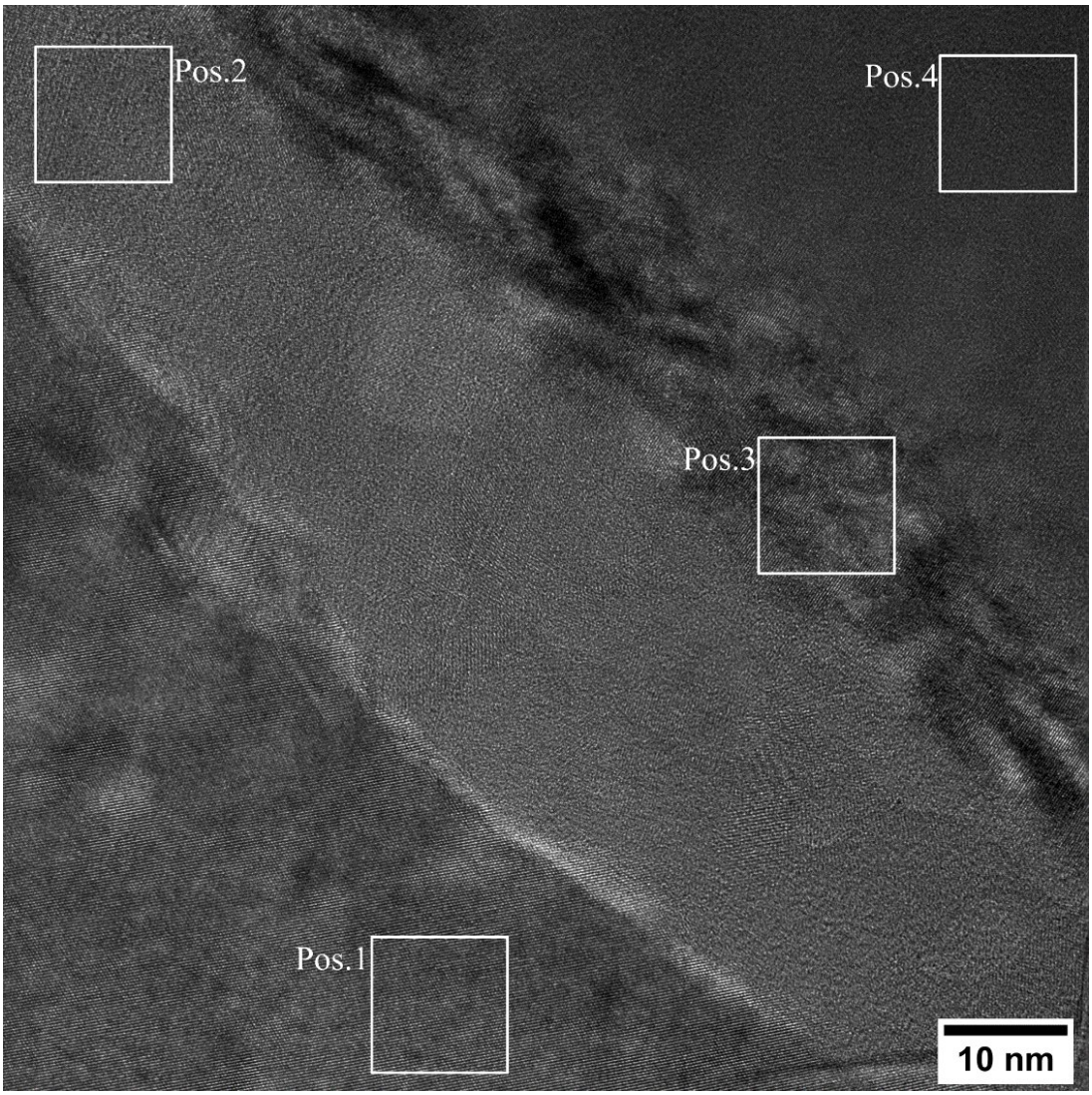

Abb. 5.21: Bereiche für FFT-Analyse in 5.20

5.41 zu sehen. Diese Ausschnitte wurden nun einer Fast-Fourier-Transformation (FFT) unterzogen um die Periodizitäten darzustellen. Anschließend wurde eine Analyse und Indizierung wie mit einem SAD-Diffraktogramm durchgeführt. Zum Einsatz kam wieder das Programm „CrysTBox 1.10“ von Klinger et al. [82] [83].
Darüber hinaus wurden zu den so ermittelten Lösungen STEM-Aufnahmen mit der Software „Dr.Probe 1.9“ von J. Barthel [84] simuliert und anschließend FF-transformiert. Zwar ist die Kontrastbildung zwischen HR-TEM und STEM unterschiedlich, allerdings sind die Periodizitäten dieselben und die Ergebnisse nach der FFT daher vergleichbar. Die so erhaltenen FFT-Bilder wurden mit „CrysTBox 1.10“ [82] [83] analysiert und indiziert um vergleichbare Bilder zur komparativen Veranschaulichung für den Betrachter zu erhalten.

Position 1: Abbildung 5.22 zeigt den Ausschnitt aus Abbildung 5.20 an der in Abbildung 5.21 markierten Position 1. Es kann mit aller Wahrscheinlichkeit zwar von EN AW-6082, also α-Aluminium, in der zur TEM-Aufnahme ausgerichteten [1 1 0]-Orientierung ausgegangen werden. Dennoch soll zunächst die Auswertung der Fouriertransformation als Vorgehen für die Bildausschnitte der anderen Positionen, mit geringerer Informationsqualität und unbekannter Phase, hier zur Veranschaulichung dargestellt werden. Abbildung 5.24 zeigt die FFT der Abbildung 5.22. In Abbildung 5.26 ist dargestellt, welche Periodizitäten bezüglich ihrer Distanzen und Winkel zueinander für die weitere Analyse mit den Ebenenabständen und Ebenenwinkeln von in Frage kommenden Phasen und Winkeln abgeglichen werden. Wie erwartet, wird hier eine sehr hohe Übereinstimmung mit der Aluminium α-Phase in [1 1 0]-Orientierung gefunden. Für diese Phase und Orientierung ist die Fouriertransformation von Abbildung 5.22 dann in Abbildung 5.27 indiziert. Zum Vergleich zeigt Abbildung 5.23 eine Simulation eines STEM-Bildes von Aluminium in [1 1 0]-Orientierung und Abbildung 5.25 die dazugehörige indizierte FFT.

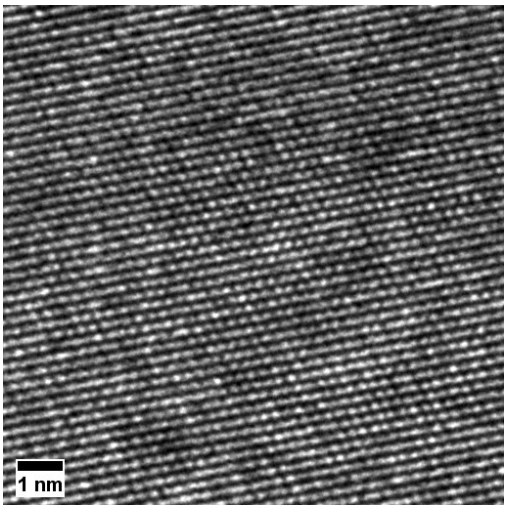

Abb. 5.22: HR-TEM; Ausschnitt Position 1(Probe I99E1)

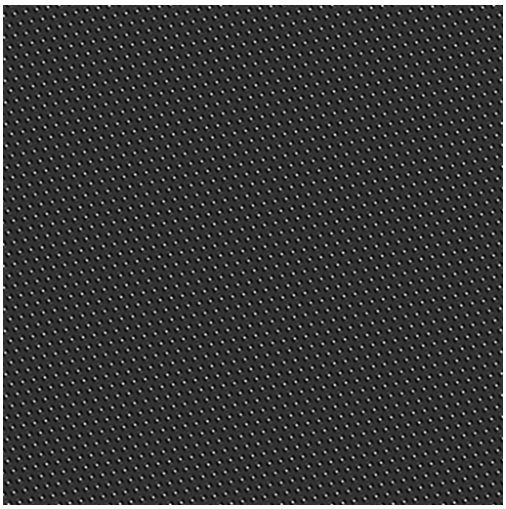

Abb. 5.23: STEM-Simulation zu Abb. 5.22; α-Al in [1 1 0]

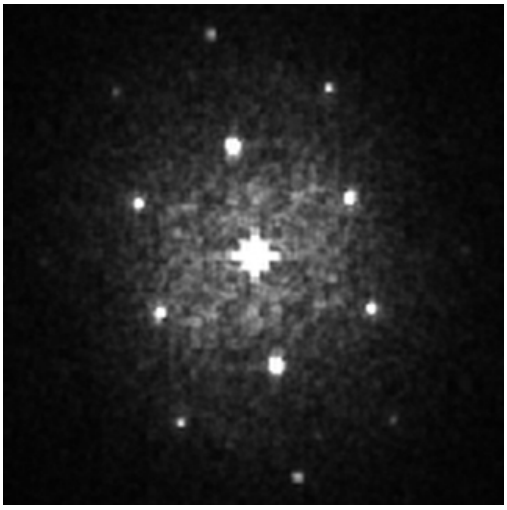

Abb. 5.24: FFT von Abb. 5.22

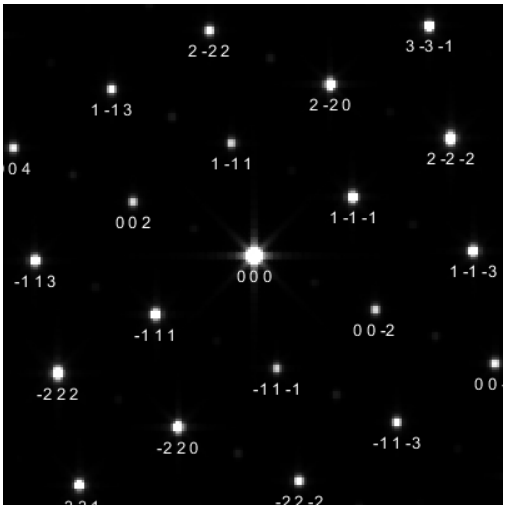

Abb. 5.25: FFT von Abb. 5.23

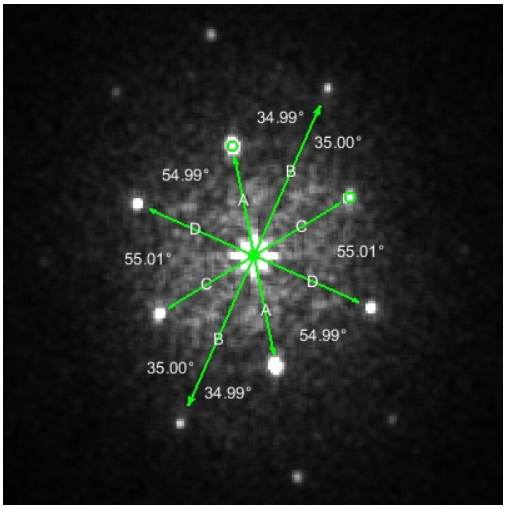

Abb. 5.26: Analysierte Ebenenabstände und -winkel aus 5.24

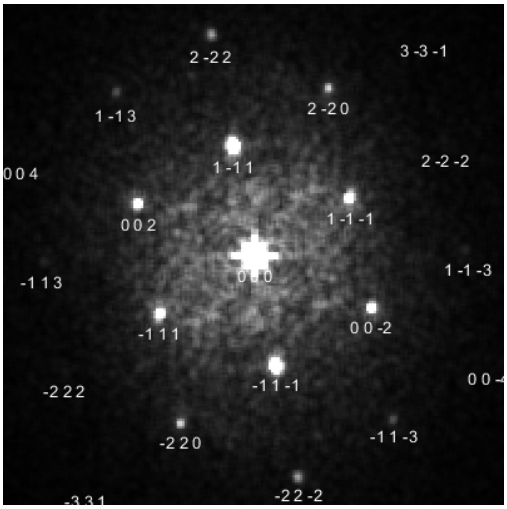

Abb. 5.27: Resultierende Indizierung als α-Al [1 1 0] für 5.24

Position 4: An der Position 4 in Abbildung 5.21, im Detail dargestellt in Abbildung 5.28, ist die Struktur nicht so offensichtlich. Erwartet wird an dieser Position das Titangrundmaterial aus der Legierung Ti4Al6V. Dabei sind die Phasen α-Titan und β-Titan möglich. Die α-Ti-Phase ist dabei wahrscheinlicher. Einerseits, da Ti4Al6V mehr α-Titan als β-Titan enthält. Zum anderen würde eindiffundierendes Aluminium die α-Ti-Phase weiter begünstigen. Auch die in Abbildung 5.30 dargestellte FFT von Abbildung 5.28 zeigt eine weniger klare periodische Struktur als das z.B. in Abbildung 5.24 der Fall ist. Sechs der sieben sichtbaren Reflexpaare ergeben aber ein regelmäßiges Muster, das sich nach Abbildung 5.32 analysiert als α-Ti-Phase in [0 0 1] (≙ [0 0 0 1]) ergibt. Die dazugehörige Indizierung zeigt Abbildung 5.33. Der nicht zu dieser Periodizität gehörende Reflex, welcher in Abbildung 5.33 knapp über dem als (0 -1 0) indizierten zu sehen ist, entspricht einem Ebenenabstand von 233 pm. Das trifft ziemlich genau den Ebenenabstand der 1 1 0-Ebenen in β-Titan von 234 pm. In Abbildung 5.23 ist zum Vergleich eine Simulation eines STEM-Bildes von α-Titan in [0 0 1]-Orientierung (≙ [0 0 0 1]) und in Abbildung 5.25 die dazugehörige indizierte FFT zu sehen.

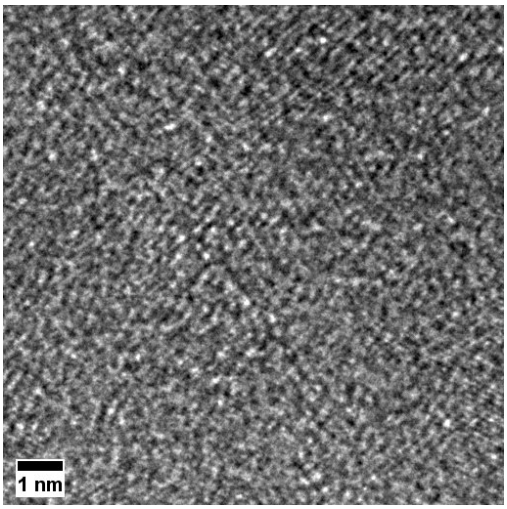

Abb. 5.28: HR-TEM; Ausschnitt Position 1(Probe I99E1)

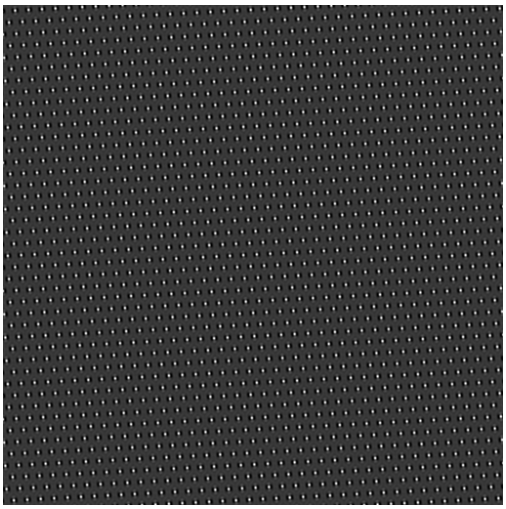

Abb. 5.29: STEM-Simulation zu Abb. 5.28; α-Ti in [0 0 1]

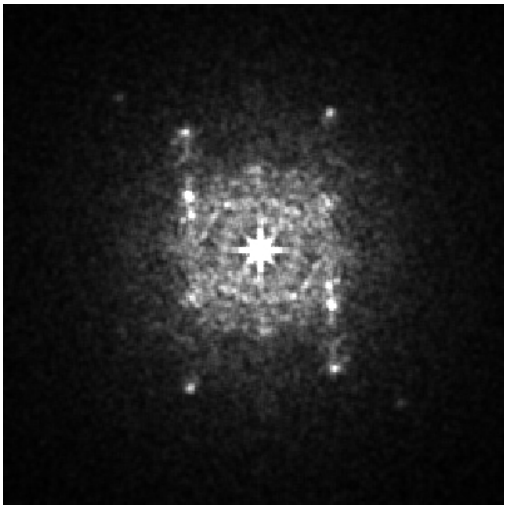

Abb. 5.30: FFT von Abb. 5.28

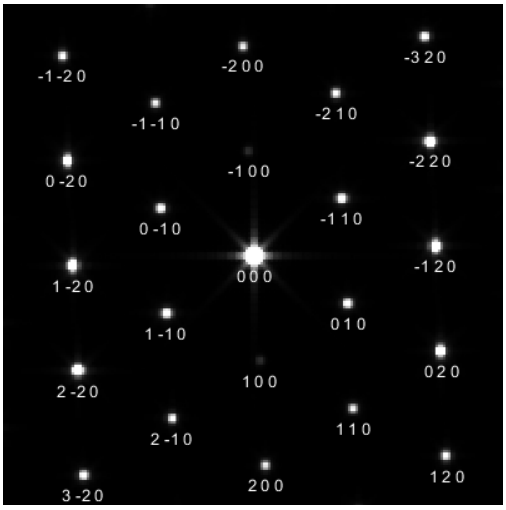

Abb. 5.31: FFT von Abb. 5.29

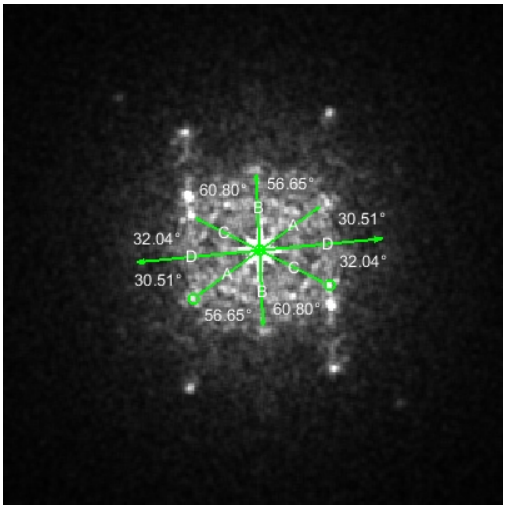

Abb. 5.32: Analysierte Ebenenabstände und -winkel aus 5.30

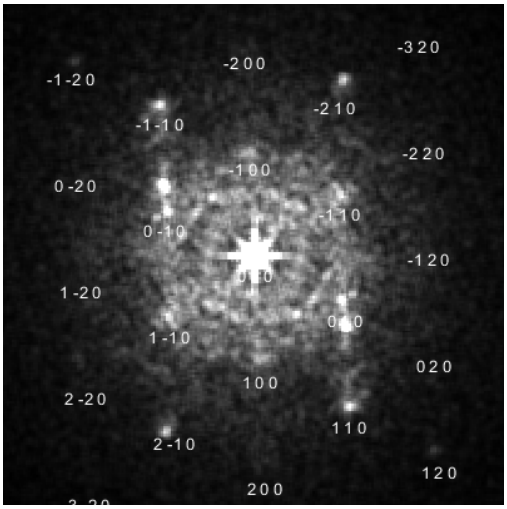

Abb. 5.33: Resultierende Indizierung als α-Ti [0 0 1] für 5.30

Position 2.: Die Position 2 in Abbildung 5.21 ist in Abbildung 5.34 im Detail dargestellt. Man erkennt klar Ebenen, die etwa 15° im Uhrzeigersinn zur Senkrechten geneigt sind. Deutlich schlechter zu erkennen sind dazu orthogonale Ebenen. Wie schon in [67] vermutet und im Einklang mit den XRD-Messungen von Aonuma und Nakata [55] und den DF-TEM Messungen in Abbildung 5.19 wird die Al_3Ti-Phase in ihrer $D0_{22}$-Struktur erwartet. Die in Abbildung 5.36 dargestellte FFT der Abbildung 5.34 zeigt eine Linie von vier klaren Reflexpaaren 15° im Uhrzeigersinn zur Waagrechten geneigt und ein dazu orthogonal liegendes Paar an Reflexen. Die Abstände der Viererreihen entsprechen den Ebenenabständen der (0 0 1),(0 0 2),(0 0 3) und (0 0 4)-Ebenen und das dazu orthogonale Paar den Abständen der, zu diesen orthogonalen, (2 1 0)-Ebenen der Al_3Ti-Phase in ihrer $D0_{22}$-Struktur. Parallel zur Linie der Vierergruppe und durch den dazu senkrechten Reflex geht eine diffuse Linie erhöhter Intensität welche auch zwei schwache Reflexpaare beinhaltet. Diese haben zueinander den Abstand der einem um 1 erhöhten Miller-Index l entspricht. Diese Abstände und Winkel zueinander decken sich hervorragend mit der Periodizität der Projektion der Al_3Ti-Phase in $D0_{22}$-Struktur in [-1 2 0]-Orientierung. Diese ist in Abbildung 5.39 indiziert. Die Intensität der Reflexe, insbesondere (2 1 0), (0 0 2) und (0 0 1) zeigt allerdings Abweichungen. Sie sollten den Auslöschungsregeln nach kaum zu sehen sein. Dies liegt daran, dass die Gitterperiodizitäten aufgrund der Verspannungen nicht sehr präzise eingehalten sind. Daher sind sie in Abbildung 5.34 auch schlecht zu erkennen. In Abbildung 5.36 erscheint das (0 0 2) Reflexpaar auch sehr elliptisch, was auf entsprechend ausgerichtete Gitterverzerrung in der Umgebung der dazu senkrechten und in Abbildung 5.34 zu erkennenden Stufenversetzungen liegt. Die Abstände der (0 0 2) Ebenen streuen also etwas und verhindern die Auslöschung. Das (2 1 0)-Reflexpaar weist anstatt eines scharfen Peaks eher eine L-Form auf. Das scheinbare (0 0 1)-Reflexpaar entpuppt sich auch bei näherer Betrachtung als je zwei Reflexe, welche Ebenenabständen von circa 0,7 und 1,0 nm entsprechen. Für (0 0 1)-Ebenen erwartet man ein Maximum bei 0,86 nm. Heir weist diese FFT aber ein lokales Minimum auf. Dargestellt ist dies nochmal im Detail in Abbildung 5.40. Das Einschieben der Ebenen der Stufenversetzungen stört die Periodizität der Stapelfolge entlang der [0 0 1] Richtung und damit die nach Theorie erwartete Auslöschung. Das (0 0 3) Reflexpaar erscheint dann in Superposition als Artefakt der FFT. Abbildung 5.35 zeigt die Simulation einer STEM-Aufnahme der Al_3Ti-Phase in $D0_{22}$-Struktur in [-1 2 0]-Orientierung. In Abbildung 5.37 sieht man die entsprechend indizierte FFT dazu. Die überzähligen, nicht in der [-1 2 0]-Orientierung zu erklärenden, zwei Reflexpaare, die um etwa 5° und 80° im Uhrzeigersinn zur Senkrechten liegen, entsprechen in Abstand und dem Winkel zueinander den (0 0 4) und (1 1 2)-Ebenen der $D0_{22}$-Struktur und entspringen einer lokalen [-1 1 0]-Orientierung der Al_3Ti-Phase in $D0_{22}$-Struktur in der Abbildung 5.34 rechts unten.

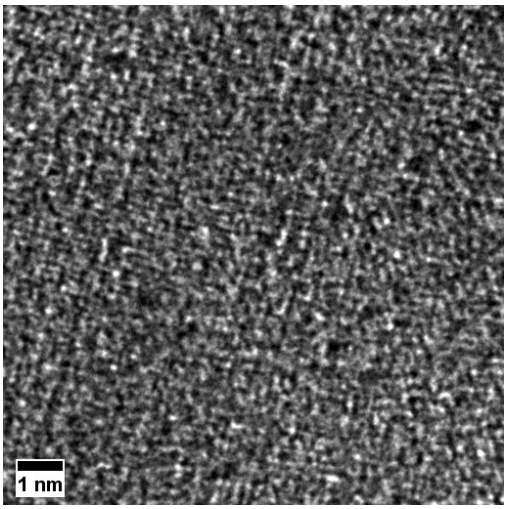

Abb. 5.34: HR-TEM; Ausschnitt Position 1(Probe I99E1)

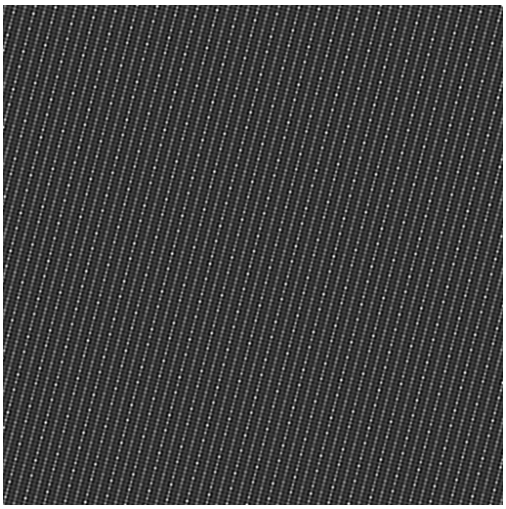

Abb. 5.35: STEM-Simulation zu Abb. 5.34; $D0_{22}$ Al_3Ti in [-1 2 0]

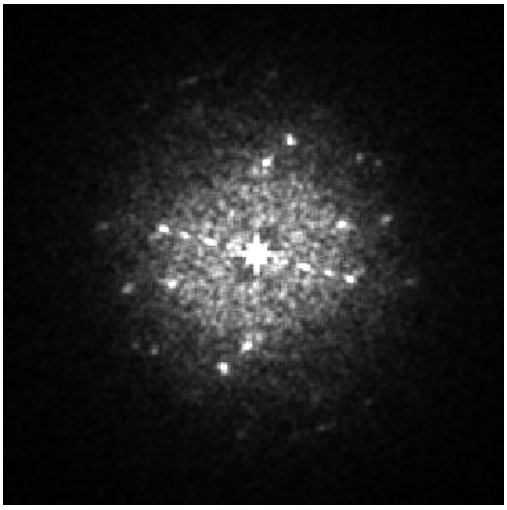

Abb. 5.36: FFT von Abb. 5.34

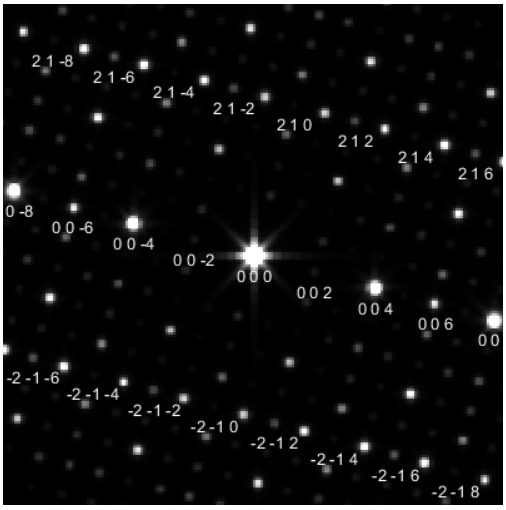

Abb. 5.37: FFT von Abb. 5.35

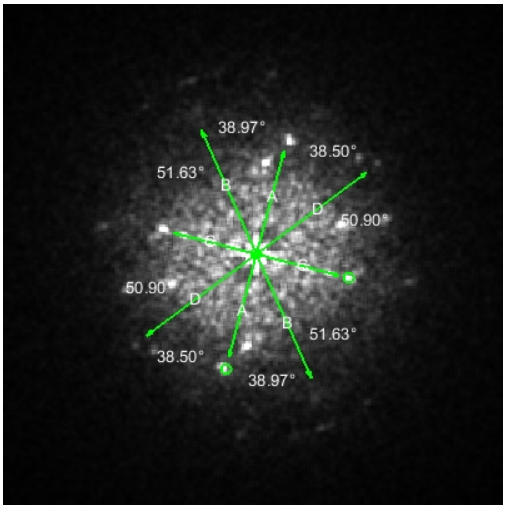

Abb. 5.38: Analysierte Ebenenabstände und -winkel aus 5.36

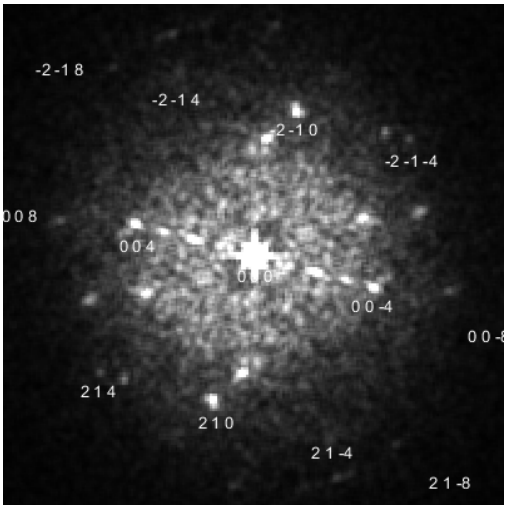

Abb. 5.39: Resultierende Indizierung als $D0_{22}$ Al_3Ti [-1 2 0] für 5.36

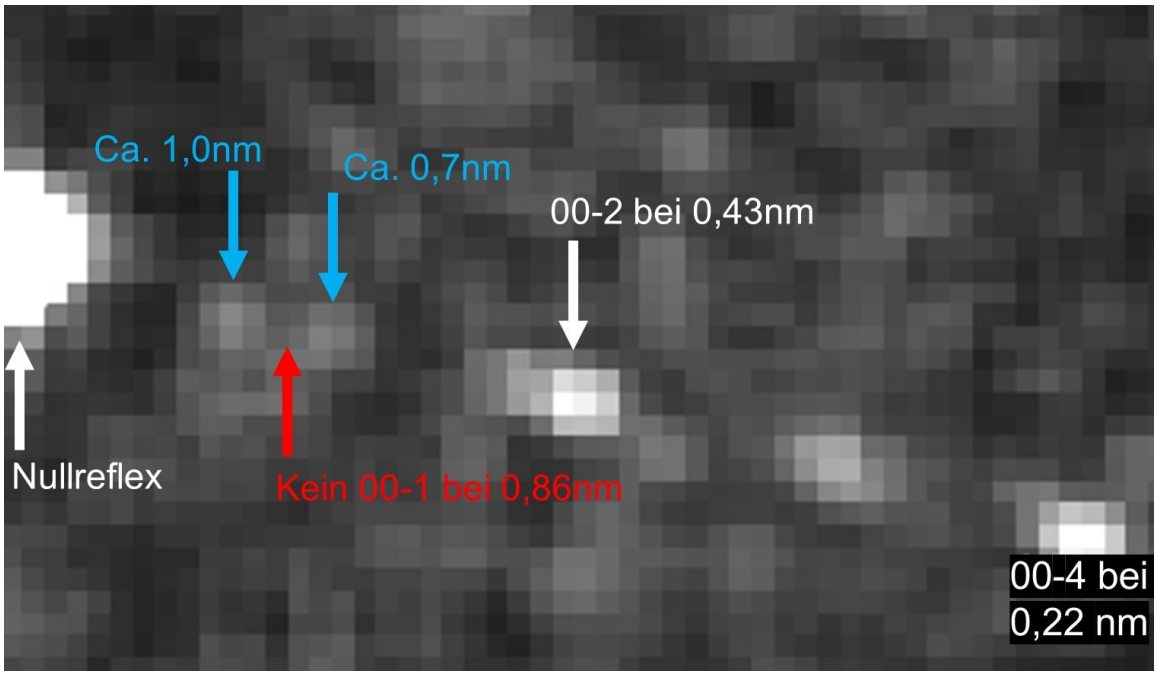

Abb. 5.40: Vergrößerter und kontrastangepasster Ausschnitt aus der FFT in Abbildung 5.39

Position 3.: Der HR-TEM-Ausschnitt an der Position 3 ist in Abbildung 5.41 dargestellt. Man erkennt klar eine deutliche Ebenenstruktur etwa diagonal von oben rechts nach unten links. Zwar kann man sehen, dass sich diese Linien aus einzelnen Punkten (≙ Atomstapel) zusammen setzen, weitere Periodizitäten sind mit den Auge höchstens lokal zu unterscheiden. Aufschluss über weitere in der Bildinformation enthaltene Periodizitäten verrät die in Abbildung 5.43 dargestellte FFT. Neben dem Nullreflex und dem deutlichen Reflexpaar, das aus den schon beschriebenen Ebenen resultiert, ist in Verlängerung und mit doppeltem inversen Abstand ein weiteres Reflexpaar zu sehen. Außerdem gibt es parallel dazu zwei symmetrisch auftretende, zueinander lineare Dreiergruppen an Reflexen. Diese sind bei genauer Betrachtung jedoch nicht exakt senkrecht positioniert. Bei der vertieften Analyse, wie in Abbildung 5.45 dargestellt, kommt man auf einen Winkel von 82° den die zwei Ebenen von 214 pm und 138 pm Ebenenabstand einschließen. Sehr schwach sind noch einige Bereiche erhöhter Intensität zu sehen die bei ungefähr 3/5 der schwachen fast senkrechten Reflexe liegen. Diese sind aber diffus und daher weder sicher als Reflexe einstufbar noch ist ihre Position mit analytisch brauchbarer Präzision ausmessbar. Zu dieser limitierten Information konnte keine eindeutige Lösung auf die Frage, welche Phase in welcher Orientierung vorliegt, gefunden werden. Stattdessen werden nun drei Lösungsvorschläge präsentiert, die mit einer befriedigenden, aber auch limitier-

ten Qualität, die für Position 3 mit HR-TEM gemessenen Kontraste und Periodizitäten beschreiben können.

Lösungsvorschlag A.: Aufgrund des fast orthogonalen Winkels von 82° und den Erfahrungen mit der orthogonalen Phase aus Position 2 wird nun zuerst versucht, die Beobachtungen der HR-TEM-Messung mit der metastabilen $AlTi_3$-$D0_{22}$-Phase abzugleichen. Die ungefähre Lage der Reflexe und ihre Intensität lässt sich relativ gut mit der [1 -1 0]-Orientierung dieser in Verbindung bringen. Allerdings kann der 82° Winkel nur durch eine starke Verscherung der Einheitszelle erklärt werden. Das bedeutet, ein Winkel von ca. 84,6° müsste zwischen dem [0 0 1]-Gittervektor und dem [1 0 0]-Gittervektor, sowie nochmal zusätzlich zwischen dem [0 0 1]-Gittervektor und dem [0 1 0]-Gittervektor vorliegen. Das ist ein erhebliches Maß an Gitterverschiebung und bedeutet überschlagen etwa 0,1 eV/Atom energetischen Abstand zum Gleichgewichtszustand. Insgesamt muss dieser Lösungsvorschlag daher als unwahrscheinlich eingestuft werden.

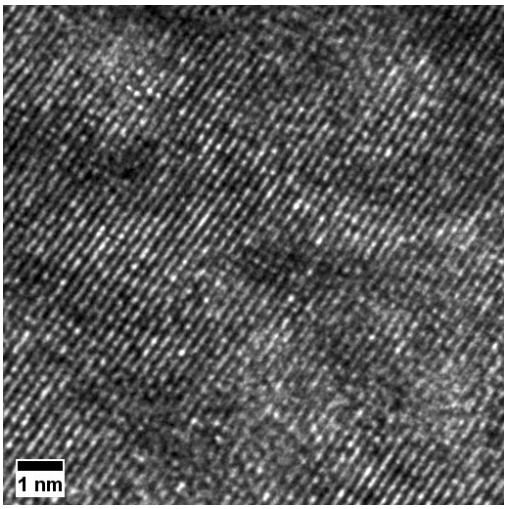

Abb. 5.41: HR-TEM Ausschnitt Position 1(Probe I99E1)

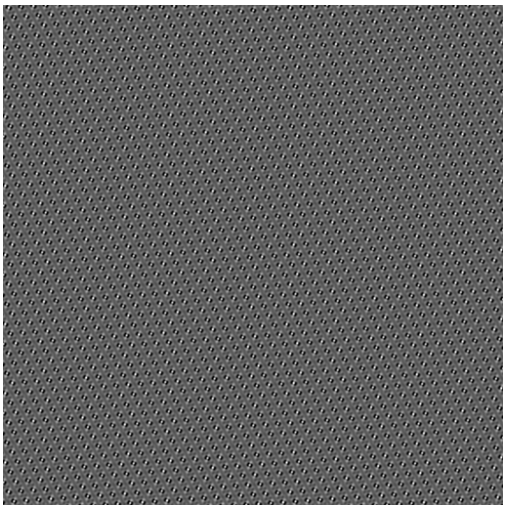

Abb. 5.42: STEM Simulation: Verzerrtes $D0_{22}$ $AlTi_3$ [1 -1 0]

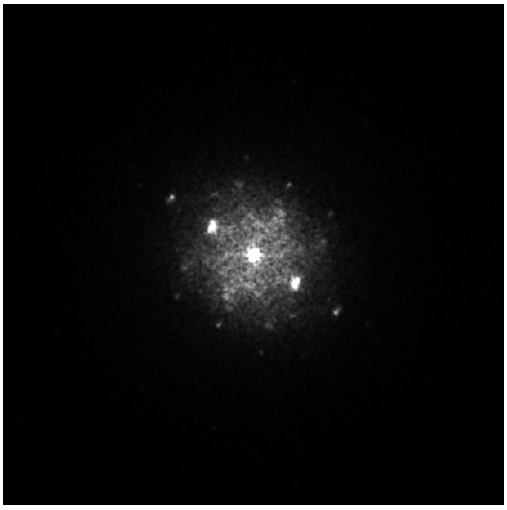

Abb. 5.43: FFT von Abb. 5.41

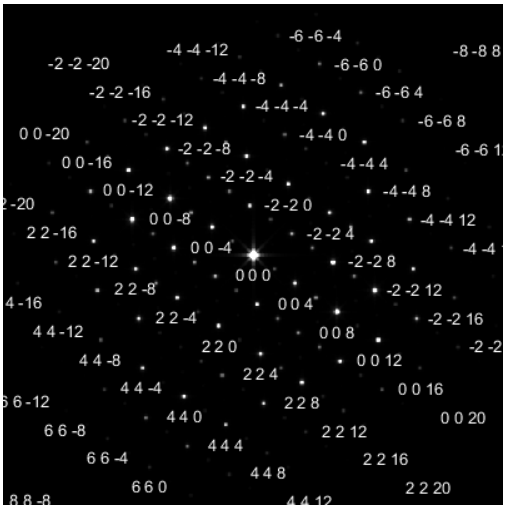

Abb. 5.44: FFT von Abb. 5.42

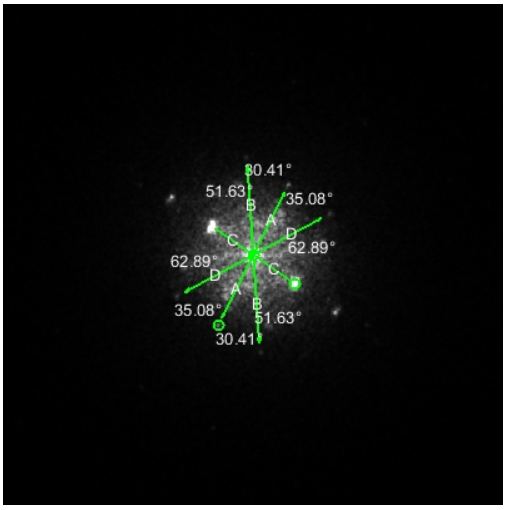

Abb. 5.45: Analysierte Ebenen- abstände und -winkel aus 5.43

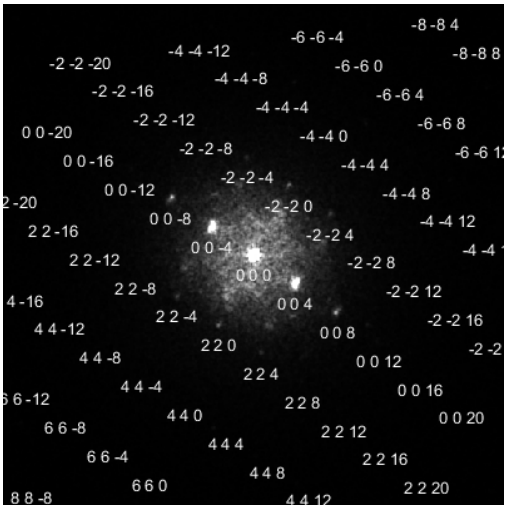

Abb. 5.46: Indizierung als verzerrte $D0_{22}$ $AlTi_3$ [1 -1 0] für 5.43

Lösungsvorschlag B.: Weitere Lösungsmöglichkeiten bietet die $D0_{19}$-Gleichgewichtsstruktur von $AlTi_3$. Die Abb. 5.47 und 5.49 zeigen erneut die oben beschriebenen Periodizitäten als HR-TEM-Aufnahme und der dazugehörigen FFT. Sie lassen sich dabei gut mit Ebenen der $D0_{19}$-Phase in Verbindung bringen, die senkrecht zu deren [-1 -1 0]-Orientierung (bzw. auch [-1 -1 2 0]) stehen. Diese liefert mit (-3 3 1),(-1 1 2) und (1 -1 3) sogar eine passende Indizierung für die schwache und diffuse Reflexgruppe. Allerdings liefert die [-1 -1 0]-Orientierung der $D0_{19}$-Gleichgewichtsstruktur von $AlTi_3$ auch eine Vielzahl von weiteren Reflexen wie in Abb. 5.50 zu sehen. Insgesamt muss man sagen, dass diese Lösung zwar die Positionen aller Reflexe aus Abb. 5.49 ohne besondere Annahmen erklären kann, die Intensitäten der Reflexe aber zwischen Messung und Simulation erhebliche Unterschiede aufweisen. Nur die in beiden Fällen deutlichen (-2 2 1)-Reflexe stimmen gut überein. Als Widerspruch dagegen wirkt insbesondere das gänzliche Fehlen eines Reflexes in der FFT in Abb. 5.49, der der orthogonal liegenden (0 0 2)-Basalebene (auch (0 0 0 2)) des hexagonalen $D0_{19}$ entspricht. Auch im Realbild in Abb. 5.41 und 5.48 sind kaum Gemeinsamkeiten im Erscheinungsbild zu erkennen. Zusammenfassend bleibt die [-1 -1 0]-Orientierung der $D0_{19}$-Gleichgewichtsstruktur als eine Orientierung einzustufen, die so viele Reflexe aufweist, dass sie wohl eher zufällig auch alle aus Abb. 5.49 halbwegs beschreibt.

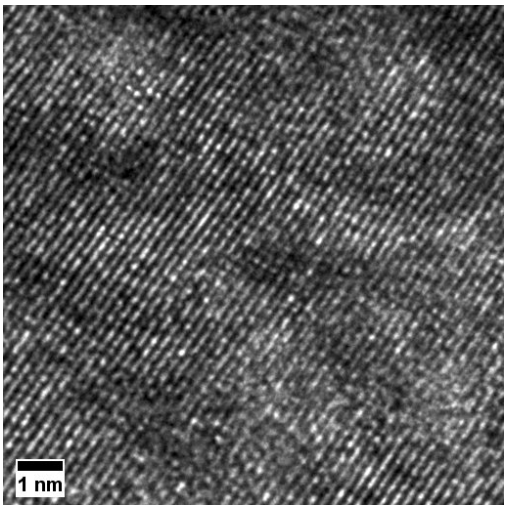

Abb. 5.47: HR-TEM Ausschnitt Position 1(Probe I99E1)

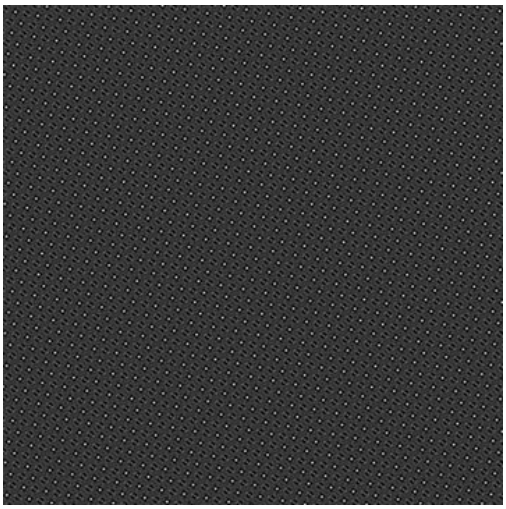

Abb. 5.48: STEM Simulation: $D0_{19}$ $AlTi_3$ [-1 -1 0]

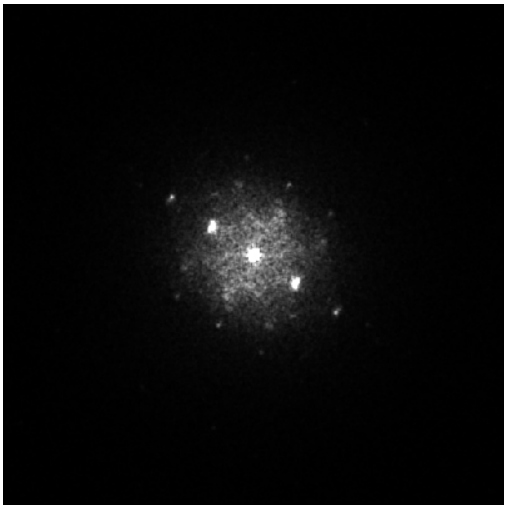

Abb. 5.49: FFT von Abb. 5.47

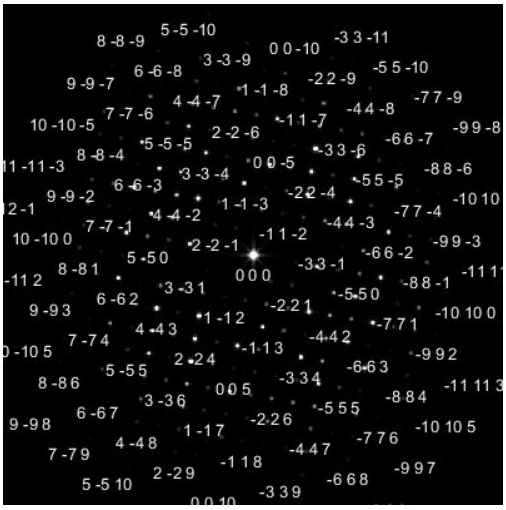

Abb. 5.50: FFT von Abb. 5.48

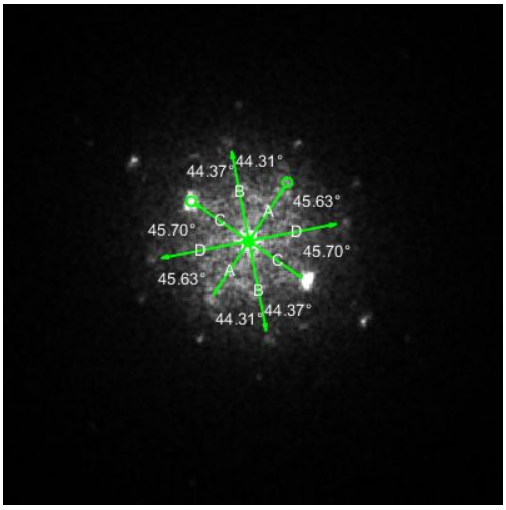

Abb. 5.51: Analysierte Ebenen- abstände und -winkel aus 5.49

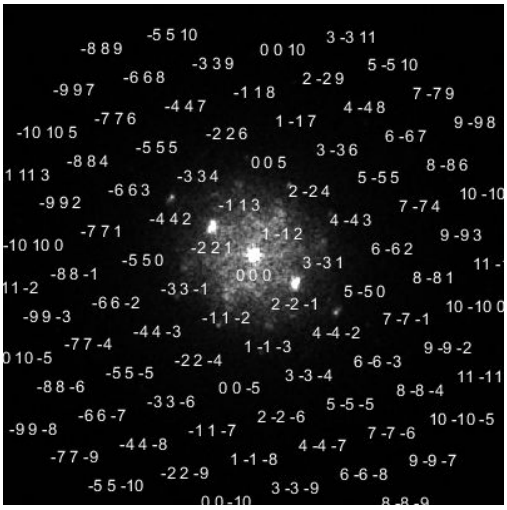

Abb. 5.52: Indizierung als $D0_{19}$ $AlTi_3$[-1 -1 0] für 5.49

Lösungsvorschlag C.: Will man das Positive aus Lösungsvorschlag B - die gute Übereinstimmung der pyramidalen (-2 2 1)-Reflexe - übernehmen, gelangt man über Rotation auf der [-2 2 1]-Achse zur [-3 -4 2]-Orientierung der $D0_{19}$-$AlTi_3$-Phase. Deren Periodizität, dargestellt in Abb. 5.56 als FFT der Simulation in Abb. 5.54, deckt sich gut sowohl mit der prominenten Reflexreihe um die (-2 2 1)- und deren vielfachen (-4 4 2)-Reflexe als auch mit der dazu parallelen schwächeren Reflexreihe, die dabei (0 2 4) (2 0 3) und (4 -2 2) entsprechen. Die diffusen Intensitäten dazwischen können hier zwar nicht bestimmten Ebenen zugeordnet werden, aber Abb. 5.58 weist eine Vielzahl schwacher Reflexe in diesem Bereich auf, die die Intensität dort plausibel erklärt. Subjektiv überzeugt auch der Vergleich der Abbildungen im Realraum. Die deutlich erkennbare Ebenenabfolge aus Abb. 5.53 ist in der simulierten Abb. 5.54 mit derselben Deutlichkeit vorhanden. Trotz des vergleichsweise hohen Index ist die [-3 -4 2]-Orientierung von $D0_{19}$ $AlTi_3$ eine hochplausible Beschreibung für die gemessene HR-TEM Aufnahme.

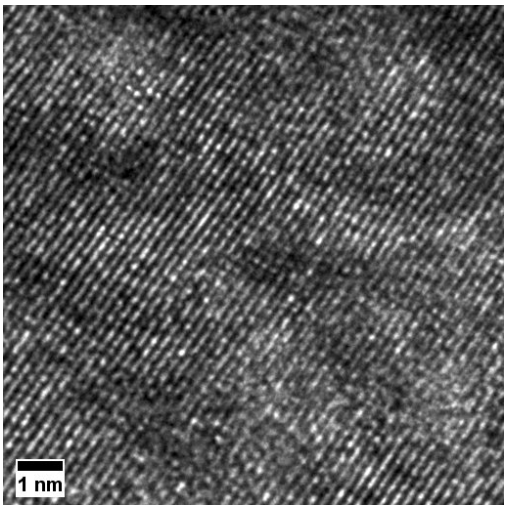

Abb. 5.53: HR-TEM Ausschnitt Position 1(Probe I99E1)

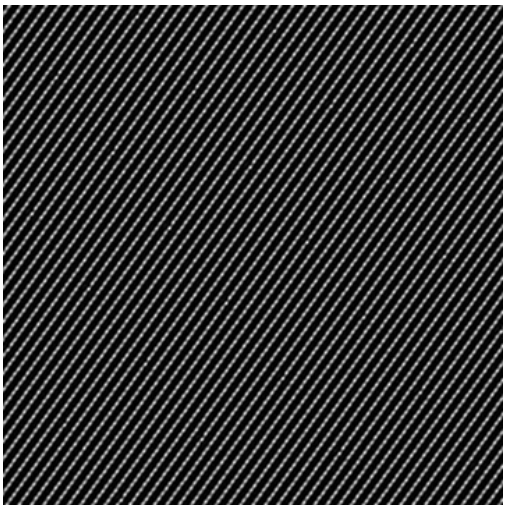

Abb. 5.54: STEM Simulation: $D0_{19}$ $AlTi_3$ [-3 -4 2]

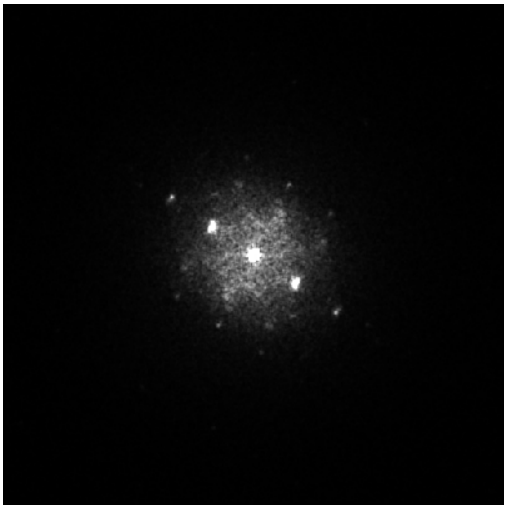

Abb. 5.55: FFT von Abb. 5.53

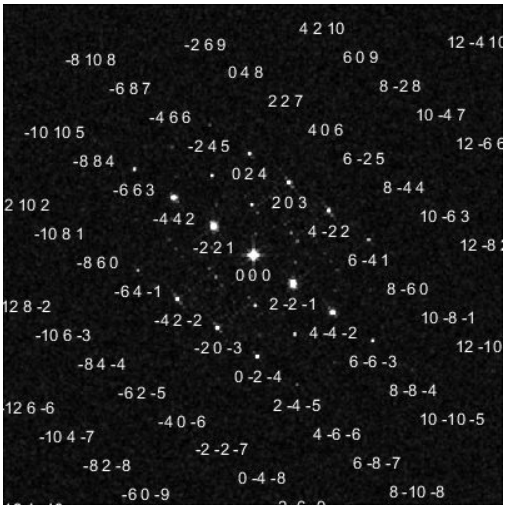

Abb. 5.56: FFT von Abb. 5.54

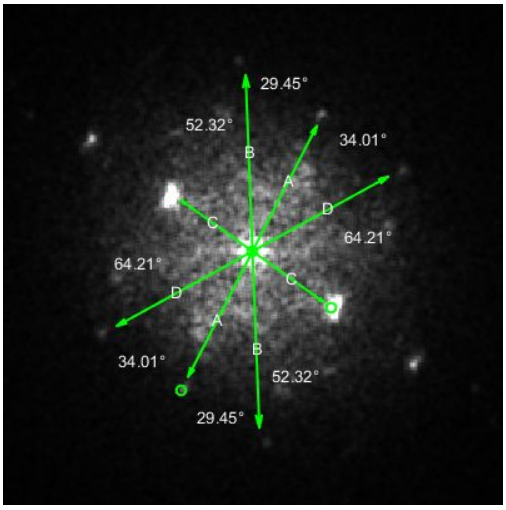

Abb. 5.57: Analysierte Ebenen- abstände und -winkel aus 5.55

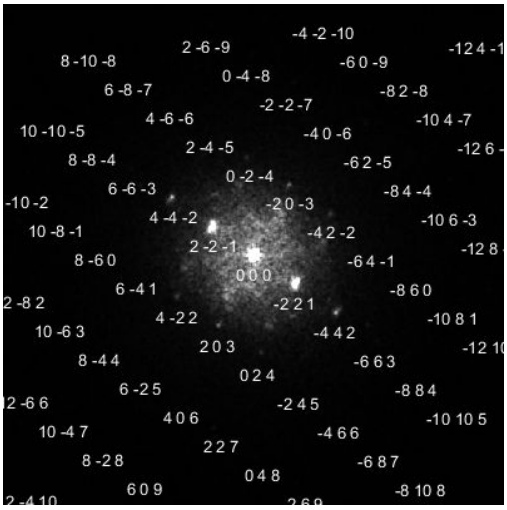

Abb. 5.58: Indizierung als $D0_{19}$ $AlTi_3$[-3 -4 2] für 5.55

Vergleich der Lösungsvorschläge Allem voran muss festgehalten werden, dass die drei genannten Lösungsvorschläge nicht exklusiv sind. Weitere bislang nicht betrachtete mögliche Lösungen aus stabilen und metastabilen Phasen und Orientierungen, die die Messung aus Abb. 5.41 sinnvoll beschreiben, könnten existieren. Von den genannten erscheint Lösungsvorschlag C aber deutlich wahrscheinlicher als die anderen beiden. Lösungsvorschlag A ist energetisch sehr ungünstig und die Ausbildung daher unwahrscheinlich und er wirkt insgesamt als konstruierte Lösung. Bei Lösungsvorschlag B gibt es erhebliche Unterschiede zwischen dem, was als Intensitäten gemessen wurde und der Theorie bzw. Simulation. Es ist eher als Lösung einzustufen, die zufällig auch die quantifizierbare Minimalinformation aus zwei Ebenenabständen von 214 pm und 138 pm und dem dazwischenliegenden Winkel von 82 °beschreibt. Bei Lösungsvorschlag C stimmen nicht nur Abstände und Winkel, sondern auch Intensitäten und Erscheinungsbild überein. Dies gelingt dabei unter Verwendung der Gleichgewichtsphase. Insgesamt ist Lösungsvorschlag C daher höchst plausibel und den anderen beiden überlegen.

Orientierungsrelation der Positionen Vergleicht man nun die mit HR-TEM aufgenommenen Bereiche und FFT untereinander, so fällt sofort auf, dass Abb. 5.24, 5.30, 5.43 und 5.36 je ein sehr intensives Reflexpaar bei ungefähr 25°im Uhrzeigersinn aus der Waagrechten haben. Konkret sind diese 24° bei Position 1 (α-Al), 27° Position 4 (α-Ti), 18° Position 2 (vermutlich Al_3Ti) und 32° Position 3 (vermutlich $AlTi_3$). Dies entspricht auch wie in Abb. 5.20 zu sehen etwa der Fügeebene. Die Ebenenabstände sind nicht nur sehr ähnlich, sondern sogar noch systematisch aufsteigend. Der Abstand wächst dabei von 203 pm bei Position 1 (α-Al) über 215 pm Position 2 (vermutlich Al_3Ti) und 218 pm bei Position 3 (vermutlich $AlTi_3$) zu 255 pm bei Position 4 (α-Ti). Das bedeutet, dass die Reinphasen und die intermetallischen Phasen zumindest teilweise in der Lage sind, Ebenen an der Phasengrenze ineinander übergehen zu lassen und somit eine semikohärente Grenzfläche bilden zu können. Zu beiden Seiten dieser werden zum Ausgleich der unterschiedlichen Gitterparameter regelmäßig Versetzungen eingeschoben. Deutlich zu sehen ist dies in Abb. 5.20 . Dort erkennt man mehrere Bereiche in der Aluminium α-Phase unscharf die orthogonal zur Grenzfläche stehen. Dies sind die Verzerrungsfelder in der Umgebung je einer Versetzung, die die Gitterabbildung durch HR-TEM stören. In der rechten Bildhälfte sind sechs solche Versetzungen deutlich zu sehen. Eine weitere ist im Bereich des Bildrandes nicht mehr vollständig abgebildet. In der linken Bildhälfte unten ist nur noch eine einzelne. Da in dieser linken unteren Bildecke aber der Lochrand der TEM-Probe ist, ist davon auszugehen, dass die diesem nahe gelegenen Versetzungen dorthin gewandert und dort ausgeheilt sind. Die sechs klar und vollständig abgebildeten und homodistanten Versetzungen erstrecken sich über etwa 48,5 nm. Es liegt also ein durchschnittlicher

Versetzungsabstand von 9,7 nm vor. Zieht man die zuvor gemessenen Ebenenabstände von 210 pm für α-Aluminium (0 2 0) und 215 pm für $D0_{22}$ Al_3Ti (0 0 2) heran, so bedeutet dies, dass auf 46 α-Aluminium (0 2 0)-Ebenen (≙ 9,66 nm) 47 Ebenen $D0_{22}$ Al_3Ti (0 0 2) (≙ 9,68 nm) entfallen. Eine Versetzung pro 46 respektive 47 Gitterebenen spricht für eine semikohärente Grenzfläche mit einem hohen Maß an Kohärenz.

5.2 Wachstumskinetik der intermetallischen Phasenschichten

5.2.1 Temperaturabhängigkeit

Um die Dicke der intermetallischen Schichten in Abhängigkeit von den Prozessparametern beim Rührreibschweißen zu untersuchen, wurden Parametervariationsserien [69] [71] [70] aus Aluminium EN AW-1050A und EN CW008A gefügt und aus jeder Naht an den Positionen C und E (nach Schnittplan [80]) Querschliffproben für die Rasterelektronenmikroskopie präpariert. Anschließend wurden mit dem REM hochauflösende Aufnahmen der Grenzfläche gemacht. Für die benötigte Bildauflösung von wenigen Nanometern fand ein Zeiss Merlin mit Gemini 2 Säule Verwendung. Um lokale Anomalien zu erkennen, wurden Aufnahmen von je zwei Positionen der Grenzfläche gemacht. Die Positionen wurden möglichst zentral nach den Kriterien einer gleichmäßig gewachsenen Schicht, um lokale Diffusion fördernde oder hemmende Effekte auszuschließen, und einer präzisen und eindeutigen Erkennbarkeit der Phasengrenzen gewählt. In der anschließenden Auswertung wurde, wenn möglich, an 15 gleichmäßig über das Bild verteilten Stellen, die Dicke der intermetallischen Schicht vermessen. Wenn eine präzise und eindeutige Erkennbarkeit der Phasengrenzen nicht in allen Bildbereichen gegeben war, wurde die Zahl der Messungen reduziert. Es wurden aber mindestens fünf Messwerte pro Bild und 15 Messwerte pro Bildpaar von einer Probe erzeugt. Über alle so erlangten Messwerte einer Probe wurde der Mittelwert gebildet und zur Fehlerstatistik die Standardabweichung. Abbildung 5.59 zeigt die so ermittelten Messwerte der intermetallischen Schichtdicke aus einer Probenserie, die mit Drehzahlregelung geschweißt worden war [69], aufgetragen nach Arrhenius gegen das Temperaturmaximum, das mit Thermoelementen nahe dem Nugget an der Grenze der thermomechanisch beeinflussten Zone (TMAZ von engl.: Thermo-Mechanically Affected Zone) und der Wärmeeinflusszone (HAZ von engl.: Heat Affected Zone) während des Prozesses ermittelt worden war.

Die Punkte zwischen 1,5 - 1,65 K^{-1} bilden eine Gerade im Arrhenius-Plot. Die Aktivierungsenergie dieser Gerade ist $2{,}33 \pm 0{,}15$ eV pro Atom. Da die Temperatur an der untersuchten Position der Grenzfläche eine andere ist, als die hier aufgetragene, in der HAZ gemessene Temperatur, ist die Bedeutung dieses Wertes der Aktivierungsenergie eher technisch. Der Messwert für die Schichtdicke der Schweißnaht bei 1,785 K^{-1}, was 800 min^{-1} entspricht, ist in der Arrheniusanalyse nicht berücksichtigt, da es nur stellenweise zu einer Ausbildung einer messbaren intermetallischen Phasenschicht kam. Es wurde aber dennoch an ausgewählten Stellen mit erfolgter Schichtbildung deren Dicke gemessen. Da an diesen Stellen wohl diffusionsbegünstigende Faktoren vorliegen, ist nicht verwunderlich,

dass dieser Wert über der Geraden liegt.
Auf diesen Ergebnissen aufbauend ist eine Probenserie mit Temperaturerfassung im Werkzeug und einem darauf aufbauenden temperaturgeregelten Rührreibschweißprozess gefügt worden [70]. Die Temperaturerfassung hat mit einem Thermoelement stattgefunden, welches durch eine Bohrung im Pin geführt war und die Temperatur des plastifizierten Aluminiums an der Grenzfläche zum Pin maß. Diese Temperatur stimmt erheblich besser mit der tatsächlichen Temperatur an der Al-Cu-Grenzfläche überein. Diese Probenserie wurde nach derselben Vorgehensweise wie die drehzahlgeregelte Serie präpariert und im REM analysiert. Die daraus resultierende Arrheniusauftragung ist in Abbildung 5.60 dargestellt. Zwischen 400 °C und 520 °C beschreibt die Gerade den Verlauf der Messpunkte sehr gut. Bei höheren Temperaturen weichen die Messwerte in beide Richtungen von der Geraden ab. Ursache könnte sein, dass der Bereich der eutektischen Temperatur des Al-Cu-Systems von 548,2 °C erreicht ist und sich stellenweise Aluminium und Kupfer im eutektischen Mischungsverhältnis befinden. Lokales Aufschmelzen erscheint also möglich. Der Bereich oberhalb von 520 °C hat sich allerdings auch als technisch weniger relevant herausgestellt, da die besten mechanischen Nahteigenschaften bei niedrigeren Temperaturen erzielt werden können [70]. Die Arrheniusgerade bedeutet eine Aktivierungsenergie von $0{,}84 \pm 0{,}05$ eV pro Atom für das Wachstum unserer Doppelschicht. Dieser Wert kann nun auch wissenschaftlich betrachtet werden, da die Temperaturmessung im Pin die Temperatur der Interdiffusionszone bestmöglich wiedergibt. Vergleicht man diesen Wert mit den Aktivierungsenergien für das Wachstum von 1,27 eV bei Al_2Cu bzw. 1,37 eV bei Al_4Cu_9 nach Funamizu und Watanabe [42], so fällt auf, dass der Wert deutlich niedriger ist. Die Werte von Funamizu und Watanabe [42] wurden mit dem Ziel des Ausschlusses von störenden Einflussfaktoren ermittelt. Das heißt, es wurde ausgeheiltes Material in einem Zustand nahe am thermodynamischen Gleichgewicht verwendet. Das Schweißnugget direkt nach dem Fügen ist vom thermodynamischen Gleichgewicht weit entfernt. Insbesondere ist davon auszugehen, dass in Folge der massiven Umformung durch das Rühren ein deutlicher Überschuss an Leerstellen vorhanden sein dürfte. Wenn Leerstellen prozessbedingt im Überschuss vorhanden sind, reduziert sich der Faktor der Leerstellenbildungsenthalpie in der Aktivierungsenergie der Diffusion. Im thermodynamischen Gleichgewicht macht die Leerstellenbildungsenthalpie bei Metallen etwa die Hälfte der Aktivierungsenergie der Diffusion aus. Ein Absenken der Aktivierungsenergie der Diffusion durch Überschussleerstellen auf ca. 65 % erscheint also als möglich.

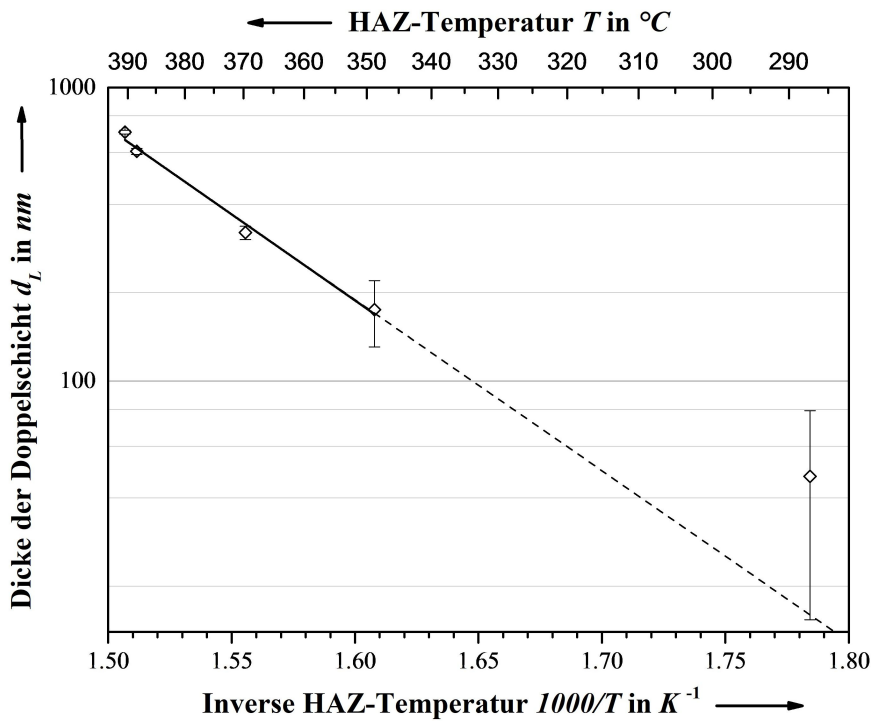

Abb. 5.59: Arrheniusauftragung Dicke der intermetallischen Schicht gegen die Temperatur gemessen in der HAZ der Schweißnaht bei EN AW-1050A mit EN CW008A Schweißnähten (Proben I150C und -E bis I154C und -E); nach Marstatt et al. [69]

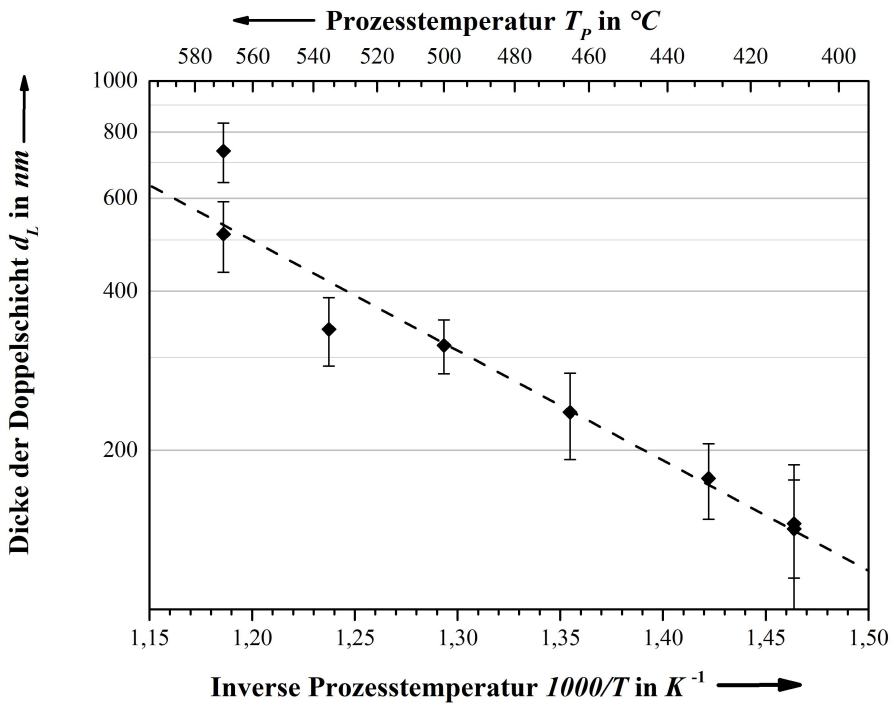

Abb. 5.60: Arrheniusauftragung Dicke der intermetallischen Schicht aufgetragen gegen die geregelte Prozesstemperatur bei EN AW-1050A mit EN CW008A Schweißnähten (Proben ICTMP_1C und -E bis ICTMP_ 8C und -E); nach Marstatt et al. [71]

5.2.2 Zeitabhängigkeit

Wie nun tatsächlich die Temperaturhistorie an einer bestimmten Position der Schweißnaht aussieht, ist exemplarisch in Abbildung 5.61 gezeigt. Die Temperatur wurde dabei unterhalb der Schulterkante, also 7 mm von der Werkzeugachse entfernt und 0,55 mm über der Stoßfläche, mit Thermoelementen vom Typ K gemessen [69] [68]. Sie ist nicht im durchrührten Nugget, sondern nur in der Heat Affected Zone gemessen, weshalb der Maximalwert nur etwa 570 K beträgt. In den ersten 5 Sekunden fällt er bereits wieder um fast 150 K ab. Abbildung 5.62 zeigt, was dies für den zeitlichen Verlauf der thermischen Aktivierung bedeutet. Dazu wurde die gemessene zeitabhängige Temperatur $T(t)$ auf eine Exponentialfunktion nach Boltzmann mit einer Aktivierungsenergie von der für Festkörper typischen 1 eV/Atom angewendet. Es zeigt sich, dass die thermische Aktivierung nur kurz vorliegt und nach einer Zeit t_{end} von wenigen Sekunden beendet ist. Die Temperatur an der Fügefläche ist natürlich höher, lässt sich aber mit stationären Thermoelementen im Material nur schwer quantitativ messen. Qualitativ sollte das zeitliche Verhalten, also ein rascher Anstieg, ein scharfer Peak und ein langsam auslaufendes Abkühlen, das wegen des exponentiellen Zusammenhangs aber kaum von Relevanz ist, auch dort bestehen. Basierend auf den Temperaturmessungen außerhalb des Nugget wurde aber der Wärmehaushalt der gesamten Naht über den ganzen Prozess simuliert. Diese Simulation gelang im Falle von Aluminium-Titan-Nähten [68] und später Krutzlinger et al. auch im Falle von Aluminium-Kupfer-Nähten [75], so dass quantitativ brauchbare Ergebnisse erreicht werden konnten. Basierend darauf wird davon ausgegangen, dass die Peaktemperaturen an der Fügefläche den an der Pinoberfläche gemessenen und angeregelten [70] Temperaturen entsprechen [71].

Im Folgenden wird auch die vereinfachende Annahme eines Zeitäquivalentwerts t^* verwendet. Dieser ist definiert durch:

$$\int_0^{t_{end}} exp\left(\frac{-E_{Akt}}{k_B * T(t)}\right) \mathrm{d}t = exp\left(\frac{-E_{Akt}}{k_B * T_{Peak}}\right) * t^* \tag{5.1}$$

Er ist also die Zeit, in der die Peaktemperatur vorliegen müsste, mit einem anschließenden sofortigem Abfallen auf Raumtemperatur, um dieselbe thermische Anregung zu erhalten wie durch die tatsächliche Temperatur-Zeit-Kurve. Die in Gleichung 5.1 als Definition von t^* geforderte Integralgleichheit ist auch in Abbildung 5.63 grafisch dargestellt. Die Breite des tatsächlichen Temperatur-Zeit-Verlaufs und damit auch der Zeitäquivalentwert t^* sind hauptsächlich von der Vorschubgeschwindigkeit v des Werkzeugpins abhängig. Bewegt sich das Werkzeug schneller durch das Material, so kommt die Wärmequelle schneller auf die betrachtete Position zu, passiert diese schneller und entfernt sich anschließend mit höherer Geschwindigkeit von dieser, sodass schneller wieder eine Abkühlung eintritt. Des

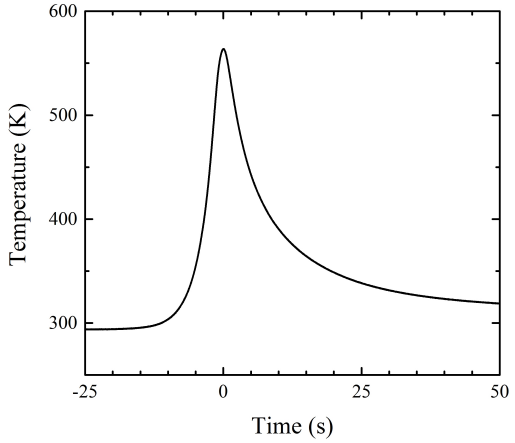

Abb. 5.61: Temperatur-Zeit- Kurve [69] [68] gemessen im Aluminium knapp außerhalb des Nugget

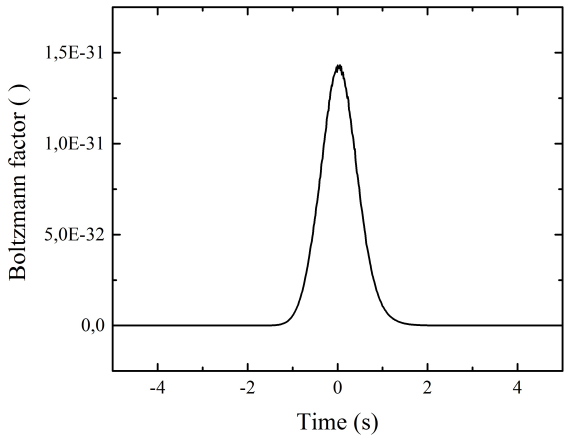

Abb. 5.62: Thermische-Aktivierung- Zeit-Kurve zu Abb.5.61 für eine Aktivierungsenergie von beispielsweise 1 eV/Atom

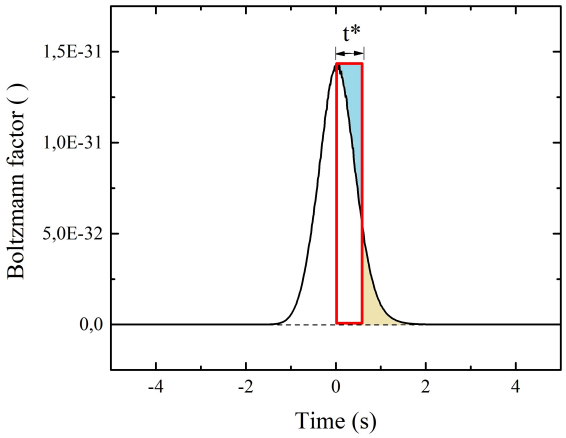

Abb. 5.63: Thermische-Aktivierung- Zeit-Kurve mit Äquivalentzeitintegral

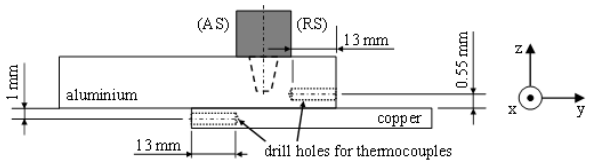

Abb. 5.64: Anordnung der Temperaturmessung [69] für Abbildung 5.61

Weiteren wird insgesamt bei höherem Vorschub und damit geringerer Prozesszeit weniger Wärme in das Bauteil eingebracht. Aus der Messung ableitbar ist der Zeitäquivalentwert aufgrund der Komplexität des Prozesses und seines Wärmehaushalts nicht. Quantitativ kann er bestenfalls durch Simulation erfasst werden. Qualitativ steht er im reziproken Zusammenhang zur Vorschubgeschwindigkeit. Die Vorschubgeschwindigkeit und damit ihr Inverses beinhaltet neben der Komponente in der Zeitdimension auch einen Anteil in der Dimension einer Länge. Dieser ist aufgrund der gleichbleibenden Geometrie der Schweißexperimente konstant und von der Größenordnung 10 mm, wodurch sich Zeitäquivalentwerte t^* der Größenordnung 1 s ergeben.
Da nach Theorie die Weg-Zeit-Abhängigkeit der Diffusionsprozesse gegeben ist als(vgl. Gl. 2.7)

$$\bar{x^2} = 2D(T) * t \tag{5.2}$$

für die Dicken d_l der intermetallischen Phasenschichten in den dargestellten Rührreibschweißnähten, bedeutet dies

$$(d_l)^2 \propto \int_0^{t_{end}} 2 * D\Big(T(t)\Big)\,\mathrm{d}t, \tag{5.3}$$

beziehungsweise mit dem Zeitequivalentwert t^*

$$(d_l)^2 \propto 2 * D(T_p) * t^* \tag{5.4}$$

und aus den oben dargestellten Annahmen

$$t^* \propto v^{-1} \tag{5.5}$$

also auch

$$(d_l)^2 \propto 2 * D(T_p) * v^{-1}. \tag{5.6}$$

Zur Überprüfung dieses Zusammenhangs sind in Abbildung 5.65 die im REM vermessenen Schichtdicken der intermetallischen Phasenschichten aus Nähten, die sich nur in der verwendeten Vorschubgeschwindigkeit unterscheiden, gegen die inverse Vorschubgeschwindigkeit aufgetragen. Die geregelte Prozesstemperatur betrug T_P= 480 °C. Ebenfalls enthält die Abbildung einen der Gleichung 5.6 entsprechenden Fit. Dieser Fit trifft nicht alle Punkte innerhalb ihrer Fehlerbalken, welche die Standardabweichung der gemessenen Schichtdicken repräsentieren, und hat auch nur ein R^2 von 0,81. Im Gegensatz zum exponentiellen Temperaturzusammenhang erfordert der parabolische Zeitzusammenhang ein maximales Ausreizen der Prozessgrenzen um signifikante Unterschiede der Schichtdicke als Messgröße zu erzeugen. Das spiegelt sich auch in der Stabilität des Prozesses,

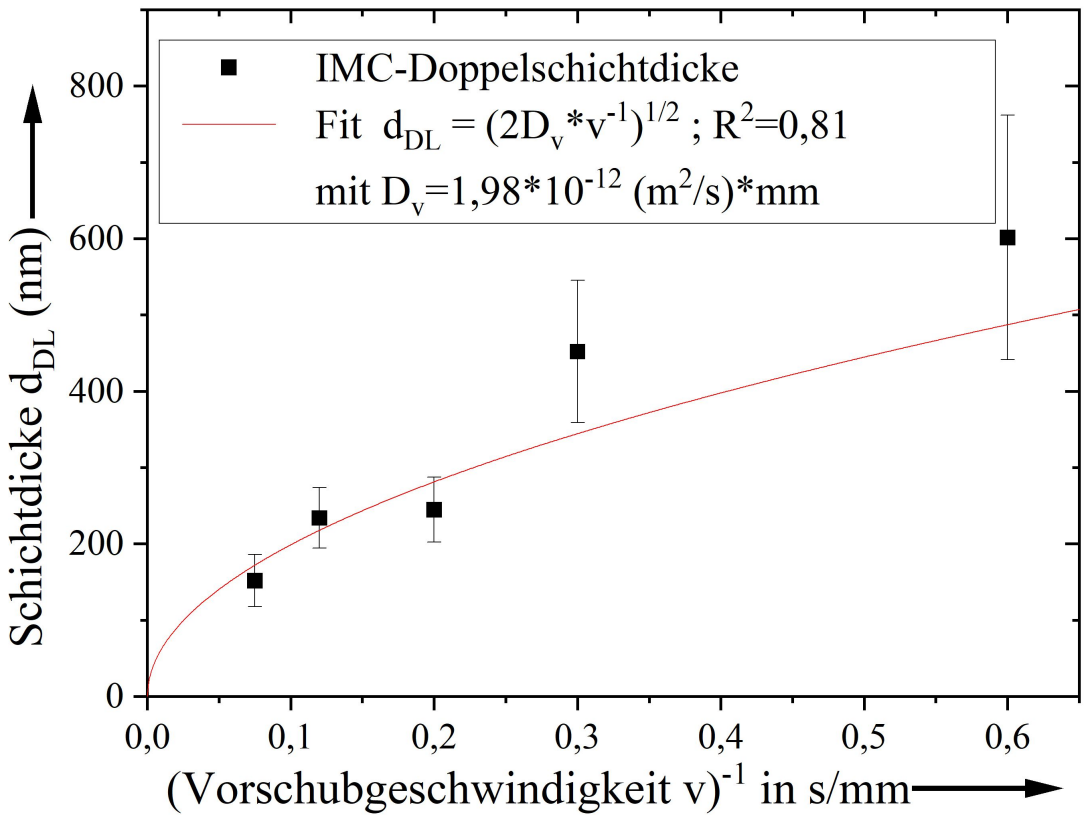

Abb. 5.65: Dicke der intermetallischen Schicht aufgetragen gegen die inverse Vorschubgeschwindigkeit bei EN AW-1050A mit EN CW008A Schweißnähten mit T_P= 480 °C (Proben FRHV006-FRHV010) und Fit gemäß Gl.5.6; Messwerte [74]

daraus folgend der Homogenität der Nähte und schlussendlich der Standardabweichung der Schichtdicke wieder. Alle störende Einflüsse aus dem Prozess führen dabei immer zu höheren Schichtdicken. In Anbetracht dieser experimentellen Grenzen kann die Übereinstimmung von experimentellem Ergebnis und theoretischer Vorhersage als gerade noch ausreichend betrachtet werden.

Kapitel 6

Anwendbarkeit - Kontrolle der intermetallischen Schichten und deren Auswirkung auf die Stabilität und Haltbarkeit

6.1 Reproduzierbarkeit durch temperaturgeregelten Fügeprozess

In Reaktion auf die Erkenntnisse über die Temperaturabhängigkeit und Wichtigkeit der intermetallischen Schichtdicke aus [69] wurde eine von Andreas Bachmann et al. für Al-Al-FSW-Nähte entwickelte und auch auf Al-Cu-Nähten ausprobierte Temperaturregeltechnik [88] genutzt und zur Regelung einer möglichst über die ganze Naht konstanten Prozesstemperatur erfolgreich für rein stoffschlüssige Al-Cu-Nähte angewandt [70]. In beiden Fällen wurde die Prozesstemperatur mit einem Thermoelement in der Pinflanke erfasst und an einen PI-Regler übermittelt. Dieser passte dann die Prozessdrehzahl entsprechend der Abweichung der Ist-Temperatur von der Soll-Temperatur an. Anschließende Untersuchungen mit REM haben gezeigt, dass so gleichmäßige intermetallische Schichtdicken über die gesamte Länge einer Naht realisiert werden konnten. Bei konstanter Drehzahl kam es in früheren Versuchen gegen Nahtende zu einer signifikant höheren Schichtdicke. Abbildung 6.1 zeigt eine REM-Aufnahme der intermetallischen Bindeschicht einer Querschittpräparation aus dem Abschnitt C einer mit 500 °C gefügten Al-Cu-Naht. Abschnitt C befindet sich bei etwa 1/3 der Naht. Abbildung 6.2 zeigt eine entsprechende REM-Aufnahme im Abschnitt E, also bei etwa 2/3 der Naht. Zu sehen ist jeweils Aluminium in der rechten Bildhälfte und Kupfer in der linken. In der Mitte ist die etwa 300 nm breite IMC-Schicht.

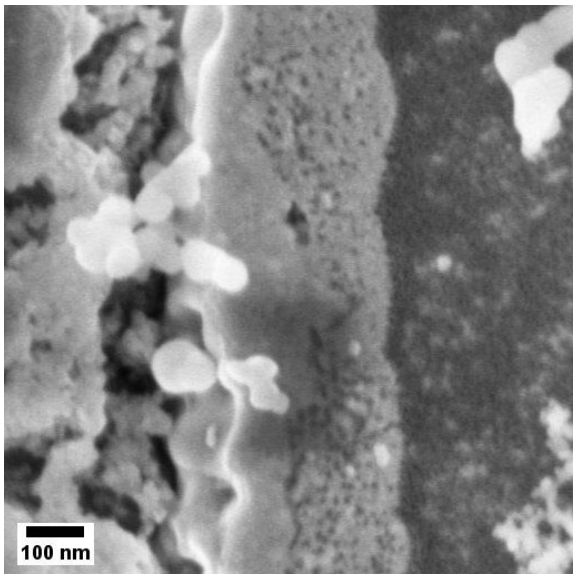

Abb. 6.1: SE-REM Bild der intermetallischen Doppelschicht am Nahtanfang (Probe ICTMP_ 4C)

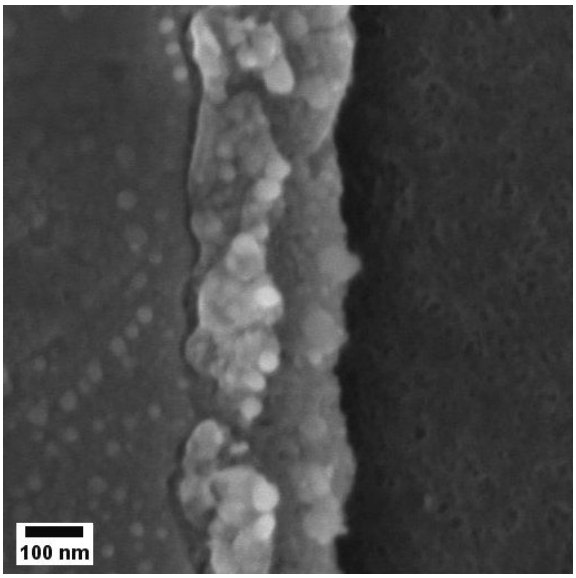

Abb. 6.2: SE-REM Bild der intermetallischen Doppelschicht am Nahtende (Probe ICTMP_ 4E)

Die hellen sphärischen Objekte sind Silica-Nanopartikel aus der Präparation.
Der so entwickelte temperaturgeregelte Rührreibschweißprozess wurde anschließend von Grabmann et al. [72] auf seine Eignung für komplexere Nahtgeometrien geprüft. Insbesondere die Eignung, Bauteile zu fügen, welche aufgrund lokaler Geometrien dort eine verminderte Wärmekapazität oder Wärmeleitfähigkeit aufweisen, wurde geprüft. Ein FSW-Prozess mit konstanter Drehzahl würde dort zu einem Temperaturstau und somit nach [69] und [71] zu erhöhter intermetallischer Schicht führen.
Es wurde eine Geometrie gewählt, die möglichst nahe an den vorangegangenen Experimenten einen ungleichmäßigen Temperaturhaushalt erzeugt. Am Anfang der Naht standen neben den 25 mm Blechüberlapp noch die für Überlappstoßgeometrie üblichen weiteren 75 mm Blechgrundmaterial als Wärmekapazität und Wärmeleiter zur Verfügung. Dieser Anfangsbereich wurde als Referenz und zum Vergleich mit anderen Versuchen wie z.B. [69] [71] [70] geplant. Im weiteren Verlauf der Naht wurde auf beiden Seiten das überstehende Blech entfernt, sodass nur noch die 25 mm Überlappbereich an Material vorhanden waren. Es fehlte also Materialvolumen um die Prozesstemperatur aufzunehmen und abzuführen und ein Wärmestau entstand. Anschließend wurde nach einem dem Experiment angepassten Schnittplan (siehe [72]) zerteilt und Querschliffe aus beiden Bereichen mit dem REM analysiert und die intermetallische Schichtdicke vermessen. In den so entstandenen folgenden Bildern ist wieder der Kupfergrundwerkstoff auf der linken Seite und der Aluminiumnugget auf der rechten Seite. Bei den störenden hellen und sphä-

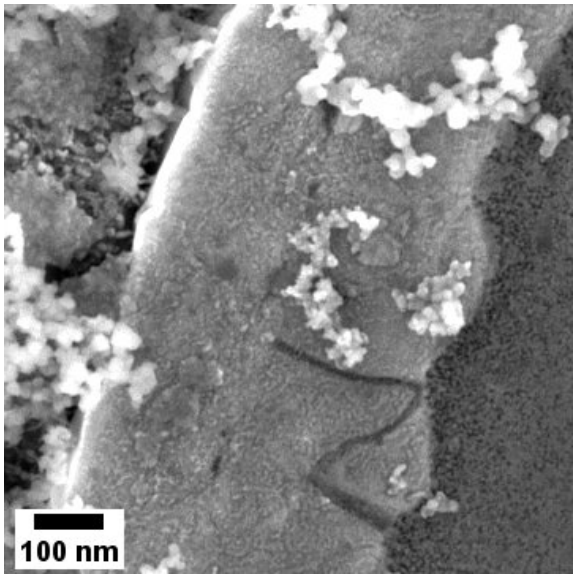

Abb. 6.3: SE-REM Bild der IMC-Schicht im Referenzbereich einer temperaturgeregelten Al-Cu-Naht (Probe gs_ hv_ 002C); Schichtdicke 464±28 nm [72]

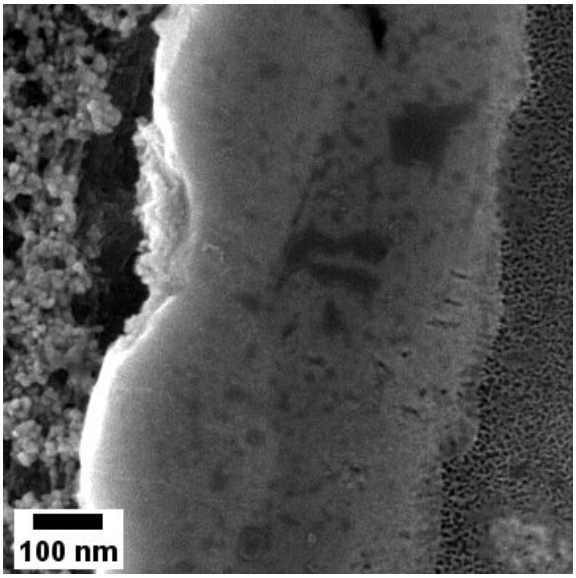

Abb. 6.4: SE-REM Bild der IMC-Schicht im Wärmestaubereich einer drehzahlgeregelten Al-Cu-Naht (Probe gs_ hv_ 002E); Schichtdicke 539±25 nm [72]

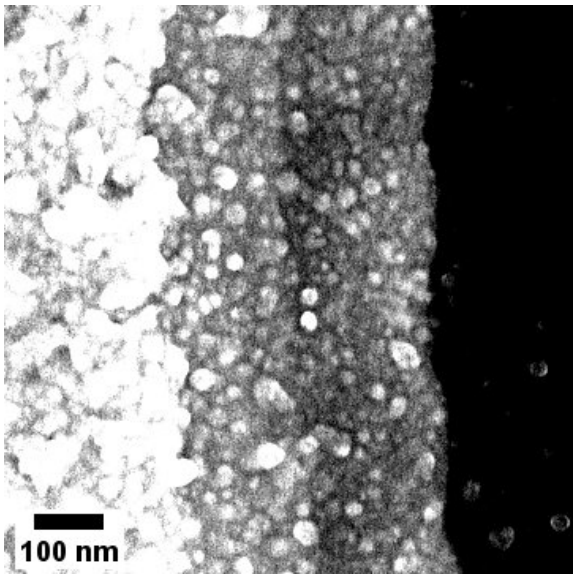

Abb. 6.5: SE-REM Bild der IMC-Schicht im Referenzbereich einer temperaturgeregelten Al-Cu-Naht (Probe gs_ nt_ 004C); Schichtdicke 434±65 nm [72]

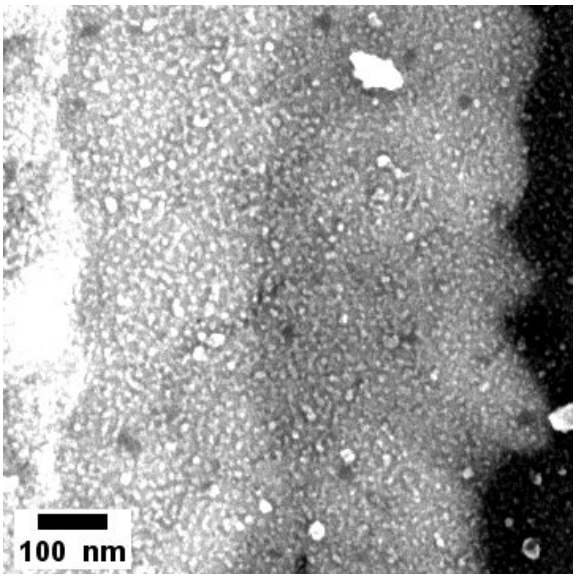

Abb. 6.6: SE-REM Bild der IMC-Schicht im Wärmestaubereich einer drehzahlgeregelten Al-Cu-Naht (Probe gs_ nt_ 004E); Schichtdicke 676±118 nm [72]

rischen Objekten handelt es sich wieder um Nanopartikel aus Silica. So zeigt Abbildung 6.3 eine SE-REM-Aufnahme der intermetallischen Schicht in einer Al-Cu-Naht, welche temperaturgeregelt mit 510°C geschweißt wurde. Es handelt sich um einen Querschnitt aus dem vorderen Bereich. Die Schichtdicke wurde als 464±28 nm ermittelt. In der Abbildung 6.6 ist ein Querschnitt derselben Naht aus dem Wärmestaubereich zu sehen. Die Schicht hier ist mit 539±25 nm trotz der Temperaturregelung auf 116 % angewachsen. Zum Vergleich ist in Abbildung 6.5 der vordere Referenzbereich und in Abbildung 6.6 der hintere Wärmestaubereich im REM-Querschliff zu sehen, wie sie in einer 1150 min^{-1} drehzahlgeregelten Naht auftraten. Hier stieg die Schichtdicke durch den Wärmestau von 434±65 nm auf 676±118 nm um 156 % an. Es folgt also, dass der temperaturgeregelte Rührreibschweißprozess dieses Problem zwar deutlich reduzieren, aber nicht gänzlich beheben kann. Als Ursache wird vermutet [72], dass zwar die Prozesspeaktemperatur über die geometrischen Anomalien konstant gehalten werden kann, aber die Abkühlung langsamer verläuft. Auch die von Grabmann et al. [72] durchgeführten Zugversuche kommen zu diesem Ergebnis. Eine Simulation des Wärmehaushaltes wie von Krutzlinger et al. [75] könnte vorab durchgeführt und so ein dynamischer Vorschubgeschwindigkeitsverlauf ermittelt werden, der in Verbindung mit dem temperaturgeregelten Rührreibschweißprozess dieses Problem gänzlich löst.

6.2 Mechanisches Belastungs- und Versagensverhalten der bindenden intermetallischen Schichten

Zur Erhebung des Ermüdungsverhaltens der Schweißnähte wurden durch Robert Bartel Dauerschwingversuche (LCF (von engl. low cycle fatigue)) bis knapp über 10^5-Zyklen im Zuge seiner Bachelorarbeit durchgeführt [78]. Verwendet wurden aus EN AW-1050 und Ti Gr.1 gefügte Schweißnähte mit den Nummern I109 bis I114 und einem abweichenden Schnittplan [78]. Die als Prüfkriterium gesetzte Schwingungsspielzahl von 10^5 wurde bei Lasten zwischen 96 % und 78 % , meist aber etwa 90 %, der statischen Last erreicht. Skizziert ist dies in Abbildung 6.18 zu sehen. Ein kritisches Ermüdungsverhalten im Vergleich zu Aluminiumwerkstoffen stellt dies nicht dar [78]. Im Zuge dessen wurden auch Bruchflächenanalysen mit dem Rasterelektronenmikroskop unter Verwendung von EDX durchgeführt.

Abbildung 6.7 zeigt die Fügefläche des Ti-Unterblechs nach zyklischem Bruchversagen. Die Vorschubrichtung des FSW-Prozesses war von rechts nach links, die Advancingside ist dementsprechend unten. Deutlich zu erkennen ist ein horizontal ausgedehnter Bereich knapp oberhalb der Bildmitte, der eine vom Rest abweichende, gröbere Topographie auf-

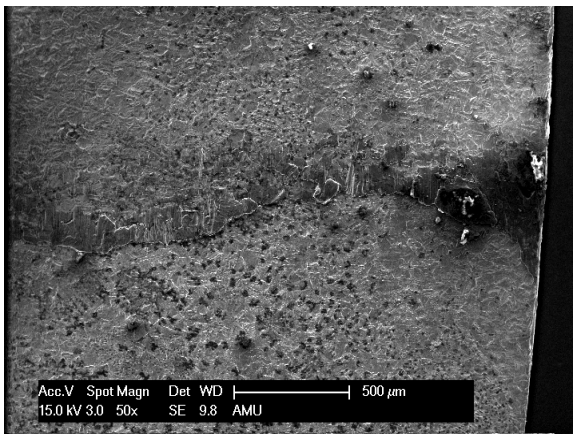

Abb. 6.7: SE-REM Bild der Bruchfläche des Ti-Unterblechs nach LCF; hohe Bildqualität (Probe I111C)(vgl. [78])

Abb. 6.8: SE-REM Bild der Bruchfläche des Ti-Unterblechs nach LCF; parallel zum Mapping aufgenommen (Probe I111C)(vgl. [78])

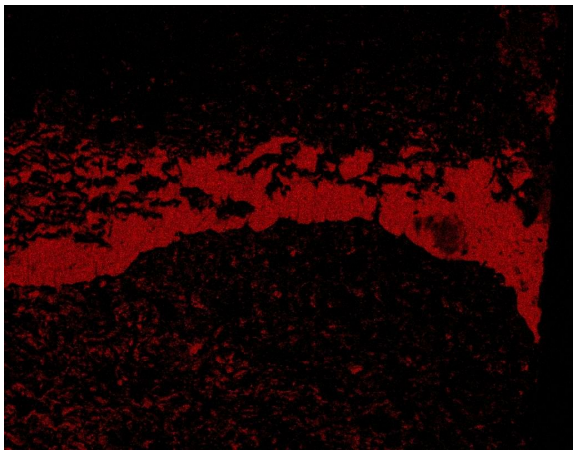

Abb. 6.9: Al $K\alpha$ EDX-Mapping der Bruchfläche des Ti-Unterblechs nach LCF (Probe I111C)(vgl. [78])

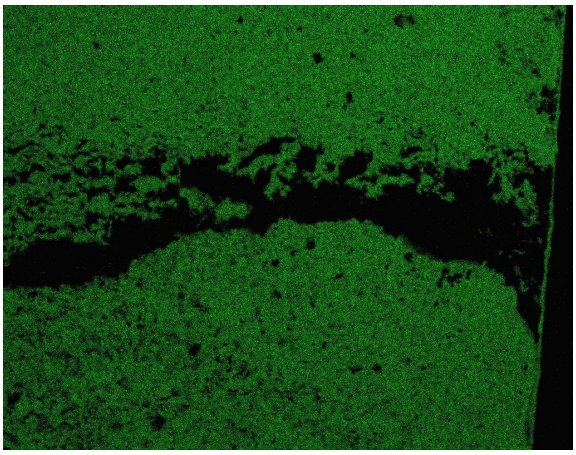

Abb. 6.10: Ti $K\alpha$ EDX-Mapping der Bruchfläche des Ti-Unterblechs nach LCF (Probe I111C)(vgl. [78])

weist. Beim Betrachten des EDX-Mappings in den Abbildungen 6.9 und 6.10 ist zu erkennen, dass es sich hierbei um Aluminiumrückstande auf dem Titanunterblech handelt. Da bei der verwendeten Beschleunigungsspannung von 15 kV kein Ti Signal mehr den EDX-Detektor erreicht, kann es sich nicht um die ca. 20 nm dicke intermetallische Schicht handeln, sondern um reines Aluminium mit mindestens einigen Hundert Nanometern Dicke. Die restliche Fläche ist Titan mit gelegentlichen lokalen Aluminiumresten, zwischen denen kaum Aluminium detektiert wird.
Eine vergrößerte Ansicht in Abbildung 6.11 zeigt die deutlich unterschiedlichen Bruchflächentopographien der beiden Bereiche. Die Oberfläche des Aluminiums weist auf ein zyklisch duktiles Versagen hin, wohingegen die Titanoberfläche ein sprödes Bruchverhalten anzeigt. Daraus lässt sich ableiten, dass im Dauerschwingversuch das Aluminium angrenzend an die Fügefläche zunehmend einreißt, wodurch sich die Fläche, auf der die beiden Bleche aneinander gebunden sind, verringert. Da die Zugkraft an der Lastspitze gleich bleibt, erhöht sich die Scherzugspannung mit jedem Zyklus ein wenig. Dies geht so lange, bis die Spannung hoch genug ist und es zu einem abrupten spröden Versagen an der Grenze zwischen Titanblech und intermetallischer Schicht kommt (vgl. [78]). Dieses Verhalten wurde auch von Ales et al. [89] für EN AW-2024 mit Ti Gr.5 FSW-Nähten beobachtet.
Die statische und dynamische Festigkeit wärmebehandelter Proben werden in Kapitel 6.5 betrachtet.

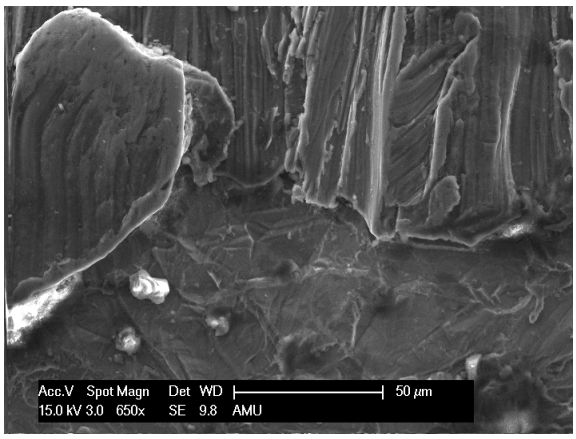

Abb. 6.11: SE-REM Bild der Bruchfläche des Ti-Unterblechs nach LCF; Detailaufnahme hohe Bildqualität (Probe I111C) rechts der Bildmitte in Abb.6.7(vgl. [78])

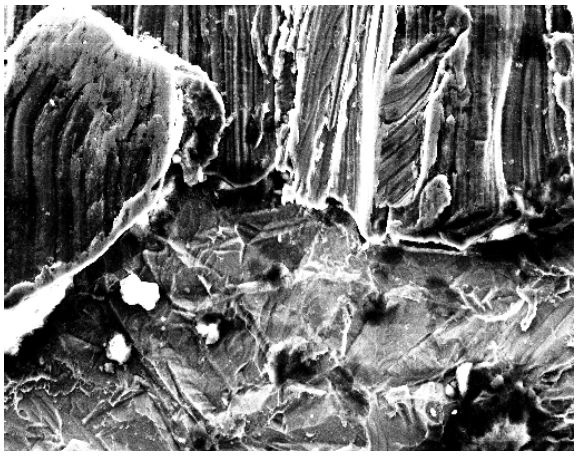

Abb. 6.12: SE-REM Bild der Bruchfläche des Ti-Unterblechs nach LCF; Detailaufnahme parallel zum Mapping aufgenommen (Probe I111C)(vgl. [78])

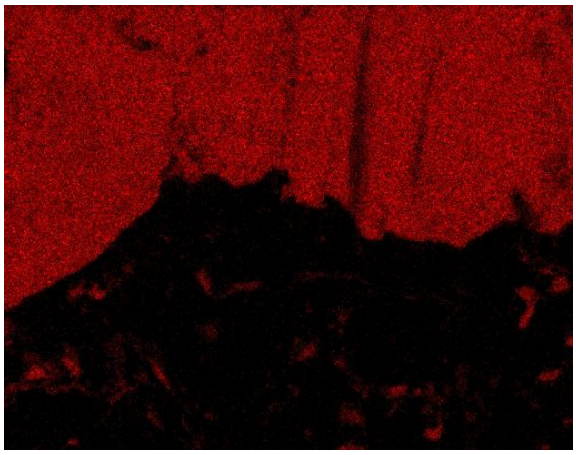

Abb. 6.13: Al $K\alpha$ EDX-Mapping der Bruchfläche des Ti-Unterblechs nach LCF; Detailaufnahme (Probe I111C)(vgl. [78])

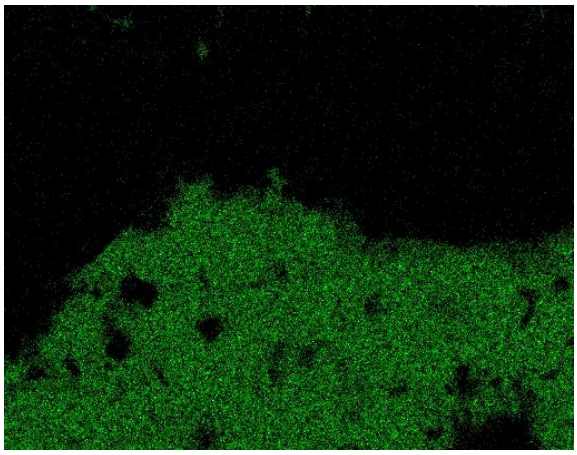

Abb. 6.14: Ti $K\alpha$ EDX-Mapping der Bruchfläche des Ti-Unterblechs nach LCF; Detailaufnahme (Probe I111C)(vgl. [78])

6.3 Korrosionsverhalten der FSW-Mischverbindungen

Bei Metallmischverbindungen besteht unabhängig vom Herstellungsprozess immer die Gefahr, dass sich unter korrosiver Umgebung ein kurzgeschlossenes elektrochemisches System bildet und starke galvanische Korrosion auftritt. Da Aluminium sowohl im Falle von Al-Cu-Nähten als auch bei Al-Ti-Nähten das unedlere Metall ist, ist in beiden Fällen folgende anodische Oxidation zu befürchten.

$$Al \longrightarrow Al^{3+} + 3e^- \tag{6.1}$$

Die Elektronen bleiben dabei im Metall zurück und fließen über die elektrisch leitfähige Fügeverbindung in den edleren Fügepartner. Die Al^{3+}-Ionen reagieren im günstigen Fall weiter und bilden letztendlich eine stabile und passivierende Oxidschicht, die weitere Oxidation stark hemmt. Im ungünstigen Fall aber reagieren sie zu wasserlöslichen Produkten wie etwa $[Al(OH)_4]^-$ weiter und die galvanische Korrosion kann immer weiter fortschreiten. Damit sich das Bauteil nicht elektrisch auflädt, wird auch eine kathodische Reduktion benötigt, die auf der Oberfläche des edleren Fügepartners Elektronen verbraucht. Eine der möglichen Reaktionen wäre für den fortschreitenden Korrosionsfall:

$$O_2 + 2H_2O + 2e^- \longrightarrow 4OH^- \tag{6.2}$$

Bei Schweißnähten im Überlappstoß besteht zudem noch die Gefahr von Spaltkorrosion. Außerdem beeinflusst auch das deformierte Gefüge des FSW-Nugget das Korrosionsverhalten negativ. Das feinkristalline und versetzungsreiche Material dort besitzt ein niedrigeres chemisches Potenzial, was zu einem noch unedlerem Verhalten führt.
Um das tatsächliche Ausmaß der Korrosionsgefahr messen zu können, wurden mit einem Potentiostaten in einer elektrochemischen Dreipunktmessung die Strom-Potenzialkurven der Schweißnähte in künstlichem Meerwasser, also 35 g/l NaCl-Lösung, gemessen. Abbildung 6.15 zeigt diese Kurven für flächengleiche Proben aus Aluminium EN AW-1050A und Kupfer EN CW008 als Referenz, sowie einer FSW-Naht aus diesen beiden Materialien, welche im Querschnitt präpariert wurde. Das Gleiche ist in Abbildung 6.16 für eine Al-Ti-Naht aufgetragen. In beiden Fällen ist zu erkennen, dass sich das elektrochemische Verhalten kaum von der Aluminiumprobe unterscheidet. Lediglich der Passivbereich ist an beiden Enden etwas kürzer. Die flachere Steigung, mit der der Stromfluss dann einsetzt, ist der Tatsache geschuldet, dass nur etwa 2/3 der vermessenen Nahtoberfläche aus Aluminium sind. Es deutet also nichts auf eine besondere Korrosionsanfälligkeit im Vergleich zu Al-Al-FSW-Nähten hin. Ebenso unterliegen Al-Cu-FSW-Nähte keiner besonders erhöhten Korrosionsgefahr im Vergleich mit anderen Al-Cu-Mischverbindungen.

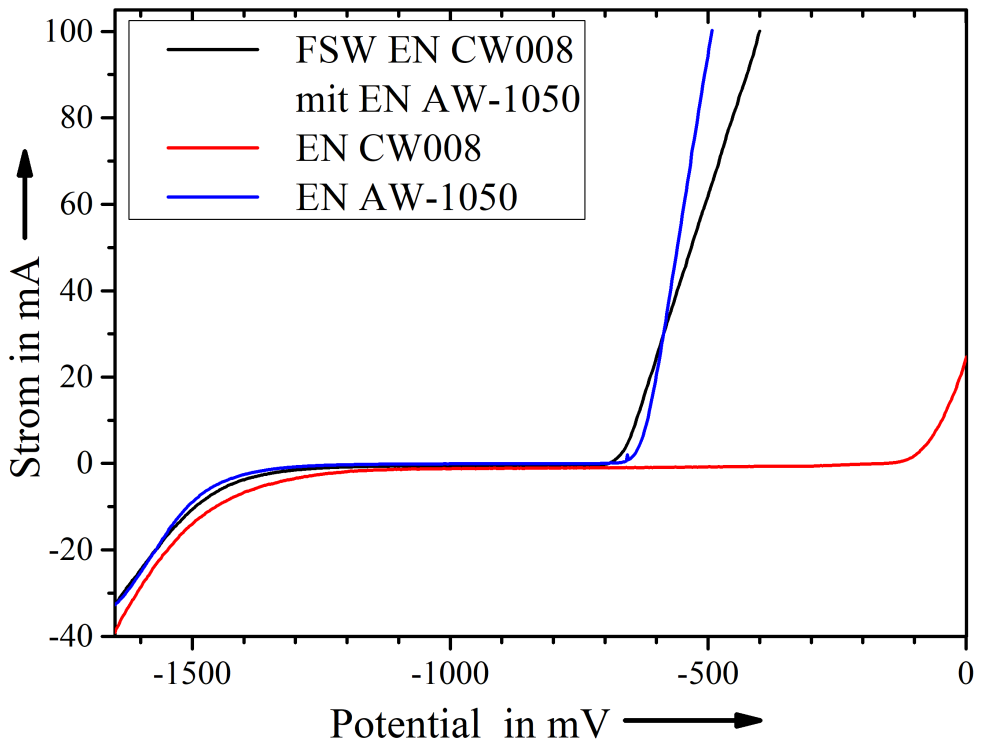

Abb. 6.15: Probenstrom gegen Potential, für flächengleiche Proben, aus einer Al-Cu-FSW-Naht und den einzelnen Ausgangsmaterialien

Bekannte Maßnahmen zum Korrosionsschutz von Al-Al-FSW-Nähten und galvanischen Al-Cu-Elementen sollten also ausreichen.

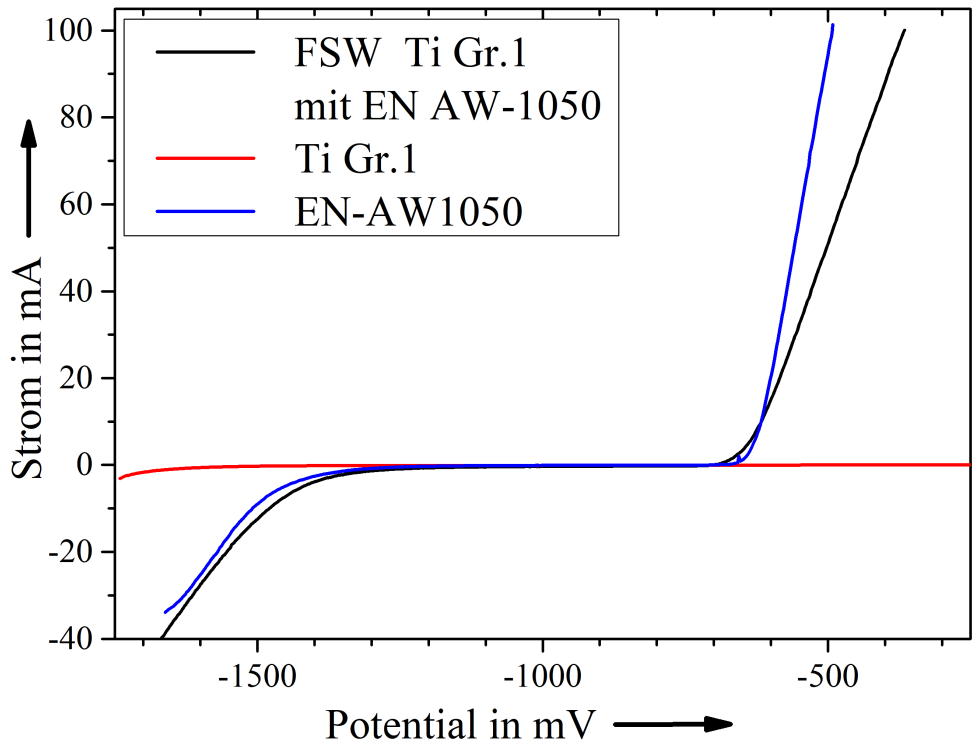

Abb. 6.16: Probenstrom gegen Potential, für flächengleiche Proben, aus einer Al-Ti-FSW-Naht und den einzelnen Ausgangsmaterialien

6.4 Veränderung der Dicke der bindenden intermetallischen Schichten durch thermische Anregung

Die Veränderung der intermetallischen Grenzflächenschicht durch thermische Anregung der Aluminium-Kupfer-Nähte wurde von Olakunle Betiku [81] untersucht. Er fand heraus, dass es zu Beginn der Wärmebehandlung zu einem starken Anwachsen der Schicht durch weitere Interdiffusion kommt. Nach kurzer Zeit allerdings fiel die Interdiffusionsgeschwindigkeit dann aber auf ein für das Aluminium-Kupfer-System normales Maß, mit einer Aktivierungsenergie von 1,36 Ev [81] ab. Als Grund hierfür wird angenommen, dass auch nach dem Erstarren der Naht und etwa 2,5 Jahren Lagerung bei Zimmertemperaturen noch immer ein erhöhtes Maß an Defekten vorliegt, die dann in der Wärmebehandlung ausheilen. Solange diese ausheilen, ist die Interdiffusion beschleunigt. Je mehr sich die Defektmenge dem thermodynamischen Gleichgewicht annähert, desto mehr nähert sich auch die Diffusionsgeschwindigkeit dem Gleichgewichtswert an. Außerdem wiesen die von Olakunle Betiku wärmebehandelten und untersuchten Nähten in den auf mehrere µm weitgewachsenen IMC-Schichten drei Phasen auf. Abbildung 6.17 zeigt dies sehr deutlich im Materialkontrast einer Backscatered-Electron-REM (BSE-REM) Aufnahme.

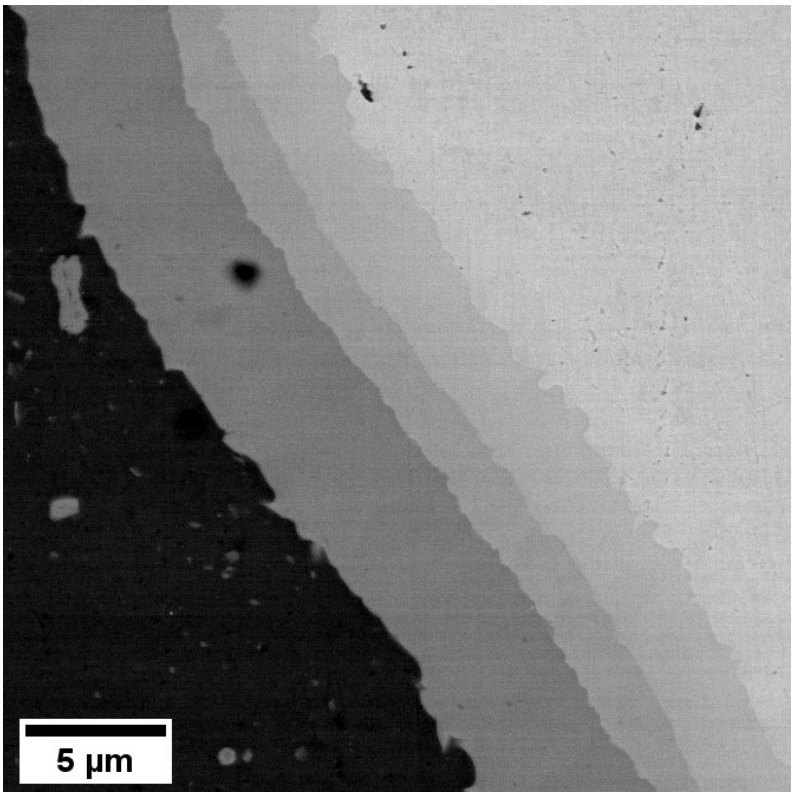

Abb. 6.17: BSE-REM Aufnahme einer Al-Cu-Naht, geschweißt mit 410 °C sowie 150 min bei 400 °C ausgelagert (Probe ICTMP1α)(vgl. [81])

Wie sich die intermetallischen Schichten in Aluminium-Titan-Nähten bei fortschreitender Interdiffusion verhalten wurde von Maximilian Gnedel [77] untersucht. Die Ergebnisse waren in diesem Materialsystem deutlich schwieriger zu interpretieren als bei [81]. Auch stand während seiner Untersuchungen noch nicht das selbe Hochleistungs-REM zur Verfügung. Seine Ergebnisse deuten aber ebenfalls darauf hin, dass das Phasenwachstum durch Interdiffusion bis zum Ausheilen der verbliebenen Materialdefekte aus dem FSW-Prozess beschleunigt ist. Danach fallen Phasenwachstum und Interdiffusion auf eine, für das Materialsystem gewöhnliche Geschwindigkeit, ab.

6.5 Veränderung der mechanischen Eigenschaften der bindenden intermetallischen Schichten durch thermische Anregung

Sandro Wiedemann [79] untersuchte außerdem, wie sich die mechanischen Scherzugeigenschaften nach fortgeschrittener Interdiffusion infolge thermischer Auslagerung und einem damit verbundenen Anwachsen der intermetallischen Schichtdicke veränderten. Als weiterer Effekt tritt dabei auch ein Ausheilen der Materialdefekte im Nugget auf. Es wurden die EN AW-1050 mit Ti Gr.1 Schweißnähte mit den Nummern I123, I124 und I136 verwendet und nach dem Schnittplan von Bartel [78] zerteilt. Die Auslagerung wurde unter anderem mit 23 Stunden bei 356 °C so gewählt, dass das Maß an Diffusion etwa dem entsprach, was ein Bauteil auf Lebenszeit ($\sim$ 50 a) unter den höchsten für Aluminiumwerkstoffe sinnvollen Einsatztemperaturen ($\sim$ 200 °C) höchstens erfahren würde. Die so angepeilte Schichtdicke von 400 nm, die in diesen Diffusionsexperimenten erreicht werden sollte, übertrifft also alle Worst-Case-Szenarien der Anwendung.
Wiedemann fand heraus, dass sich die statische Scherzugfestigkeit bei einer auf vermutlich 400 nm angewachsenen Schicht kaum verändert. Er konnte lediglich einen geringen Abfall um nur etwa 1 % messen. Die dynamische Zugfestigkeit fällt hingegen deutlich. Während Bartel [78] noch mit etwa 90 % der statischen Zugfestigkeit 10^5 Zyklen bei unbehandelten Proben erreichte, konnte Wiedemann [79] bei knapp über 80 % nur noch 10^4 Zyklen erreichen. Bei verschiedenen, aber gleichwertigen Zeit-Temperatur-Kombinationen des Auslagerungsprozesses wurden keine signifikanten Unterschiede im Dauerschwingverhalten erkannt. Basierend auf den Ergebnissen von [79] zeigt Abbildung 6.19 eine vereinfachte Zusammenfassung des Dauerschwingverhaltens wärmebehandelter Schweißnähte. Diese wärmebehandelten Proben zeigen damit eine signifikant stärkere Materialermüdung als die unbehandelten Proben bei Bartel [78]. Diesem Maß an Materialermüdung muss vor einer potentiellen Anwendung, durch eine entsprechende Berücksichtigung in der Kon-

struktion und durch gründliche Abwägung der thermischen Anregung über die Lebenszeit des Bauteils, Rechnung getragen werden.

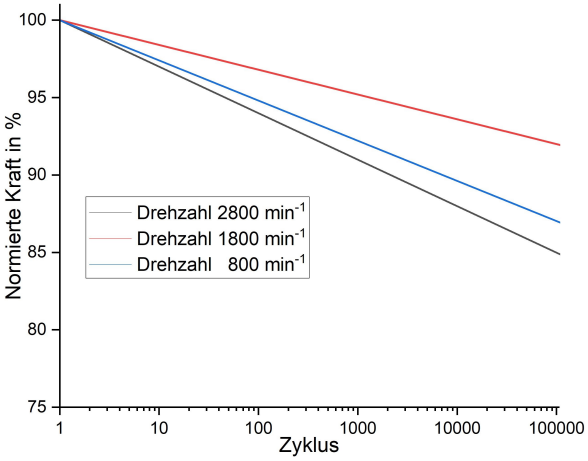

Abb. 6.18: Vereinfachte Zusammenfassung der Ergebnisse von Bartel [78] zur Dauerschwingfestigkeit von Al-Ti-FSW-Nähten

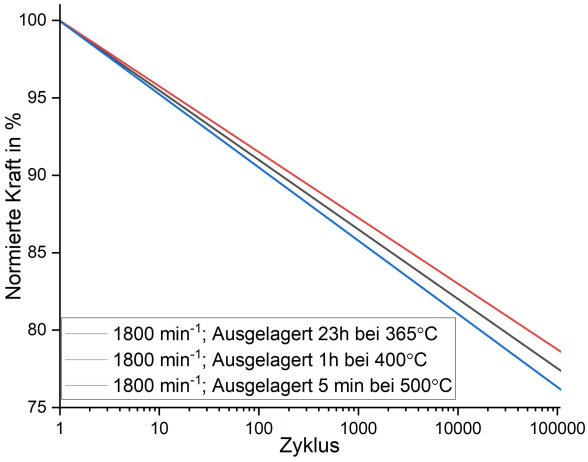

Abb. 6.19: Vereinfachte Zusammenfassung der Ergebnisse von Wiedemann [79]zur Dauerschwingfestigkeit von wärmebehandelten Al-Ti-FSW-Nähten

6.6 Möglichkeiten der zerstörungsfreien Analyse der Fügeverbindung

Da, wie die vorherigen Kapitel gezeigt haben, die Grenzfläche entscheidend für viele Nahteigenschaften ist, besteht für eine spätere Anwendung auch der Wunsch, das gefügte Produkt zerstörungsfrei diesbezüglich zu untersuchen. Dies beinhaltet sowohl die makro- und mikroskopische Form und den resultierenden Formschluss (siehe Kapitel 3.), als auch die nanointermetallischen Schichten, aus denen der Stoffschluss resultiert(siehe Kapitel 4).

6.6.1 Resistometrie

Olakunle Betiku versuchte in seiner Arbeit [81] eine resistometrische Messmethode zur Onlineüberwachung der intermetallischen Grenzflächenschichten während seiner Wärmebehandlungen. Die Ungereimtheiten zwischen den dabei gemessenen Widerständen und den erwarteten Effekten der Wärmebehandlung konnten Fabian Miller [90] und Andreas Schuß [91] später als Artefakte des Messaufbaus identifizieren. Miller [90] konnte unter Berücksichtigung dieser schließlich das Anwachsen von IMC-Schichten während nachträglicher Auslagerung in magnetpulsgeschweißten (MPW (von engl. magnetic pulse welding)) Al-Cu-Nähten messen. Zur Überwachung eines Anwachsens der bindenden Schichten ist dies also eine elegante zerstörungsfreie Analysemethode. Basierend auf einem empirischen Datensatz scheint Resistometrie aber auch geeignet, in einer potentiellen Massenproduktion von Leiterkomponenten, die durch Rührreibschweißen aus Aluminium und Kupfer gefertigt wurden, auf unzureichende Fügung hin zu untersuchen. Wenn der Widerstand den festgesetzten Maximalwert überschreitet, deutet dies auf eine zu hohe Dicke oder eine zu geringe Fläche der intermetallischen Zwischenschichten hin oder auf eine starke Vermischung der Fügepartner. Unterschieden werden kann dies zwar nicht, allerdings ist es für die Anwendung ausreichend, da das Bauteil schnell und einfach als unbrauchbar identifiziert und aussortiert werden kann und anschließend zur Bestimmung der Ursache durch zerstörende Analyseverfahren, in der Regel durch Metallographie, zur Verfügung steht.

6.6.2 Röntgen und Computertomographie

Eine weitverbreitete Technik zur zerstörungsfreien Prüfung (ZfP) von Schweißnähten ist Röntgen in Form von Röntgenprojektion und Röntgencomputertomografie. Abbildung 6.20 zeigt ein Röntgencomputertomogramm einer Al-Ti-Schweißnaht aus EN AW-1050A mit Ti Gr.1. deren metallographischer Querschliff in Abbildung 6.21 zu sehen ist. Das

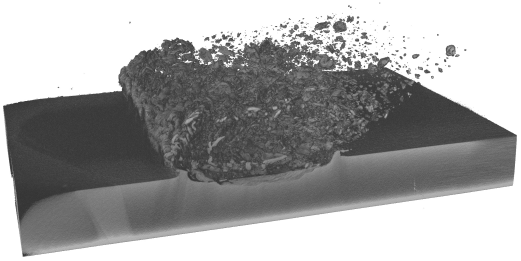

Abb. 6.20: Computertomogramm einer Al-Ti-Schweißnaht mit deutlichem Aufbruch und Vermischen der Grenzfläche (Probe I25)

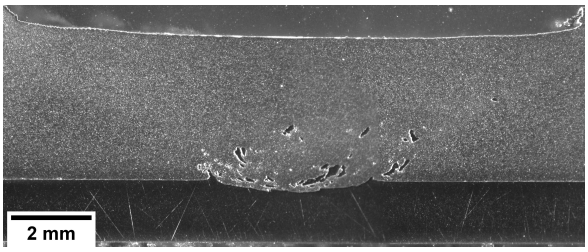

Abb. 6.21: Metallographisches Schliffbild der selben Naht (Probe I25)

Tomogramm ist mit einem General Electric phoenix nanotom m bei 5 µm Voxelgröße aufgenommen. Zu sehen ist nur das Titan, während Röntgendichten, die dem Aluminium zuzuordnen sind, transparent erscheinen. Man erkennt deutlich, dass die Grenzfläche aufgerissen ist, und unzählige Titanpartikel im Nugget verrührt wurden. Im Gegensatz zum metallographischen Querschliff sieht man auch, dass sich dies über die Länge der Naht konstant fortsetzt. Entsprechend der Ergebnisse aus [67], [76] und Kapitel 3. ist davon auszugehen, dass diese Naht nicht die bestmöglichen mechanischen Eigenschaften aufweist. Zwar kann das General Electric phoenix nanotom m bis hinab auf 200 nm Voxelgröße auflösen, allerdings würde das aufgrund der Gerätegeometrie Proben bedingen, die deutlich kleiner sind, als übliche Produkte oder Halbzeuge. Ein Zerteilen zur Reduktion der Probengröße würde diese Auflösung ermöglichen, widerspricht aber dem Gedanken der zerstörungsfreien Prüfung. Außerdem sind auch diese 200 nm Auflösung zu viel um intermetallische Nanoschichten in Al-Ti-Nähten, üblicherweise 20 nm bis 30 nm dick, überhaupt zu detektieren. Die Detektion der mehrere Hundert Nanometer großen IMC-Schichten in Al-Cu-Nähten erscheint möglich, aber die Auflösung ist immer noch zu grob um brauchbare quantitative Information über die Schichtdicke und Fügequalität und eine verlässliche Prognose über die mechanischen Eigenschaften dieser machen zu können. Allerdings sind Röntgenprojektion und Röntgencomputertomographie auch geeignete Mittel um makro- und mikroskopische Fehler der Naht, wie etwa Schlauchporen, zerstörungsfrei zu erkennen. Ihre Verwendung in der Qualitätssicherung einer potenziellen Anwendung kann daher, bei entsprechend hohen Qualitätsanforderungen, sinnvoll sein.

Kapitel 7

Zusammenfassung und Ausblick

Insgesamt hat sich der Rührreibschweißprozess als grundsätzlich geeignet zum Fügen von Aluminium-Titan und Aluminium-Kupfer Mischverbindungen erwiesen. Dabei ist es in beiden Fällen ratsam, das Set-Up und die Prozessparameter so auszulegen, dass eine stoffschlüssige Verbindung mit möglichst großer bindender Fläche entsteht, eine mechanische Vermischung und der daraus resultierende Formschluss aber ausbleibt. Auf diesem Weg können Aluminium und Titan mit einer zufriedenstellenden Stabilität verbunden werden, die auch über mechanische und thermische Alterung hinweg erhalten bleibt. Auch Aluminium und Kupfer können zu Nähten mit guter elektrischer Leitfähigkeit bei ausreichender mechanischer Stabilität gefügt werden. In allen Fällen kommt es, zumindest bei anwendungsorientierten Prozessparametern, nicht zum Aufschmelzen der Materialien. Eine Vermischung der beiden Fügepartner in der schmelzflüssigen Phase und die resultierende Entstehung größerer Mengen störender intermetallischer Phasen bleiben also aus. Lediglich an der direkten Grenzfläche der beiden Fügepartner entsteht eine intermetallische Schicht mit einer Dicke im Nanobereich. Durch ihre Bildungskinetik zeigt sich, dass diese bedingt durch die Prozesswärme in Folge von Interdiffusion entsteht. Intermetallische Schichtdicke und Prozesstemperatur zeigen ein Arrheniusverhalten. Die dabei entstehenden Phasen kristallisieren und wachsen in einer starken Orientierungsrelation zu den beiden Grundphasen und bilden Phasengrenzen mit hoher Kohärenz. Diese Kohärenz in Verbindung mit der geringen Schichtdicke erklärt auch, dass trotz dieser intermetallischen Phasen die erwünschten mechanischen Eigenschaften erreicht werden. Es wurde auch gezeigt, dass ein nachträgliches Anwachsen der Schicht durch Diffusion unter gewöhnlichen Anwendungstemperaturen wieder mit einer gängigen Aktivierung ($> 1\,eV$) stattfindet, allerdings nicht zu kritischem Nahtverhalten führt. Auch eine besondere Korrosionsproblematik war in ersten Untersuchungen nicht zu erkennen.
Es scheint daher sehr vielversprechend, das Fügen von Aluminium mit Titan beziehungsweise Kupfer unter Verwendung des Rührreibschweißprozesses, gezielt auf konkrete An-

wendungen hin, weiter zu entwickeln. Es deutet auch einiges darauf hin, dass das in dieser Arbeit gezeigte Verhalten in anderen Materialsystemen wie Aluminium-Stahl ähnlich ist. Insbesondere aber die Fertigung von elektrischen Leistungsleiterkomponenten unter Kosten- und Gewichtsersparnis scheint prädestiniert für die zeitnahe Anwendung dieser Fügetechnik.

Literaturverzeichnis

[1] Niels Bay. Cold pressure welding - a theoretical model for the bond strength. *Proceed. Instn. Metall. Spring Res. Conf.: Joining of Metals Practice and Performance*, pages 47–62, 1981.

[2] Niels Bay. Mechanisms producing metallic bonds in cold welding. *WELDING J.*, 62(5):137, 1983.

[3] Lawrence E. Murr. A Review of FSW Research on Dissimilar Metal and Alloy Systems. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 19(8):1071–1089, Nov 2010.

[4] Amir Abdollah-Zadeh, Tohid Saeid, and B. Sazgari. Microstructural and mechanical properties of friction stir welded aluminum/copper lap joints. *Journal of alloys and Compounds*, 460(1-2):535–538, 2008.

[5] Wayne M. Thomas, Edward D. Nicholas, James C. Needham, Michael G. Murch, Peter Temple-Smith, and Christopher J. Dawes. Improvements relating to friction welding, 1994.

[6] F Contreras, EA Trillo, and LE Murr. Friction-stir welding of a beryllium-aluminum powder metallurgy alloy. *Journal of materials science*, 37(1):89–99, 2002.

[7] Jeff Ding, Bob Carter, Kirby Lawless, Arthur Nunes, Carolyn Russell, Michael Suites, and Judy Shcneider. A Decade of Friction Stir Welding R&D at NASA's Marshall Space Flight Center and a Glance into Future. *NASA*, 2008.

[8] Walter Polt. A little friction at Boeing. *Boeing Frontiers Online*, 3, 9 2004.

[9] Embraer SA. EMBRAER PERFORMS FIRST METAL CUT FOR LEGACY 500 JET. *EMBRAER Press Releases*, 4 2010.

[10] Dwight Burford, Christian Widener, and Bryan Tweedy. Advances in friction stir welding for aerospace applications. In *6th AIAA Aviation Technology, Integration and Operations Conference (ATIO)*, page 7730, 2006.

[11] YC Chen and K Nakata. Microstructural characterization and mechanical properties in friction stir welding of aluminum and titanium dissimilar alloys. *Materials & Design*, 30(3):469–474, 2009.

[12] Anand Chandrika Somasekharan and Lawrence E. Murr. Characterization of complex, solid-state flow and mixing in the friction-stir welding (fsw) of aluminum alloy 6061-t6 to magnesium alloy az91d using color metallography. *Journal of Materials Science*, 41:5365–5370, 2006.

[13] R. D. Flores. Friction stir-welding of metals and alloys: Fundamental studies of solid-state and intercalated flow. 2000.

[14] Lawrence E. Murr, Ying Li, Elizabeth Trillo, and John C. McClure. Fundamental issues and industrial applications of friction-stir welding. *Materials Technology*, 15(1):37–48, 2000.

[15] William D Lockwood, Borislav Tomaz, and Anthony P Reynolds. Mechanical response of friction stir welded aa2024: experiment and modeling. *Materials Science and Engineering: A*, 323(1-2):348–353, 2002.

[16] H.B. Huntington and Frederick Seitz. Mechanism for self-diffusion in metallic copper. *Physical Review*, 61(5-6):315, 1942.

[17] Ernest O. Kirkendall. Diffusion of zinc in alpha brass. *Trans. AIME*, 147:104–110, 1942.

[18] Adolf Fick. Ueber Diffusion. *Annalen der Physik*, 170(1):59–86, 1855.

[19] Albert Einstein. Über die von der molekularkinetischen theorie der wärme geforderte bewegung von in ruhenden flüssigkeiten suspendierten teilchen. *Annalen der physik*, 322(8):549–560, 1905.

[20] Frederick Seitz. On the theory of the kirkendall effect. *Journal of the Physical Society of Japan*, 10(8):679–685, 1955.

[21] Lawrence S. Darken. Diffusion, mobility and their interrelation through free energy in binary metallic systems. *Trans. AIME*, 175:184–201, 1948.

[22] John Bardeen. Diffusion in binary alloys. *Phys. Rev.*, 76:1403–1405, Nov 1949.

[23] Alice D. Smigelskas and Ernest O. Kirkendall. Zinc diffusion in alpha brass. *Trans. Aime*, 171(1947):130–142, 1947.

[24] Chujiro Matano. On the relation between the diffusion-coefficients and concentrations of solid metals (the nickel-copper system). *Japanese Journal of Physics*, 8(3):109–113, 1933.

[25] Ludwig Boltzmann. Zur integration der Diffusionsgleichung bei variabeln Diffusionscoefficienten. *Annalen der Physik*, 289(13):959–964, 1894.

[26] J. L. Murray. Phase diagrams of binary titanium alloys. *ASM international*, pages 340–345, 1987.

[27] EN 573-3: Aluminium and aluminium alloys - Chemical composition and form of products . 2009.

[28] Aluminium-Verlag , Marketing & Kommunikation. Aluminium-Werkstoff-Datenblatt EN AW-1050A. 2007.

[29] Frans .J.J. Van Loo and Gerard.D. Rieck. Diffusion in the titanium-aluminium system—I. Interdiffusion between solid Al and Ti or Ti-Al alloys. *Acta Metallurgica*, 21(1):61–71, 1973.

[30] ASTM B265: SPECIFICATION FOR TITANIUM AND TITANIUM ALLOY STRIP, SHEET, AND PLATE. 2013.

[31] Inc. 3D Systems. LaserForm Ti Gr1 (A) datasheet. 2017.

[32] Christopher W Bale, E Bélisle, Patrice Chartrand, Sergui A Decterov, G Eriksson, AE Gheribi, K Hack, I-H Jung, Y-B Kang, J Melançon, et al. Reprint of: Factsage thermochemical software and databases, 2010–2016. *Calphad*, 55:1–19, 2016.

[33] Georg Brauer. Über die Kristallstruktur von TiAl3, NbAl3, TaAl3, und ZrAL3. *Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie*, 242(1):1–22, 1939.

[34] Srinivasan Sridharan and Hans Nowotny. Studies in the ternary system ti-ta-al and in the quaternary system ti-ta-al-c. *International Journal of Materials Research*, 74(7):468–472, 1983.

[35] Julius C Schuster and Herbert Ipser. Phases and phase relations in the partial system tial3-tial/phasen und phasenbeziehungen im teilbereich tial3-tial. *International Journal of Materials Research*, 81(6):389–396, 1990.

[36] J Braun and M Ellner. X-ray high-temperature in situ investigation of the aluminide tial2 (hfga2 type). *Journal of alloys and compounds*, 309(1-2):118–122, 2000.

[37] J. L Murray. The aluminium-copper system. *International metals reviews*, 30(1):211–234, 1985.

[38] M Draissia, MY Debili, N Boukhris, M Zadam, and S Lallouche. Metastable ordered cu3al phase in sputter-deposited al-cu alloys system. *Copper: Better Properties for Innovative Products*, pages 65–70, 2006.

[39] CD Yang, W Li, and W Zhi. Study on mechanical behavior and electronic structures of al–cu intermetallic compounds based on first-principles calculations. *Solid state communications*, 151(18):1270–1274, 2011.

[40] G Kurdjumov, V Mireckij, and T Stelleckaja. Transformations in eutectoid alloys of cu–al. v. structure of the martensitic phase gamma'and the mechanism of the beta1-gamma'transformation. *Zhurnal Tekhnicheskoi Fiz*, 8:1959–1972, 1938.

[41] I Tarora. The transformation process of beta-phase of cu-al system and the effect of mn addition upon it. v on the relationship among the metastable phase. *J. Japan Inst. Met*, 13:1–4, 1949.

[42] Yasuhiro Funamizu and Katsuya Watanabe. Interdiffusion in the al-cu system. *Transactions of the Japan Institute of Metals*, 12(3):147–152, 1971.

[43] Wilsons Ltd. Aluminium Alloy - 5754 - H22 Sheet and Plate. 2018.

[44] Wilsons Ltd. Aluminium Alloy - 6082 - T6 ˜ T651 Plate. 2019.

[45] Allegheny Technologies Incorporated. ATI Ti-6Al-4V, Grade 5; Technical Data Sheet. 2014.

[46] VSMPO-AVISMA Corporation. Inspection Certificate No 20560Y10. 2010.

[47] Cécile Genevois, Marion Girard, Bertrand Huneau, Xavier Sauvage, and Guillaume Racineux. Interfacial reaction during friction stir welding of Al and Cu. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 42(8):2290, 2011.

[48] Marie Noëlle Avettand-Fenoël, Roland Taillard, Gang Ji, and Daniel Goran. Multiscale study of interfacial intermetallic compounds in a dissimilar Al 6082-T6/Cu friction-stir weld. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 43(12):4655–4666, 2012.

[49] Peng Xue, BL Xiao, and ZY Ma. Effect of interfacial microstructure evolution on mechanical properties and fracture behavior of friction stir-welded Al-Cu joints. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 46(7):3091–3103, 2015.

[50] Caiwang Tan, ZG Jiang, Liqun Li, YB Chen, and XY Chen. Microstructural evolution and mechanical properties of dissimilar Al–Cu joints produced by friction stir welding. *Materials & Design*, 51:466–473, 2013.

[51] S Narasimharaju and S Sankunny. Microstructure and fracture behavior of friction stir lap welding of dissimilar aa 6060-t5/pure copper. *Engineering Solid Mechanics*, 7(3):217–228, 2019.

[52] Yuhua Jin, Bo Wu, Xuetian Lu, Yichu Xing, and Zizheng Zhou. Effect of post-weld annealing on microstructure and growth behavior of copper/aluminum friction stir welded joint. *Materials*, 13(20):4591, 2020.

[53] Ulrike Dressler, Gerhard Biallas, and Ulises Alfaro Mercado. Friction stir welding of titanium alloy tial6v4 to aluminium alloy aa2024-t3. *Materials Science and Engineering: A*, 526(1-2):113–117, 2009.

[54] Yuhua Chen, Changhua Liu, and Geping Liu. Study on the joining of titanium and aluminum dissimilar alloys by friction stir welding. *The Open Materials Science Journal*, 5(1), 2011.

[55] Masayuki Aonuma and Kazuhiro Nakata. Dissimilar metal joining of 2024 and 7075 aluminium alloys to titanium alloys by friction stir welding. *Materials transactions*, 52(5):948–952, 2011.

[56] Yu-hua Chen, NI Quan, and Li-ming Ke. Interface characteristic of friction stir welding lap joints of ti/al dissimilar alloys. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 22(2):299–304, 2012.

[57] Huseyin Uzun, Claudio Dalle Donne, Alberto Argagnotto, Tommas Ghidini, and Carla Gambaro. Friction stir welding of dissimilar al 6013-t4 to x5crni18-10 stainless steel. *Materials & design*, 26(1):41–46, 2005.

[58] A Giera, M Merklein, and P Baumeister. Laser-assisted friction stir welding of dissimilar steel and aluminum alloys. In *2nd International Conference on New Forming Technology ICNFT, Bremen*, pages 421–430, 2007.

[59] C.M Chen and R Kovacevic. Joining of al 6061 alloy to aisi 1018 steel by combined effects of fusion and solid state welding. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 44(11):1205–1214, 2004.

[60] Won-Bae Lee, Martin Schmuecker, Ulises Alfaro Mercardo, Gerhard Biallas, and Seung-Boo Jung. Interfacial reaction in steel–aluminum joints made by friction stir welding. *Scripta Materialia*, 55(4):355–358, 2006.

[61] Takehiko Watanabe, Hirofumi Takayama, and Atsushi Yanagisawa. Joining of aluminum alloy to steel by friction stir welding. *Journal of Materials Processing Technology*, 178(1):342–349, 2006.

[62] Tianhao Wang, Harpreet Sidhar, Rajiv S Mishra, Yuri Hovanski, Piyush Upadhyay, and Blair Carlson. Evaluation of intermetallic compound layer at aluminum/steel interface joined by friction stir scribe technology. *Materials & Design*, 174:107795, 2019.

[63] H Springer, A Kostka, J Fe Dos Santos, and D Raabe. Influence of intermetallic phases and kirkendall-porosity on the mechanical properties of joints between steel and aluminium alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 528(13-14):4630–4642, 2011.

[64] Peter Groche, Simon Wohletz, Matthias Brenneis, Christian Pabst, and Franziska Resch. Joining by forming—a review on joint mechanisms, applications and future trends. *Journal of Materials Processing Technology*, 214(10):1972–1994, 2014.

[65] Jens Magin and Frank Balle. Solid state joining of aluminum, titanium and their hybrids by ultrasonic torsion welding: Fügen von Aluminium, Titan und deren Mischverbunde durch Ultraschalltorsionsschweißen. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 45(12):1072–1083, 2014.

[66] Frank Balle and Jens Magin. Solid state joining of aluminium to titanium by high power ultrasonics. In *Materials Science Forum*, volume 794, pages 345–350. Trans Tech Publ, 2014.

[67] Markus Krutzlinger, Roland Marstatt, Sahin Suenger, Johannes Luderschmid, Michael F. Zaeh, and Ferdinand Haider. Formation of Joining Mechanisms in Friction Stir Welded Dissimilar Al-Ti Lap Joints. In *Tribology in Manufacturing Processes & Joining by Plastic Deformation*, volume 966 of *Advanced Materials Research*, pages 510–520. Trans Tech Publications, 7 2014.

[68] Markus Krutzlinger, Roland Marstatt, A Butzhammer, Ferdinand Haider, and Michael 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.

[69] Roland Marstatt, Markus Krutzlinger, Johannes Luderschmid, Michael F. Zaeh, and Ferdinand Haider. Formation of a diffusion-based intermetallic interface layer in friction stir welded dissimilar Al-Cu lap joints. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 181(1):012002, 2017.

[70] Markus Krutzlinger, Roland Marstatt, Giacomo Costanzi, Andreas Bachmann, Ferdinand Haider, and Michael F. Zaeh. Temperature control for friction stir welding of dissimilar metal joints and influence on the joint properties. In *Tribology in Manufacturing Processes and Joining by Plastic Deformation II*, volume 767 of *Key Engineering Materials*, pages 360–368. Trans Tech Publications, 6 2018.

[71] Roland Marstatt, Markus Krutzlinger, Johannes Luderschmid, Giacomo Costanzi, Johannes F.J. Müller, Michael F. Zaeh, and Ferdinand Haider. Intermetallic layers in temperature controlled Friction Stir Welding of dissimilar Al-Cu-joints. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 373(1):012017, 2018.

[72] Sophie Grabmann, Amanda Zens, Roland Marstatt, Ferdinand Haider, and Michael F Zaeh. Temperature-controlled friction stir welding process of Al-Cu joints with complex geometries. In *AIP Conference Proceedings*, volume 2113, page 050004. AIP Publishing LLC, 2019.

[73] Markus Krutzlinger, Elias Meltzer, Maximilian Mühlegg, and Michael F Zaeh. Gaussian process regression to predict the morphology of friction-stir-welded aluminum/copper lap joints. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 102(5-8):1839–1852, 2019.

[74] Amanda Zens, Michael F. Zaeh, Roland Marstatt, and Ferdinand Haider. Friction stir welding of dissimilar metal joints. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 50(8):949–957, 2019.

[75] Markus Krutzlinger, Michael Karl Kick, Manuel Kessler, and Michael Friedrich Zaeh. Estimation of the imc layer thickness of friction-stir-welded aluminum/copper lap joints by using temperature simulation. 2021.

[76] Roland Marstatt. Fügen durch plastische Verformung - Charakterisierung von Al-Ti-Verbunden; Masterarbeit Universität Augsburg. 2013.

[77] Maximilian Gnedel. Interdiffusion von Ti und Al in FSW-Nähten; Bachelorarbeit Universität Augsburg. 2014.

[78] Robert Bartel. Bestimmung der Ermüdungsfestigkeit von Al-Ti-FSW-Verbindungen; Bachelorarbeit Universität Augsburg. 2015.

[79] Sandro Wiedemann. Einfluss einer Wärmebehandlung auf das Ermüdungsverhalten von Al-Ti-FSW-Nähten; Bachelorarbeit Universität Augsburg. 2015.

[80] Matthias J. Höpfl. Untersuchungen zum Rührreibschweißen von Aluminium-Kupfer-Mischverbindungen im Überlappstoß; Semesterarbeit, Institut für Werkzeugmaschinen und Betriebswissenschaften (iwb) Technische Universität München. 2016.

[81] Olakunle T. Betiku. Investigation of the growth of intermetallic compounds in dissimilar Friction Stir Welded(FSW) Al-Cu joints; Masterarbeit Universität Augsburg. 2020.

[82] M. Klinger and A. Jäger. Crystallographic Tool Box (CrysTBox): automated tools for transmission electron microscopists and crystallographers. *Journal of Applied Crystallography*, 48(6), Dec 2015.

[83] M. Klinger. More features, more tools, more *CrysTBox*. *Journal of Applied Crystallography*, 50(4):1226–1234, Aug 2017.

[84] Juri Barthel. Dr. probe: A software for high-resolution stem image simulation. *Ultramicroscopy*, 193:1–11, 2018.

[85] Mohamed El-Boragy, Reiner Szepan, and Konrad Schubert. Kristallstruktur von Cu3Al2+ (h) und CuAl (r). *Journal of the Less Common Metals*, 29(2):133–140, 1972.

[86] Kristin Persson and Materials Project. Materials Data on Al4Cu9 by Materials Project. *doi: 10.17188/1277187*, 2020.

[87] ZW Chen and S Yazdanian. Microstructures in interface region and mechanical behaviours of friction stir lap al6060 to ti–6al–4v welds. *Materials Science and Engineering: A*, 634:37–45, 2015.

[88] A Bachmann, J Gamper, M Krutzlinger, A Zens, and MF Zaeh. Adaptive model-based temperature control in friction stir welding. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 93(1):1157–1171, 2017.

[89] S Ales, S Yazdanian, T Pasang, and ZW Chen. Fatigue strength of friction stir lap welded aa2024 to ti6al4v dissimilar joints. *Engineering Failure Analysis*, page 106309, 2022.

[90] Fabian Miller. Resistometrische Untersuchung von Magnet - Puls-Geschweißten Aluminium - Kupfer Proben ; Bachelorarbeit Universität Augsburg. 2021.

[91] Andreas Schuß. Resistometrische Untersuchungen an Aluminiumlegierungen - Optimierung eines Messaufbaus und erste Messungen; Bachelorarbeit Universität Augsburg. 2021.

Danksagungen

An erster Stelle und im besonderen Maße bedanke ich mich bei Prof. Dr. Ferdinand Haider, der mir die Promotion ermöglicht hat, indem er im Vorfeld die technischen, administrativen, räumlichen und finanziellen Möglichkeiten zur Durchführung geschaffen hat und der währenddessen jederzeit, kompetent und konstruktiv zur wissenschaftlichen Diskussion der Ergebnisse und Fortentwicklung dieser Forschung bereit war.

Ein weiterer großer Dank geht an Markus Krutzlinger, der sich mit Wissen, Ehrgeiz, technischer Kreativität und Motivation in das Fortentwickeln des Rührreibschweißens von Mischverbindungen, insbesondere unter wissenschaftlichem Augenmerk, eingebracht hat und damit das essenzielle Ausgangsmaterial für diese Arbeit geliefert hat. Derselbe Dank geht aber auch an Amanda Zens und Sophie Grabmann, die Markus Krutzlinger in gleicher Weise nachfolgten.

Außerdem möchte ich mich besonders bei Maximilian Gnedel für das gemeinsame Voranbringen der Wissenschaft in unserer Nische und den gemeinsamen Kampf gegen die im Weg stehenden Hürden bedanken.

Ich danke außerdem der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) für die Finanzierung dieser Forschung im Rahmen des Schwerpunktprogramms 1640 - Fügen durch plastische Deformation und dessen Leiter Prof. Dr. Peter Groche und seinen Mitarbeitern Christian Pabst, Simon Wohletz, Benedikt Niessen und Christiane Gerlitzky. Für die ausgezeichnete wissenschaftliche Zusammenarbeit im Projekt danke ich auch noch Prof. Dr. Michael F. Zaeh und den weiteren beteiligten Mitarbeitern am Institut für Werkzeugmaschinen und Betriebswissenschaften (iwb) der Technischen Universität München.

Des Weiteren möchte ich Alexander Hupfer, Pascal Thuge und Michael Kreissle danken, die mir bei der Erlangung der nötigen experimentellen und präparativen Grundlagen für diese Arbeit sehr geholfen haben.

Auch meinen studentischen und wissenschaftlichen Hilfskräften Tobias Wittmann, Johannes Müller, David Stein und Manuel Schleicher, die sich mit mir durch die Berge an Probenmaterial präpariert haben, gebührt Dank.

Besonderer Dank gebührt Dr. Tobias Stegmüller, Dr. Daniel Ott und Johannes Luderschmid für das freundschaftlich herzliche Kollegenverhältnis in und außerhalb der Universität.

Danke sage ich auch dem weiteren Team der wunderbaren Arbeitsgruppe Metallphysik um Sebastian Pentz, Johannes Berlin, Dr. Judith Seibert, den schon genannten und den vielen weiteren Bachelor- und Masterstudenten von Prof. Haider.

Für das wunderbare Umfeld am Lehrstuhl für Experimentalphysik I (EP I) danke ich Prof. Achim Wixfort, der das dort ermöglichte. Tatsächlich getragen wurde dieses besonders kollegiale Umfeld aber von allen beteiligten Lehrstuhlmitgliedern, denen somit ebenfalls der Dank gebührt.

An letzter Stelle, aber mit allergrößter Bedeutung möchte ich mich bei meinen Eltern bedanken, die den gesamten Weg von meiner Geburt bis zu dieser Promotion geleitet, gestützt und ermöglicht haben. Außerdem gilt mein Dank auch noch den weiteren Mitgliedern meiner Familie, die mir auf diesem Weg, jeder auf seine Weise, Ansporn, Vorbild oder Regeneration waren.

Abbildungsverzeichnis

2.1 Skizze einer Typischen Al-Al-Mischbauweise im Flugzeugbau; Möglichkeit Vernieten durch Rührreibschweißen zu ersetzen 5
2.2 Skizze der in dieser Arbeit betrachteten Stoßkonfigurationen 7
2.3 Skizze zu Lage von Advancing- und Retreating-Side 7
2.4 Gefüge einer Rührreibschweißnaht sichtbar gemacht durch Barkerätzung und Markierung der unterschiedlichen Bereiche; Oberblech: Aluminium; Unterblech: Titan 8
2.5 Aluminium-Titan-Phasendiagramm; Generiert mit Factsage7.2 [32] und beschriftet nach Murray [26] 17
2.6 Aluminium-Kupfer-Phasendiagramm; Generiert mit Factsage7.2 [32], relevante Phasen beschriftet und ergänzt nach Murray [37] 18

4.1 Skizze zur Veranschaulichung von d_{eff} in Überlappstoß 32
4.2 Blockdiagramm zu Scherzugfestigkeiten F_{SZ} [67] 32
4.3 EN AW-1050A (oben) mit Ti Gr.1; geschweißt bei d_{eff} = 0,3 mm und 2800 min^{-1} (Probe I90); F_{SZ}=217 ±7 N/mm_{Naht} [67] 32
4.4 EN AW-6082 (oben) mit Ti Gr.5; geschweißt bei d_{eff} = 0,3 mm und 2800 min^{-1} (Probe I101); F_{SZ}=458 ±6 N/mm_{Naht} [67] 32
4.5 EN AW-1050A (oben) mit Ti Gr.1; geschweißt bei d_{eff} = 0,2 mm und 2800 min^{-1} (Probe I70); F_{SZ}=222 ±8 N/mm_{Naht} [67] 32
4.6 EN AW-6082 (oben) mit Ti Gr.5; geschweißt bei d_{eff} = 0,2 mm und 2800 min^{-1} (Probe I79); F_{SZ}=431 ±66 N/mm_{Naht} [67] 32
4.7 EN-AW-5754 (rechts) mit Ti Gr.5; geschweißt in Stumpfstoßkonfiguration mit +0,1 mm lateralem Abstand der Pinflanke zur Stossfläche bei 1800 min^{-1}; F_{SZ}= 393 ±144 N/mm_{Naht} (Probe IS4) 34
4.8 EN-AW-5754A (rechts) mit Ti Gr.5; geschweißt in Stumpfstoßkonfiguration mit -0,5 mm lateralem Abstand der Pinflanke zur Stossfläche bei 1800 min^{-1}; F_{SZ}= 331 ±45 N/mm_{Naht} (Probe IS12) 34

4.9 EN AW-1050A (oben) mit EN CW008A; geschweißt bei $T_{set} = 465\,°C$ (Probe ICTMP3e); F_{SZ}= 248 ±3 N/mm$_{Naht}$ [70] 35
4.10 EN AW-1050A (oben) mit EN CW008A; geschweißt bei $T_{set} = 500\,°C$ (Probe ICTMP4e); F_{SZ}= 191 ±70 N/mm$_{Naht}$ [70] 35
4.11 EN AW-1050A (oben) mit EN CW008A; geschweißt bei $T_{set} = 535\,°C$ (Probe ICTMP5e); F_{SZ}= 182 ±57 N/mm$_{Naht}$ [70] 35
4.12 EN AW-1050A (oben) mit EN CW008A; geschweißt bei $T_{set} = 570\,°C$ (Probe ICTMP6e)F_{SZ}= 243 ±12 N/mm$_{Naht}$ [70] 35
4.13 Gemessener Wärmeausdehnungskoeffizient α des Werkzeugmaterials TPS1 37
4.14 Gemessene Wärmeausdehnung $\Delta L/L$ des Werkzeugmaterials TPS1 bezogen auf 20 °C 37

5.1 TEM-BF Aufnahme: Grenzfläche einer EN AW-1050A (rechts) mit EN CW008A (links) Schweißnaht (Probe I150C) 40
5.2 TEM-BF Aufnahme: Detail der Grenzfläche einer EN AW-1050A (rechts) mit EN CW008A (links) Schweißnaht (Probe I150C) 40
5.3 a): BF-STEM Übersichtsaufnahme einer Al-Cu-FSW-Grenzfläche; b): HR-TEM Aufnahme der Grenzfläche von Aluminium zur angrenzenden intermetallischen Schicht (Probe I154E) [69] 41
5.4 Links: BF-STEM Aufnahme; Mitte: EDX-Mapping Cu $K\alpha$; Rechts: EDX-Mapping Al $K\alpha$ (Probe I154E) 43
5.5 SAD Aufnahme der intermetallischen Grenzfläche (Probe I154E) 44
5.6 SAD der IMC Zwischenschicht einer Al-Cu-Naht; Markiert die Reflexe der η_2-Phase [1 -1 0]-Orientierung mit CrysTBox [82] [83](Probe I154E) 45
5.7 SAD der IMC Zwischenschicht einer Al-Cu-Naht; Beschriftet die Reflexe der η_2-Phase [1 -1 0]-Orientierung mit CrysTBox [82] [83] (Probe I154E) . . 45
5.8 SAD der IMC Zwischenschicht einer Al-Cu-Naht; Markiert die Reflexe der γ_1-Phase [0 1 2]-Orientierung mit CrysTBox [82] [83] (Probe I154E) 45
5.9 SAD der IMC Zwischenschicht einer Al-Cu-Naht; Beschriftet die Reflexe der γ_1-Phase [0 1 2]-Orientierung mit CrysTBox [82] [83] (Probe I154E) . . 45
5.10 SAD der IMC Zwischenschicht einer Al-Cu-Naht; Markiert die Reflexe der γ_1-Phase [1 0 2]-Orientierung mit CrysTBox [82] [83] (Probe I154E) 45
5.11 SAD der IMC Zwischenschicht einer Al-Cu-Naht; Beschriftet die Reflexe der γ_1-Phase [1 0 2]-Orientierung mit CrysTBox [82] [83] (Probe I154E) . . 45
5.12 HR-TEM Aufnahmen der Grenzfläche von kubischflächenzentriertem Aluminium in [-4 2 1]-Orientierung und der θ_2-Phase (AlCu) in [-4 0 1]-Orientierung 46

5.13 Versetzungen und Verkippung zur Kompensation des Gittermisfits (Probe I154E) . . . 46
5.14 STEM-BF; Grenzfläche einer EN AW-1050A mit Ti Gr.1 Schweißnaht (Probe I27E-III) . . . 47
5.15 STEM-BF; Grenzfläche einer EN AW-6082 mit Ti Gr.5 Schweißnaht (Probe I99E) . . . 47
5.16 HR-TEM; Grenzfläche einer EN AW-6082 (rechts) mit Ti-Gr.5 (links) Schweißnaht (Probe I99E) . . . 48
5.17 HR-TEM; Grenzfläche einer EN AW-6082 (rechts) mit Ti-Gr.5 (links) Schweißnaht (Probe I99E) . . . 48
5.18 TEM-BF; Grenzfläche einer EN AW-1050A (oben) mit Ti-Gr.1 (unten) Schweißnaht . . . 49
5.19 Dazugehörig TEM-DF; gefiltert auf Al_3Ti $D0_{22}$ (0 0 2) Reflex (Probe I27E-III) . . . 49
5.20 HR-TEM; Grenzfläche einer EN AW-6082 (rechts unten) mit Ti Gr.5 (links oben) Schweißnaht (Probe I99E1) . . . 50
5.21 Bereiche für FFT-Analyse in 5.20 . . . 51
5.22 HR-TEM; Ausschnitt Position 1(Probe I99E1) . . . 53
5.23 STEM-Simulation zu Abb. 5.22; α-Al in [1 1 0] . . . 53
5.24 FFT von Abb. 5.22 . . . 53
5.25 FFT von Abb. 5.23 . . . 53
5.26 Analysierte Ebenenabstände und -winkel aus 5.24 . . . 53
5.27 Resultierende Indizierung als α-Al [1 1 0] für 5.24 . . . 53
5.28 HR-TEM; Ausschnitt Position 1(Probe I99E1) . . . 55
5.29 STEM-Simulation zu Abb. 5.28; α-Ti in [0 0 1] . . . 55
5.30 FFT von Abb. 5.28 . . . 55
5.31 FFT von Abb. 5.29 . . . 55
5.32 Analysierte Ebenenabstände und -winkel aus 5.30 . . . 55
5.33 Resultierende Indizierung als α-Ti [0 0 1] für 5.30 . . . 55
5.34 HR-TEM; Ausschnitt Position 1(Probe I99E1) . . . 57
5.35 STEM-Simulation zu Abb. 5.34; $D0_{22}$ Al_3Ti in [-1 2 0] . . . 57
5.36 FFT von Abb. 5.34 . . . 57
5.37 FFT von Abb. 5.35 . . . 57
5.38 Analysierte Ebenenabstände und -winkel aus 5.36 . . . 57
5.39 Resultierende Indizierung als $D0_{22}$ Al_3Ti [-1 2 0] für 5.36 . . . 57
5.40 Vergrößerter und kontrastangepasster Ausschnitt aus der FFT in Abbildung 5.39 . . . 58

5.41 HR-TEM Ausschnitt Position 1(Probe I99E1) 60
5.42 STEM Simulation: Verzerrtes $D0_{22}$ $AlTi_3$ [1 -1 0] 60
5.43 FFT von Abb. 5.41 60
5.44 FFT von Abb. 5.42 60
5.45 Analysierte Ebenen- abstände und -winkel aus 5.43 60
5.46 Indizierung als verzerrte $D0_{22}$ $AlTi_3$ [1 -1 0] für 5.43 60
5.47 HR-TEM Ausschnitt Position 1(Probe I99E1) 62
5.48 STEM Simulation: $D0_{19}$ $AlTi_3$ [-1 -1 0] 62
5.49 FFT von Abb. 5.47 62
5.50 FFT von Abb. 5.48 62
5.51 Analysierte Ebenen- abstände und -winkel aus 5.49 62
5.52 Indizierung als $D0_{19}$ $AlTi_3$[-1 -1 0] für 5.49 62
5.53 HR-TEM Ausschnitt Position 1(Probe I99E1) 64
5.54 STEM Simulation: $D0_{19}$ $AlTi_3$ [-3 -4 2] 64
5.55 FFT von Abb. 5.53 64
5.56 FFT von Abb. 5.54 64
5.57 Analysierte Ebenen- abstände und -winkel aus 5.55 64
5.58 Indizierung als $D0_{19}$ $AlTi_3$[-3 -4 2] für 5.55 64
5.59 Arrheniusauftragung Dicke der intermetallischen Schicht gegen die Temperatur gemessen in der HAZ der Schweißnaht bei EN AW-1050A mit EN CW008A Schweißnähten (Proben I150C und -E bis I154C und -E); nach Marstatt et al. [69] 69
5.60 Arrheniusauftragung Dicke der intermetallischen Schicht aufgetragen gegen die geregelte Prozesstemperatur bei EN AW-1050A mit EN CW008A Schweißnähten (Proben ICTMP_1C und -E bis ICTMP_ 8C und -E); nach Marstatt et al. [71] 69
5.61 Temperatur-Zeit- Kurve [69] [68] gemessen im Aluminium knapp außerhalb des Nugget 71
5.62 Thermische-Aktivierung- Zeit-Kurve zu Abb.5.61 für eine Aktivierungsenergie von beispielsweise 1 eV/Atom 71
5.63 Thermische-Aktivierung- Zeit-Kurve mit Äquivalentzeitintegral 71
5.64 Anordnung der Temperaturmessung [69] für Abbildung 5.61 71
5.65 Dicke der intermetallischen Schicht aufgetragen gegen die inverse Vorschubgeschwindigkeit bei EN AW-1050A mit EN CW008A Schweißnähten mit T_P= 480 °C (Proben FRHV006-FRHV010) und Fit gemäß Gl.5.6; Messwerte [74] 73

6.1 SE-REM Bild der intermetallischen Doppelschicht am Nahtanfang (Probe ICTMP_ 4C) 76
6.2 SE-REM Bild der intermetallischen Doppelschicht am Nahtende (Probe ICTMP_ 4E) 76
6.3 SE-REM Bild der IMC-Schicht im Referenzbereich einer temperaturgeregelten Al-Cu-Naht (Probe gs_ hv_ 002C); Schichtdicke 464±28 nm [72] . . 77
6.4 SE-REM Bild der IMC-Schicht im Wärmestaubereich einer drehzahlgeregelten Al-Cu-Naht (Probe gs_ hv_ 002E); Schichtdicke 539±25 nm [72] . . 77
6.5 SE-REM Bild der IMC-Schicht im Referenzbereich einer temperaturgeregelten Al-Cu-Naht (Probe gs_ nt_ 004C); Schichtdicke 434±65 nm [72] . . 77
6.6 SE-REM Bild der IMC-Schicht im Wärmestaubereich einer drehzahlgeregelten Al-Cu-Naht (Probe gs_ nt_ 004E); Schichtdicke 676±118 nm [72] . 77
6.7 SE-REM Bild der Bruchfläche des Ti-Unterblechs nach LCF; hohe Bildqualität (Probe I111C)(vgl. [78]) 79
6.8 SE-REM Bild der Bruchfläche des Ti-Unterblechs nach LCF; parallel zum Mapping aufgenommen (Probe I111C)(vgl. [78]) 79
6.9 Al $K\alpha$ EDX-Mapping der Bruchfläche des Ti-Unterblechs nach LCF (Probe I111C)(vgl. [78]) 79
6.10 Ti $K\alpha$ EDX-Mapping der Bruchfläche des Ti-Unterblechs nach LCF (Probe I111C)(vgl. [78]) 79
6.11 SE-REM Bild der Bruchfläche des Ti-Unterblechs nach LCF; Detailaufnahme hohe Bildqualität (Probe I111C) rechts der Bildmitte in Abb.6.7(vgl. [78]) 81
6.12 SE-REM Bild der Bruchfläche des Ti-Unterblechs nach LCF; Detailaufnahme parallel zum Mapping aufgenommen (Probe I111C)(vgl. [78]) 81
6.13 Al $K\alpha$ EDX-Mapping der Bruchfläche des Ti-Unterblechs nach LCF; Detailaufnahme (Probe I111C)(vgl. [78]) 81
6.14 Ti $K\alpha$ EDX-Mapping der Bruchfläche des Ti-Unterblechs nach LCF; Detailaufnahme (Probe I111C)(vgl. [78]) 81
6.15 Probenstrom gegen Potential, für flächengleiche Proben, aus einer Al-Cu-FSW-Naht und den einzelnen Ausgangsmaterialien 83
6.16 Probenstrom gegen Potential, für flächengleiche Proben, aus einer Al-Ti-FSW-Naht und den einzelnen Ausgangsmaterialien 84
6.17 BSE-REM Aufnahme einer Al-Cu-Naht, geschweißt mit 410 °C sowie 150 min bei 400 °C ausgelagert (Probe ICTMP1α)(vgl. [81]) 85
6.18 Vereinfachte Zusammenfassung der Ergebnisse von Bartel [78] zur Dauerschwingfestigkeit von Al-Ti-FSW-Nähten 87

6.19 Vereinfachte Zusammenfassung der Ergebnisse von Wiedemann [79]zur Dauerschwingfestigkeit von wärmebehandelten Al-Ti-FSW-Nähten 87
6.20 Computertomogramm einer Al-Ti-Schweißnaht mit deutlichem Aufbruch und Vermischen der Grenzfläche (Probe I25) 89
6.21 Metallographisches Schliffbild der selben Naht (Probe I25) 89