OPEN ACCESS
OPUS AUGSBURG

Universität Augsburg
Universitätsbibliothek

Herstellung und Charakterisierung eines Metall-Keramik-Durchdringungsverbunds

Joél Schukraft

Angaben zur Veröffentlichung / Publication details:

Schukraft, Joél. 2023. “Herstellung und Charakterisierung eines Metall-Keramik-Durchdringungsverbunds.” Augsburg: Universität Augsburg.

Nutzungsbedingungen / Terms of use: **CC BY-NC-ND 4.0**

Dieses Dokument wird unter folgenden Bedingungen zur Verfügung gestellt: / This document is made available under these conditions:
CC-BY-NC-ND 4.0: Creative Commons: Namensnennung - Nicht kommerziell - Keine Bearbeitung
Weitere Informationen finden Sie unter: / For more information see:
https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/deed.de

Universität Augsburg
Institut für Materials
Ressource Management

Herstellung und Charakterisierung eines Metall-Keramik-Durchdringungsverbunds

Zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor der Ingenieurswissenschaften

eingereicht an der

Mathematisch-Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät

der Universität Augsburg

von

Joél Schukraft, M.Sc.

Augsburg, Juni 2023

Hauptreferent: Prof. Dr.-Ing. Kay André Weidenmann

Korreferent: Prof. Dr.-Ing. Dietmar Koch

Korreferent: Prof. Dr.-Ing. Günter Schell

Tag der mündlichen Prüfung: 07.11.2023

Μόνο με τη χάρη Του είμαι αυτό που είμαι

Soli deo gloria

Danksagung

Die Forschungsarbeiten, welche dieser Doktorarbeit zugrunde liegen, sind am Institut für Materials Resource Management der Universität Augsburg von Juni 2019 bis Mai 2023 durchgeführt worden. Sie sind Teil des DFG-Projekts WE 4273/17-1, welches ich in demselben Zeitraum als wissenschaftlicher Mitarbeiter an der Universität Augsburg bearbeitet habe.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr.-Ing. Kay Weidenmann, der mir die Promotion am Lehrstuhl für Hybride Werkstoffe im Themenfeld der Metall-Keramik-Durchdringungsverbunde ermöglicht hat. Durch die stetige Betreuung und ausnahmslos umgehende Beantwortung meiner Fragen unterstützte er mich jederzeit bei wissenschaftlichen Fragestellungen und hat die Arbeit mit wertvollen Impulsen konstruktiv vorangetrieben.

Herrn Prof. Dr.-Ing. Dietmar Koch möchte ich für die Übernahme des Korreferats danken. Durch den wissenschaftlichen Austausch über meine Masterarbeit hinaus, eröffnete er mir den Zugang zu einem großen wissenschaftlichen Netzwerk, das mir neben dem methodischen Blick über den Tellerrand auch den Austausch mit anderen Doktoranden ermöglichte. Dies bereicherte meine wissenschaftliche Arbeit und eröffnete Kooperationsmöglichkeiten, von welchen auch diese Arbeit profitierte.

Bei meinem Gruppenleiter Herrn Dr.-Ing. Christoph Lohr möchte ich mich für die gute persönliche Betreuung, die wertvollen Beiträge und Anregungen, das entgegengebrachte Vertrauen, sowie die unentwegte Unterstützung in organisatorischen Fragen bedanken, die auch unter widrigen Bedingungen, beispielsweise während der COVID-19 Pandemie, die Umsetzung der Forschungsziele ermöglichte.

Meinen Kolleginnen und Kollegen und besonders meiner Bürokollegin Kerstin Dittmann und meinen Bürokollegen Philipp Eyer und Frederik Siegmund möchte ich für die gute Zusammenarbeit, den konstruktiven Austausch und die gegenseitige Unterstützung danken. Die gute Atmosphäre und freundschaftlichen Kontakte auch über den Arbeitsalltag hinaus haben das gute Einleben am noch jungen Lehrstuhl gelingen lassen und die Lösung gemeinsamer Herausforderungen ermöglicht.

Bedanken möchte ich mich auch bei den Abschlussarbeiterinnen und Abschlussarbeitern

- Nicole Taylor, Florina Cebulla, Mert Özcelik und Talha Waseem,

die mit ihrer Forschungsarbeit einen wichtigen Beitrag zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben,

- Carolin Pieper und Daniel Wegscheider

die über ihre Abschlussarbeit hinaus als HiWis im Projekt und am Lehrstuhl in meinem Aufgabenbereich mitgearbeitet haben und

- Philipp Morbitzer und Frederik Siegmund,

die inzwischen als wertgeschätzte Kollegen und wertvolle Mitarbeiter den Lehrstuhl durch ihre Forschungsarbeit bereichern.

- Selina Sartor und Sarah Enzler

möchte ich für ihre Unterstützung als HiWis im Projekt bedanken.

Für die wertvolle Unterstützung an Anlagen, Maschinen und bei der Probenpräparation möchte ich mich bei Katja Ziebe-Eiffler, Melanie Diepold, Muhammet Bölükbas, Mark Kutschker, Peter Ostermaier und Florian Fuchs bedanken. Mein besonderer Dank geht an Stefan Schmitt für die weitreichende Unterstützung im mechanischen Prüflabor und Dr. rer. nat. Robert Horny für den wertvollen fachlichen Austausch und die Unterstützung im thermophysikalischen Labor.

Für die Unterstützung und den wissenschaftlichen Austausch bei der Einarbeitung in das Themengebiet der mechanischen in-situ-Prüfung im Computertomographen, die Datenauswertung und die gekoppelte Analyse mittels Schallemission möchte ich mich bei Dr.-Ing. Philipp Potstada, Dr.-Ing. Florian Thum, Dr. rer. nat. Bastian Brück und Prof. Dr. rer. nat. Markus Sause bedanken.

Über das Institut für Materials Resource Management hinaus möchte ich mich namentlich bei

- Joshua Macken vom Institut für Maschinenbau und Verfahrenstechnik, Hochschule Augsburg, für die wertvolle Zusammenarbeit im Bereich der Bearbeitbarkeit von Metall-Keramik-Durchdringungsverbunden,
- Pierre Kubelka von der Arbeitsgruppe Metallische Schäume, Institut für Werkstoffe und Werkstofftechnologien, Hochschule Pforzheim, für den wertvollen wissenschaftlichen Austausch rund um keramisch verstärkte Leichtmetallstrukturen,
- Ralf Rössler, dem Leiter der mechanischen Werkstoffprüfung am Institut für Angewandte Materialien – Werkstoffkunde, Karlsruher Institut für Technologie für die unermüdliche Unterstützung rund um den Prozess der Gasdruckinfiltrationsanlage,
- Dr. rer. nat. Joachim Binder, Leiter der Arbeitsgruppe Synthese und keramische Pulvertechnologie, Institut für Angewandte Materialien – Energie Speicher Systeme, Karlsruher Institut für Technologie für die Durchführung der Quecksilberporosimetrie und den wissenschaftlichen Austausch darüber,
- Jan Roßdeutscher vom Institut für Werkstoff-Forschung, Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt, Köln, für die gute wissenschaftliche Zusammenarbeit im Bereich der elastischen Charakterisierung,
- Christopher Wünsch vom Institut für Test und Simulation von Gasturbinen, Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt, Augsburg, für die Zusammenarbeit bei der thermischen in-situ-Charakterisierung mittels Rasterelektronenmikroskopie,
- Dr.-Ing. Stefan Guth vom Institut für Angewandte Materialien – Werkstoffkunde, Karlsruher Institut für Technologie für den wissenschaftlichen Austausch zur thermo-mechanischen Ermüdung,
- Bernhard Plank von der Arbeitsgruppe Computertomographie, Hochschule Oberösterreich, Wels, und Raouf Jemmali vom Institut für Bauweisen und Strukturtechnologie, Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt, Stuttgart, für den wissenschaftlichen Austausch zur Durchführung und Auswertung computertomographischer Analysen

ganz herzlich bedanken.

Bedanken möchte ich mich außerdem für die durchweg gute Zusammenarbeit und die produktive Kooperation im Rahmen des gemeinsamen DFG-Projekts bei Dominik Horny und Frau Prof. PD Dr.-Ing. Katrin Schulz, die auch als Mitglied im Prüfungsausschuss mitwirkte.

Schließlich gilt mein Dank allen Freunden und meiner Familie, die mich während meiner Promotionszeit unterstützt, motiviert und begleitet haben und mir zur Seite standen!

Kurzfassung

In dieser Arbeit wird ein Metall-Keramik-Durchdringungsverbund auf Basis einer hochporösen isotropen Aluminiumoxidpreform und einer AlSi10Mg-Legierung mittels Gasdruckinfiltration hergestellt und charakterisiert.

Im Abgleich mit den Komponenten (der keramischen Preform und der AlSi10Mg-Legierung) werden von der Mikrostruktur, über die elastischen und elastisch-plastischen mechanischen, die thermischen Eigenschaften bestimmt und deren Überlagerung in thermo-mechanischen Untersuchungen analysiert. Darüber hinaus wurden die wesentlichen Schädigungsmechanismen charakterisiert und Ansätze zur Selbstheilung durchgeführt, sowie richtungsweisende Schlüsse aus den gesammelten Erkenntnissen gezogen.

Die keramische Preform, von der Firma Morgan Advanced Materials Haldenwanger GmbH zur Verfügung gestellt, hat eine offene Porosität von ca. 74 Vol.-% und einen mittleren Porendurchmesser von ca. 40 µm. Die Poren sind monomodal verteilt und weisen eine hohe Homogenität auf, welche sich in einem isotropen elastischen Verhalten mit einem E-Modul von ca. 21 GPa niederschlägt. Durch das mechanische Aufschlagen eines stabilisierten Schlickers hat die keramische Preform dichtgeformte keramische Stege und mittlere Festigkeiten von ca. 41 MPa.

Im Vergleich zur AlSi10Mg-Legierung steigt die Dichte von $2{,}67\,\frac{g}{cm^3}$ auf $2{,}95\,\frac{g}{cm^3}$ im Durchdringungsverbund, der E-Modul kann von ca. 78 auf über 110 GPa und die Streckgrenze unter Druckbelastung, abhängig vom Gefügezustand der metallischen Phase, um über 80 % gesteigert werden. Die mechanischen Eigenschaften unter Zug variieren stark in Abhängigkeit des Gefügezustands in der metallischen Phase, sind aber für den Zustand nach der Gasdruckinfiltration vergleichbar.

Die thermischen Eigenschaften der AlSi10Mg-Legierung werden im Durchdringungsverbund durch die keramische Preform beeinflusst, sodass bei 100 °C eine Verringerung der Wärmekapazität um 2 %, der Wärmeleitfähigkeit um 39 % und der Wärmeausdehnung um 37 % stattfindet. Ab Temperaturen von 285 °C werden thermisch aktivierte Phänomene im Durchdringungsverbund beobachtet, die sich in einem Hystereseverhalten in den elastischen Eigenschaften und dem Wärmeausdehnungskoeffizienten niederschlagen und einen markanten Anstieg der Lebensdauer unter thermo-mechanischer Ermüdung bewirken.

Unter Druckbelastung lässt sich im Durchdringungsverbund ein dreistufiger Schädigungsverlauf erkennen, der durch Rissüberbrückung, Rissverzweigung und plastische Deformation in der metallischen Phase ein hohe Energieabsorption und ein gutmütiges Versagen bewirkt. Unter Zug wirkt sich vor allem die verbleibende Porosität, die Sprödigkeit der keramischen Phase und die innere Kerbwirkung auf die Schädigung aus, sodass der Durchdringungsverbund spontan und katastrophal versagt. Unter thermo-mechanischer Beanspruchung lässt sich ein Wechsel im Schädigungsmechanismus von rissbildungs- zu risswachstumsdominierter Lebensdauer, ebenfalls zwischen 250 und 300 °C, beobachten.

Für die Selbstheilung zeigt die Mikrostruktur mit der Kombination einer „niedrig“- und „hochschmelzenden“ Phase vielversprechende Ansätze, die durch die schlechte Benetzung und hohe Oxidationsanfälligkeit der Aluminiumlegierung jedoch nicht zu einem durchbrechenden Erfolg führten. Nichtsdestotrotz zeigt der Durchdringungsverbund vielversprechende Eigenschaften für den erfolgreichen Einsatz als konstruktiver Leichtbauwerkstoff in einer thermisch und mechanisch belasteten Anwendung.

Abstract

In this work, an interpenetrating metal-ceramic composite, based on a highly porous isotropic alumina preform and an AlSi10Mg alloy is fabricated by gas pressure infiltration and characterized.

In comparison to the components (the ceramic preform and the AlSi10Mg alloy), the microstructure, elastic and elastic-plastic mechanical, and thermal properties are determined and combination of thermal and mechanical load is analyzed in thermo-mechanical investigations. In addition, the main damage mechanisms were characterized and self-healing approaches were carried out.

The ceramic preform, provided by Morgan Advanced Materials Haldenwanger GmbH, has an open porosity of about 74 vol% and an average pore diameter of about 40 µm. The pores are monomodally distributed and exhibit high homogeneity, which is reflected in an isotropic elastic behavior with a Young's modulus of about 21 GPa. Due to the mechanical stirring of a stabilized slurry, the ceramic preform forms dense ceramic struts and has an average compression strengths of approx. 41 MPa.

Compared to the AlSi10Mg alloy, the density increases from $2.67\frac{g}{cm^3}$ to $2.95\frac{g}{cm^3}$ in the interpenetrating metal-ceramic composite, the Young's modulus can be increased from approx. 78 to over 110 GPa and the yield strength under compressive loading, depending on the microstructural condition of the metallic phase, by over 80%. The mechanical properties under tension vary greatly depending on the microstructural condition of the metallic phase but are comparable for the infiltrated condition after gas pressure infiltration.

The thermal properties of the AlSi10Mg alloy are affected by the reinforcement of the ceramic preform. At 100 °C there is a 2% reduction in heat capacity, 39% reduction in thermal conductivity and 37% reduction in thermal expansion.

At temperatures above 285 °C, thermally activated phenomena are observed in the interpenetration metal-ceramic composite, which are reflected in hysteresis behavior in the elastic properties and the coefficient of thermal expansion, as well as a markable increase in service life under thermo-mechanical fatigue.

Under compressive loading, a three-stage damage progression can be observed in the interpenetrating metal-ceramic composite, showing high energy absorption and good-natured failure due to crack bridging, crack branching and plastic deformation in the metallic phase. Under tension, the remaining porosity, brittleness of the ceramic phase and internal notch effect mainly affect the damage and the interpenetrating metal-ceramic composite fails spontaneously and catastrophically. Under thermo-mechanical loading, a change in the damage mechanism from crack initiation to crack growth dominated service-life can be observed in the above-mentioned temperature range.

For self-healing approaches, the composite shows a promising microstructure and composition of a "low" and "high" melting phase, which, however, did not lead to a breakthrough success due to the poor wetting and high oxidation susceptibility of the aluminum alloy. Nevertheless, the interpenetrating metal-ceramic composite shows promising properties for successful application as a structural lightweight material in a thermally and mechanically loaded application.

Inhalt

Danksagung i
Kurzfassung iii
Abstract iv

1 Einleitung 1
1.1 Motivation und Zielsetzung 1
1.2 Aufbau der Arbeit 2

2 Stand der Forschung 3
2.1 Die Entwicklung der Metall-Keramik-Durchdringungsverbunde 3
2.1.1 Verbundwerkstoffe 3
2.1.2 Metall-Matrix Verbundwerkstoffe 4
2.1.3 Metall-Keramik-Durchdringungsverbunde 5
2.2 Herstellung von Metall-Keramik-Durchdringungsverbunden 6
2.2.1 In-situ-Verfahren zur Herstellung 7
2.2.2 Infiltrationsbasierte Herstellungsverfahren 8
2.3 Mechanische Untersuchungen an IMCCs 13
2.3.1 Mechanische Eigenschaften und Schädigungsmechanismen an keramischen Schäumen und Preformen 13
2.3.2 Mechanische Untersuchungen an IMCCs 15
2.3.3 In-situ-Versuche und Schädigungsdetektion an Durchdringungsverbunden 17
2.4 Thermische und thermo-mechanische Untersuchungen an IMCCs 21
2.4.1 Wärmebehandlung von Durchdringungsverbunden mit ausscheidungshärtbaren intermetallischen Phasen 21
2.4.2 Thermische Untersuchungen von IMCCs 22
2.4.3 Thermo-mechanische Untersuchungen von IMCCs 24
2.5 Selbstheilungspotential in metallbasierten Materialien und Verbunden 28
2.6 Fazit für die Schädigungsdetektion an Durchdringungsverbunden 29

3 Materialsystem und Probenpräparation 31
3.1 Materialsystem und Herstellung 31
3.1.1 Keramische Preform 31
3.1.2 Metall-Keramik-Durchdringungsverbund 31
3.2 Materialbearbeitung 34
3.3 Probenpräparation 34

4 Experimentelle Vorgehensweise und Versuchsführung 41
4.1 Bestimmung der Porosität 41
4.1.1 Geometrische Bestimmung 41
4.1.2 Archimedisches Prinzip 41
4.1.3 Helium Gas-Pycnometrie 42
4.1.4 Geo-Pycnometrie 42
4.1.5 Quecksilberporosimetrie 43
4.1.6 Bildgebende 3D-Analyse 43
4.2 Mikrostrukturelle Untersuchungen 44
4.2.1 Lichtmikroskopie 44
4.2.2 Röntgenographische Computertomographie 44
4.2.3 Rasterelektronenmikroskopie 49
4.3 Ultraschall Phasenspektroskopie 50
4.4 Mechanische Prüfung 53
4.4.1 Zug- und Druckprüfung 53
4.4.2 In-situ-Druckprüfung im Computertomograph 56
4.4.3 In-situ-Zug- und Druckprüfung im Rasterelektronenmikroskop 57
4.5 Untersuchung der thermischen Eigenschaften 58
4.5.1 Wärmebehandlung 59
4.5.2 Bestimmung der Wärmekapazität 59
4.5.3 Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit 61
4.5.4 Bestimmung des Wärmeausdehnungskoeffizienten 61
4.5.5 Bestimmung der elastischen Eigenschaften unter erhöhter Temperatur 64
4.6 Bestimmung des thermo-mechanischen Ermüdungsverhaltens 65
4.7 Bestimmung des Selbstheilungspotentials 68
4.7.1 Gezielte Vorschädigung der Proben 69
4.7.2 (Selbst-)Heilungsansätze 69

5 Ergebnisse 71
5.1 Mikrostrukturelle Charakterisierung 71
5.1.1 Keramische Preform 71
5.1.2 Aluminium-Legierung 75
5.1.3 Metall-Keramik-Durchdringungsverbund 77
5.1.4 Diskussion der mikrostrukturellen Charakterisierung 81
5.2 Mechanische Charakterisierung 85
5.2.1 Elastische Charakterisierung 86

5.2.2 Elastisch-plastische Charakterisierung ... 90
5.2.3 Diskussion der mechanischen Charakterisierung ... 95
5.3 Thermische Charakterisierung ... 101
5.3.1 Wärmekapazität ... 101
5.3.2 Wärmeleitfähigkeit ... 102
5.3.3 Wärmeausdehnungskoeffizient ... 103
5.3.4 Diskussion der thermischen Charakterisierung ... 106
5.4 Charakterisierung des Schädigungsverhaltens ... 110
5.4.1 Quasistatische Schädigung unter Zug und Druck ... 110
5.4.2 Zyklische Schädigung unter Zug und Druck ... 131
5.4.3 Thermische Schädigung ... 133
5.4.4 Thermo-mechanische Schädigung ... 140
5.4.5 Diskussion des Schädigungsverhaltens ... 154
5.5 Charakterisierung des Selbstheilungspotentials ... 168
5.5.1 Vorversuche und Selbstheilungsansatz ... 168
5.5.2 Legierungsunterstützter Heilungsansatz ... 170
5.5.3 Lotunterstützter Heilungsansatz ... 171
5.5.4 Diskussion des Selbstheilungspotentials ... 173

6 Diskussion ... 177
6.1 Durchdringungsverbundherstellung ... 177
6.2 Gefüge-Eigenschafts-Beziehungen keramischer Preformen ... 180
6.2.1 Der untersuchten keramischen Preform ... 180
6.2.2 Vergleich zu anderen keramischen Preformen ... 181
6.3 Gefüge-Eigenschafts-Beziehungen des IMCCs ... 182
6.3.1 Herstellbedingte Gefüge-Eigenschafts-Beziehungen ... 182
6.3.2 Wärmebehandlungsbedingte Gefüge-Eigenschafts-Beziehungen ... 185
6.3.3 Schädigungsbedingte Gefüge-Eigenschafts-Beziehungen ... 187
6.4 Selbstheilungspotential an Durchdringungsverbunden ... 194
6.5 Einordnung des IMCCs in die Welt der Werkstoffe ... 196
6.5.1 Steigerung der Eigenschaften im Vergleich zur AlSi10Mg-Legierung ... 197
6.5.2 Vergleich zu anderen Konstruktionswerkstoffen ... 197

7 Fazit ... 203

8 Verzeichnisse 205
8.1 Variablen- und Abkürzungsverzeichnis 205
8.2 Abbildungsverzeichnis 209
8.3 Tabellenverzeichnis 219
8.4 Literaturverzeichnis 221
8.4.1 Konferenzbeiträge 241
8.5 Angeleitete studentische Arbeiten 242

9 Anhang 243

1 Einleitung

1.1 Motivation und Zielsetzung

„Neue Werkstoffe und Materialien sind die Voraussetzung für jeden technologischen Fortschritt und die Wettbewerbsfähigkeit eines Landes“, schrieb das BMBF am 16.02.2022 über Werkstofftechnologien und Materialforschung [1].

Auf dem Weg zur Energiewende, von der Verknappung fossiler Energieträger durch den anhaltenden Krieg in der Ukraine und den damit verbundenen Einfuhrstopp aus Russland [2] über die Beschleunigung durch den Ausstieg aus der Atomkraft im April diesen Jahres [3], bis hin zur Weiterverwendung von Gas als Brückentechnologie [4], ist es das Ziel, Infrastruktur und Anlagen auf nachhaltige Brennstoffe umrüstbar zu machen. Hierzu zählen Anwendungen wie stationäre und mobile Gasturbinen und Wasserstoffverbrennungsmotoren.

Für die Umrüstbarkeit solcher Anlagen stehen Werkstoffe im Fokus, die den mechanischen und thermischen Anforderungen als Strukturwerkstoff gewachsen sind. Die Versprödung durch Wasserstoff stellt allerdings für viele Strukturwerkstoffe ein großes Problem dar [5]. Leichtmetalle mit einer kubisch flächenzentrierten Gitterstruktur, wie beispielsweise Aluminium, weisen eine gute Resistenz gegen die Wasserstoffversprödung auf [6], aber oft nicht die notwendige Festigkeit und Temperaturbeständigkeit, wie sie in vielen Anwendungen gefordert sind.

Daher müssen für anspruchsvollere Anwendungen neue Materialkonzepte wie Verbundwerkstoffe in Betracht gezogen werden. Unter den verschiedenen Arten von Verbundwerkstoffen wurden Durchdringungsverbunde im Allgemeinen bzw. Metall-Keramik-Durchdringungsverbunde im Speziellen von Malomo et al. [7] vorgeschlagen, um gezielte Vorteile in der Steifigkeit und Festigkeit, thermischen Belastbarkeit und in verbesserten thermo-mechanische Eigenschaften gegenüber unverstärkten Leichtmetallen zu erhalten.

Deshalb wird die Herstellung und Charakterisierung eines Aluminium-Aluminiumoxid-Durchdringungsverbunden in dieser Arbeit systematisch untersucht, um nach dem Leitmotto der Materialforschung des BMBFs, zum „technologischen Fortschritt und [der] Wettbewerbsfähigkeit“ [1] einer gelingenden Energiewende einen kleinen Beitrag zu leisten.

Das erste Ziel ist es, ein Verständnis über die Prozesse zu bekommen, die während der Herstellung ablaufen, um einen Durchdringungsverbund guter Infiltrationsqualität herstellen zu können.

Darüber hinaus ist das Verständnis über die Gefüge-Eigenschafts-Beziehungen ein wichtiges Ziel, welches sich in die herstellungsbedingten, wärmebehandlungsbedingten und schädigungsbedingten Gefüge-Eigenschafts-Beziehungen untergliedern lässt. Im Abgleich mit der unverstärkten Aluminiumlegierung und weiteren Werkstoffgruppen wird eine Einordnung des Durchdringungsverbunds durchgeführt, um die werkstoffspezifischen Eigenschaften in Bezug auf das Potential und die Grenzen mechanischer, thermischer und thermo-mechanischer Einsatzbereiche zu beurteilen.

In einem letzten Ziel wird die Nachhaltigkeit des Durchdringungsverbunds in Bezug auf die Einsatzlebensdauererweiterung untersucht, welches die Möglichkeiten zur Heilung bzw. Selbstheilung in den Fokus rückt. Hierbei sind erste Konzepte, Ansätze und Ideen zur grundsätzlichen Entwicklung der Schwerpunkt der Untersuchung auf diesem wissenschaftlichen Neuland.

1.2 Aufbau der Arbeit

Um die Ziele aus Kapitel 1.1 umzusetzen, wird in Kapitel 2 der Stand der Forschung aufgegriffen, um wichtige Erkenntnisse aus der Literatur zusammenzutragen und die offenen Forschungsfelder aufzuzeigen, in denen zu konkreten Fragestellungen in Bezug auf Metall-Keramik-Durchdringungsverbunde noch Wissenslücken vorhanden sind.

Kapitel 3 stellt das untersuchte Materialsystem vor und gibt einen Überblick über die verwendete Probenpräparation und Probengeometrien. In Kapitel 4 wird das experimentelle Vorgehen bei den Untersuchungsmethoden und die Versuchsführung an den verwendeten Anlagen erläutert.

In Kapitel 5 werden die Ergebnisse dieser Arbeit vorgestellt. Es wird dabei auf die Mikrostruktur, die elastischen und elastisch-plastischen mechanischen Eigenschaften, verschiedene thermische Eigenschaften, wie die Wärmekapazität, Wärmeleitfähigkeit und den Wärmeausdehnungskoeffizienten eingegangen. In einem weiteren Unterkapitel wird der Schädigungsmechanismus in Bezug auf quasistatische und zyklische Zug- und Druckbelastung, thermische Schädigung, wie auch thermo-mechanische Schädigung charakterisiert. Außerdem wird das Selbstheilungspotential des Durchdringungsverbunds untersucht und unterschiedliche Ansätze vorgestellt. Am Ende eines jeden Unterkapitels werden die jeweils auftretenden Phänomene diskutiert.

In Kapitel 6 werden die Ergebnisse der einzelnen Unterkapitel aus Kapitel 5 mit dem Fokus der zentralen Fragestellungen und Forschungszielen dieser Arbeit diskursiv zusammengebracht und wichtige Erkenntnisse mit der Literatur und Materialkenndaten abgeglichen.

In den nachfolgenden Kapiteln 7 und 8 werden zusammenfassende Schlüsse aus den Erkenntnissen der Arbeit in einem Fazit gezogen, sämtliche Verzeichnisse über Variablen, Abkürzungen, Abbildungen, Tabellen, die verwendete Literatur, sowie die angeleiteten studentischen Arbeiten aufgelistet und im Anhang schließlich weiterführende Informationen über die Arbeit hinaus angegeben.

2 Stand der Forschung

In diesem Kapitel wird ein Überblick über das Materialsystem der Metall-Keramik-Verbunde gegeben, wichtige Entwicklungsschritte auf dem Weg zu Metall-Keramik-Durchdringungsverbunden aufgezeigt und ein Überblick über mögliche Herstellungsverfahren und die bisherigen Erkenntnisse der Eigenschaften von Metall-Keramik-Durchdringungsverbunden gegeben. Ergänzend dazu werden die in dieser Arbeit verwendeten Methoden in Bezug auf Verbundwerkstoffe bzw. Durchdringungsverbunde hervorgehoben, um den Forschungsstand in Bezug auf Metall-Keramik-Durchdringungsverbunde abgrenzen zu können.

2.1 Die Entwicklung der Metall-Keramik-Durchdringungsverbunde

In diesem Unterkapitel wird die Idee, die Entwicklung und die werkstoffkundliche Herkunft von Metall-Keramik-Durchdringungsverbunden beleuchtet, um ein gezieltes Verständnis über die Anforderungen und das erhoffte Leistungspotential an dieses Materialsystem herauszustellen. Im Rahmen des Forschungsprojektes, das dieser Arbeit zugrunde liegt, wurde zu diesem Themengebiet das recherchelastige Labproject von Carolin Pieper [LP3] angeleitet, dessen Grundstruktur und Inhalte in diesem Unterkapitel aufgenommen wurde.

2.1.1 Verbundwerkstoffe

Verbundwerkstoffe gehören zur ältesten verwendeten Werkstoffgruppe, wobei in der frühzeitlichen Verwendung natürliche Verbundwerkstoffe, wie beispielsweise Knochen oder gebrannte Stroh-Lehm-Ziegel im Vordergrund der Anwendung standen (vergleiche Ashby [8]). Neben den Werkstoffhauptgruppen der Keramiken, Metalle und Polymere (vergleiche Hornbogen et al. [9]), bieten Verbundwerkstoffe durch die Kombination unterschiedlicher Werkstoffe die Möglichkeit, sich in den Eigenschaften der jeweiligen Komponenten zu differenzieren und diese sogar zu übertreffen [10]. Dadurch erlangten Verbundwerkstoffe in den vergangenen Jahrzehnten zunehmend an Bedeutung und stehen im Fokus der heutigen werkstoffkundlichen Forschung und Entwicklung zur maßgeschneiderten Erweiterung der Werkstoffpalette [9]. Auch der etablierte Einsatz von Verbundwerkstoffen in der Industrie unterstreicht die erfolgreiche Entwicklung der leistungsfähigen Materialien, sodass beispielsweise faserverstärkte Kunststoffe im Jahr 2016 einen globalen Marktwert von 114,13 Milliarden USD aufwiesen [11]. Im Bereich der Metall-Matrix Verbunde ist das globale Marktvolumen von 2500 t und ca. 100 Millionen USD 1999 [12] auf einen globaler Marktwert von 339,3 Millionen USD im Jahr 2019 angewachsen und wird mit einer Wachstumsrate von bis zu 6,4 % in den Jahren 2020-2027 geschätzt [13]. Dies zeigt die Unterschiede in der Einsatzreichweite unterschiedlicher Verbundwerkstoffe, aber auch das bestehende Forschungspotential bei metallbasierten Verbundwerkstoffen.

Zur Unterteilung von Verbundwerkstoffen gibt es mehrere Möglichkeiten, die einen unterschiedlichen Fokus beim Klassieren legen. Eine Einteilung ist beispielsweise nach der dominierenden Phase, in Polymer-, Metall- und Keramik-Matrix Verbundwerkstoffe möglich [14] sowie nach der Art der Verstärkung [15]. Newnham et al. [15] unterscheiden die Dimensionen der Vernetzung der Matrix- und Verstärkungsphase, welche bei Partikeln beispielsweise 3-dimensional für die Matrix und 0-dimensional für die Partikel wäre (3-0), bei Fasern 1-dimensional (3-1), für schichtartige Verbunde für die Matrix als auch die Verstärkung 2-dimensional (2-2) und für Durchdringungsverbunde mit einer 3-dimensionalen Konnektivität in beiden Phasen (3-3). Diese sind in nachfolgender Abbildung 2.1 exemplarisch dargestellt.

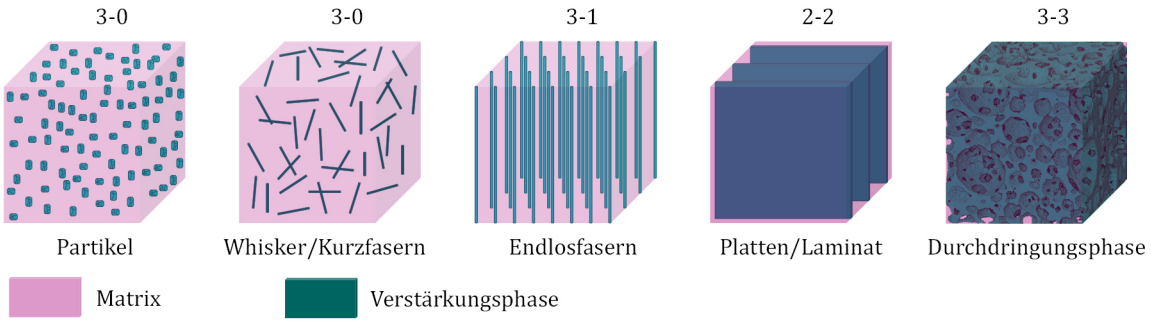


Abbildung 2.1 Übersicht von Arten der Verstärkung in Verbundwerkstoffen, sowie deren Dimension der Vernetzung (jeweils über der Schemazeichnung für Matrix und Verstärkungsphase). Nach [15].

2.1.2 Metall-Matrix Verbundwerkstoffe

Einer der ersten Metall-Matrix Verbundwerkstoffe (engl. Metal Matrix Composites (MMCs)), der Interesse auf sich zog, war ein dispersionsgehärteter Aluminium-Aluminiumoxid Verbund, der 1924 von E. Schmidt patentiert wurde [16]. Neben der Ausscheidungshärtung, welche 1906 von Alfred Wilm entdeckt wurde, steigern diese Verfestigungsmechanismen die elastisch-plastischen Eigenschaften von metallischen Werkstoffen [17]. Das Prinzip beider Verfestigungsmechanismen beruht auf der Behinderung von Versetzungsbewegungen, welche inkohärente Partikel innerhalb eines Korns umgehen müssen oder teilkohärente und kohärente Partikel schneiden, was mit einer Festigkeitssteigerung proportional zum Partikelradius r korreliert und diese maßgeblich verbessert ($\propto \frac{1}{r}$ für das Umgehen und $\propto \sqrt{r}$ für das Schneiden). Dies weckte ein starkes Forschungsinteresse im Bereich MMCs [18]. Daraufhin publizierte beispielsweise John D. Eshelby [19] 1957 seine Arbeit „The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion and related problems", welche sich mit den Einflüssen von ellipsoidalen Partikeln auf die umgebende Matrix bei angewandter Spannung befasste.

Das sogenannte „Space Race" zwischen den Supermächten USA und UdSSR im Kalten Krieg, befeuert durch den Wettlauf um den ersten Satelliten im All, initiierte einen starken Forschungsanstieg an MMCs in den 1950er Jahren. Es wurden Materialien benötigt, die leichter als monolithische Metalle, aber leistungsfähiger als Polymere waren. Dies trieb die Entwicklung von MMCs voran und initiierte die Entwicklung von Carbon- und Borfasern [20] als Verstärkungsphase. Hierdurch wurde das Forschungsinteresse an faserverstärkten MMCs angestoßen und so veröffentlichten Jech et al. [21] im Jahre 1960 die Arbeit „Metals Reinforced with Fibers", worin ein wolframfaserverstärkter Kupferverbund untersucht wurde. Mit dem Ende des „Space Race" Mitte der 70er Jahre wurde die Wirtschaftlichkeit zunehmend relevanter. Durch die hohen Kosten und die geringe Reproduzierbarkeit von faserverstärkten Metallen ebbte das Interesse Mitte der 70er Jahre zunächst wieder ab [20].

Aufgrund des Bedarfs nach kostengünstigeren MMCs verschob sich der Forschungsfokus bis Mitte der 80er Jahre von langfaser- auf kurzfaser- und partikelverstärkte MMCs. Diese wiesen zwar geringere mechanische Eigenschaften als ihre Vorreiter auf, durch die einfachere Herstellung waren sie jedoch deutlich günstiger und reproduzierbarer [22]. Zudem wurden neue Herstellungsmethoden wie Squeeze Casting in den 80ern populärer, welche die Produktion von MMCs wirtschaftlicher gestalteten. Dies machte MMCs für industrielle Anwendungen attraktiv, insbesondere für den Automobilsektor. Im Jahr 1983 produzierte der japanische Automobilhersteller Toyota Zylinderköpfe für Dieselmotoren aus einer SiC-kurzfaserverstärkten Aluminiumlegierung. Dies stellte die erste kommerzielle Anwendung von MMCs in der Automobilbranche dar [23].

Mit zunehmender Etablierung der Luftfahrt als Transportmittel wuchs der Bedarf Mitte der 80er Jahre an verbesserten Werkstoffen für Gasturbinen, die eine hohe Temperaturbeständigkeit kombiniert mit einer hohen Festigkeit und einem geringem Gewicht aufweisen sollten [18]. Dies regte die Forschung an langfaserverstärkten MMCs erneut an; die hohen Kosten spielten dabei für den Luftfahrtsektor zunächst eine untergeordnete Rolle.

Infolge der Entwicklungen im Automobil- und Luftfahrtsektor wurden in den 90er Jahren vor allem an kurzfaser- und langfaserverstärkten MMCs in Verbindung mit Herstellungsprozessen geforscht, während gleichzeitig auch der Bedarf nach partikelverstärkten MMCs stieg. Als Matrixmaterialien wurden in diesem Jahrzehnt vorwiegend Aluminium und Titan verwendet, wobei die mechanischen und thermischen Eigenschaften dieser Materialien untersucht wurden. In den 90er Jahre fanden einige MMCs in der Luft- und Raumfahrt Anwendung, wie etwa die Austrittsleitschaufel in Pratt & Whitney Turbinen von Boing 777 Flugzeugen, Taumelscheiben an Eurocopter Helikoptern und im Wellenleitermast des Hubble-Teleskops. [20, 22, 23]

Eine Anwendung von MMCs in der Automobilbranche war die LOKASIL Technik für Zylinderlaufbuchsen im Aluminium-Motorblock des Porsche Boxsters, welcher Mitte der 90er Jahre auf den Markt kam. Die Herstellung wurde durch Infiltration einer hochporösen Partikelpreform mit Aluminiumschmelze realisiert. Dies hatte zwei Vorteile: Diese Herstellungsmethode war einfach und kostengünstig und die Partikelverstärkung war homogen im Material verteilt. [24]

Bis heute machen partikel- und whiskerverstärkte MMCs mit Aluminiummatrix den größten Volumenanteil an MMCs in der Industrie aus [25]. Dennoch stellen die vergleichsweise schlechteren mechanischen Eigenschaften, wie etwa die geringere Bruchzähigkeit von diskontinuierlich verstärkten MMCs, ein Problem dar, wodurch sie für viele Anwendungen nicht geeignet sind. Da die mechanischen Eigenschaften von MMCs hauptsächlich durch ihre Verstärkung bestimmt werden, wird stetig an neuen Verstärkungsarten geforscht, um einen MMC mit ausgezeichneten mechanischen Eigenschaften zu entwickeln, der dennoch möglichst günstig und einfach hergestellt werden kann. Eine mögliche Lösung hierfür stellt der Durchdringungsverbund dar. [26]

2.1.3 Metall-Keramik-Durchdringungsverbunde

Durchdringungsverbunde bestehen aus einem interpenetrierenden, kontinuierlichen Netzwerk aus (mindestens) zwei Phasen [27]. Basierend auf der klassischen Definition von Verbunden (vergleiche Kapitel 2.1.1), können beide Phasen potentiell als Matrix bezeichnet werden. Als Klassifizierung hat sich historisch ergeben, dass Durchdringungsverbunde mit einem höheren Volumenanteil an Keramik als Keramik-Matrix Verbundwerkstoffe (engl. Ceramic Matrix Composite (CMC)) bezeichnet werden [28], während Durchdringungsverbunde mit einem höheren Metallgehalt als MMCs bezeichnet werden [29]. Eine wissenschaftlich präzisere Bezeichnung für die Durchdringung beider Phasen schafft die Bezeichnung „Metall-Keramik-Durchdringungsverbund“ (engl. Interpenetrating Metal-Ceramic Composite (IMCC)). In der Literatur wird diese beispielsweise von Mattern et al. [30], Binner [31] und Roy et al. [32] verwendet und wird im Folgenden in dieser Arbeit zur Bezeichnung des Durchdringungsverbunds konsistent verwendet. Der dominierende Phasenanteil wird bei genauerer Spezifizierung an erster Stelle genannt.

Erste, synthetisch hergestellte Metall-Keramik-Durchdringungsverbunde sind in der Literatur in den 80er Jahren verzeichnet, wobei die interpenetrierende Struktur hierbei nicht zwangsläufig beabsichtig war. So war der Durchdringungsverbund hergestellt durch Pyzik et

al. [33] Ende der 1980er Jahre das Ergebnis von Versuchen, ein vollständig dichtes B_4C/Al Cermet herzustellen, da vorangegangene Proben stets eine hohe Restporosität aufwiesen. Das 1986 veröffentlichte direkte Metalloxidationsverfahren (Lanxide Corporation) wurde mit dem Ziel entwickelt, eine kostengünstige und reproduzierbare Methode zur Herstellung von CMCs zu erhalten [34]. Der dabei entstandene Al_2O_3/Al Verbund wies, verglichen mit reinem Aluminiumoxid, deutlich verbesserte Zugfestigkeit, Bruchzähigkeit und Temperaturwechselbeständigkeit auf [35]. Diese hervorragenden Eigenschaften wurden unter anderem auf die interpenetrierende Mikrostruktur des Verbunds zurückgeführt [35].

Der im Jahre 1992 von Clarke [27] veröffentlichte Review-Artikel fasste die Resultate einer Konferenz von 1989 über Durchdringungsverbunde in Colorado zusammen und stellte die erste dokumentierte Übersicht für Durchdringungsverbunde dar. Die Konferenz förderte nach Clarke die Forschungsthematik maßgeblich und führte zu einem Anstieg der Forschungsarbeiten zu Durchdringungsverbunden [27]. Daraufhin wurde in den 90er Jahren vor allem die Preformherstellung mittels Sinterrouten und die in-situ-Herstellung, also die Bildung der Durchdringungsstruktur während der Herstellung, von Durchdringungsverbunden umfassend untersucht und erforscht.

Anfang der 2000er gewann zudem das Freeze-Casting-Verfahren zunehmend an Bedeutung für die Preformherstellung. Obwohl dieses Verfahren bereits 1956 patentiert wurde, wurde es seitdem lediglich zur Herstellung möglichst dichter Formkörper verwendet [37]. Darüber hinaus wurden sowohl Platzhalterverfahren als Porenbildner [36] als auch das Gel-Casting, eine Variante des direkten Aufschäumens [37], als Preformherstellungsmethoden verwendet und erweiterten das Feld und die Eigenschaftsbreite der Durchdringungsverbunde.

Obwohl Durchdringungsverbunde inzwischen bereits seit vielen Jahren Gegenstand der Forschungen sind, stellt der Herstellungsprozess nach wie vor eine Herausforderung für die Qualität und Wirtschaftlichkeit dar. Zudem behandeln viele der Untersuchungen bisher ausschließlich Durchdringungsverbunde mit einem Metallgehalt von unter 50 Vol.-%, was den Forschungsbedarf auf diesem Gebiet deutlich macht.

Um einen genaueren Überblick über die Durchdringungsverbundherstellung zu geben und auf die jeweiligen Verfahren einzugehen, wird im Folgenden auf die aus der Literatur bekannten Herstellungsprozesse für keramische Preformen und Metall-Keramik-Durchdringungsverbunde eingegangen.

2.2 Herstellung von Metall-Keramik-Durchdringungsverbunden

Die Verfahren lassen sich dabei in zwei grundsätzliche Verfahren unterteilen. Einerseits in direkten Herstellungsverfahren, bei denen beide Phasen in-situ in einem Urformungsprozess hergestellt werden. Andererseits in Infiltrationsverfahren, bei denen in zwei separaten Fertigungsschritten zuerst eine keramische Preform gefertigt und diese in einem zweiten Prozessschritt mit einer Metallschmelze infiltriert wird. Hierbei unterteilen sich sowohl die Verfahren zur Herstellung der keramischen Preform als auch die Möglichkeiten der Metallinfiltration. Die Grundstruktur und Inhalte dieses Unterkapitels ist ebenfalls aus dem recherchelastigen Labproject von Carolin Pieper [LP3] aufgenommen, welches im Rahmen des dieser Arbeit zugrunde liegenden Forschungsprojektes entstand.

Eine schematische Übersicht der Durchdringungsverbundherstellung ist in Abbildung 2.2 dargestellt, wobei in-situ-Verfahren in weißer Schrift und infiltrationsbasierte Verfahren in schwarzer Schrift dargestellt sind.

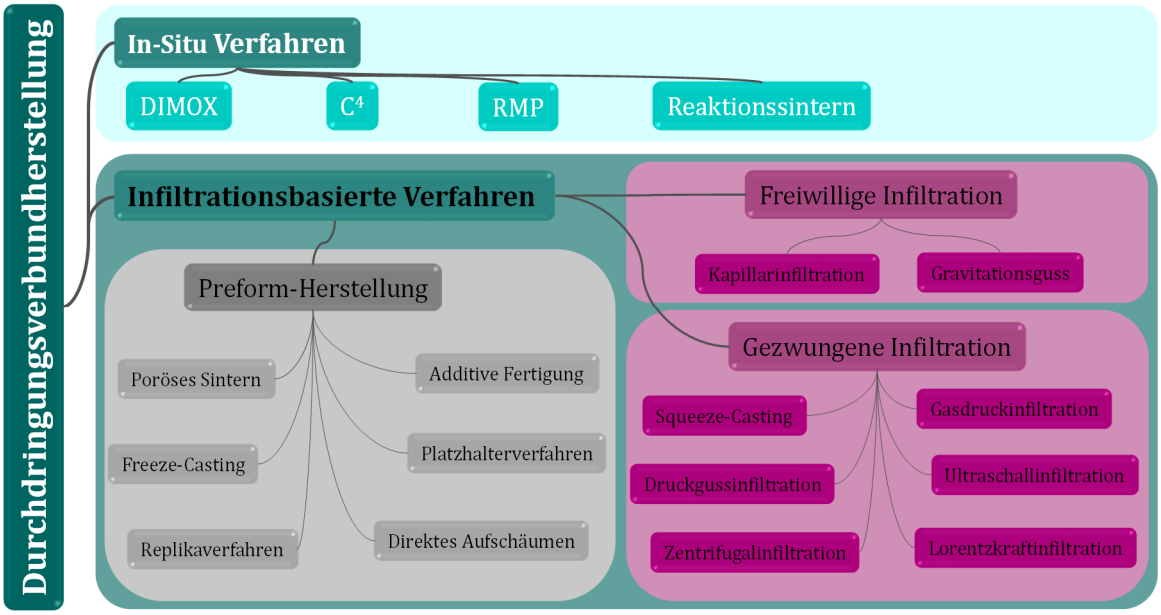


Abbildung 2.2 Übersicht der Metall-Keramik-Durchdringungsverbundherstellung. Die Infiltrationsverfahren sind nach [38] zusammengefasst. Erklärungen zu den Abkürzungen finden sich in den folgenden Unterkapiteln.

2.2.1 In-situ-Verfahren zur Herstellung

Reaktiv hergestellte Durchdringungsverbunde, deren Phasenzusammensetzung sowie Mikrostruktur während des Urformprozesses entsteht, zählen zu den in-situ-Verfahren (vergleiche Abbildung 2.2). Für die in-situ-Herstellung bieten sich verschiedene Verfahren an, denen eine exergone chemische Reaktion unterliegt. Dazu gehören vier wichtige Vertreter, auf deren Verfahrensfunktionsweise nachfolgend eingegangen wird: Der sogenannte direkte Metalloxidationsprozess (engl. Directed Metal Oxidation (DIMOX)) [34], das C⁴-Verfahren [39], die reaktive Metalldurchdringung (engl. Reactive Metal Penetration (RMP)) [40] und das Reaktionssintern [41]. Im Folgenden wird die Funktionsweise der einzelnen Verfahren kurz erklärt.

Der **DIMOX-Prozess** basiert auf der Reaktion einer Metallschmelze mit einem oxidierenden Gas (z. B. die Reaktion einer Aluminiumlegierung mit Luftsauerstoff zu Al_2O_3). In einem bestimmten kritischen Temperaturbereich, oberhalb der Schmelztemperatur des Metalls, wächst das Reaktionsprodukt von der ursprünglichen Oberfläche des Metallbads nach außen in den freien Raum. Das Wachstum schreitet fort, bis der Metallvorrat verbraucht ist oder bis die Reaktionsfront auf ein Material trifft, das jede weitere Reaktion unterdrückt. Das Reaktionsprodukt weist eine interpenetrierende Struktur aus Keramik und Metall auf. Neben Al_2O_3/Al Verbunden können unter anderem AlN/Al, ZrN/Zr oder TiN/Ti Verbunde hergestellt werden. [41]

Beim **C⁴-Verfahren** findet eine Verdrängungsreaktion zwischen flüssigem Aluminium und Quarzglas statt. Das Reaktionsprodukt ist ein sogenannter co-kontinuierlicher Metall-Keramik-Verbund (engl. Co-Continous Ceramic-Metal Composite (C⁴)), abgekürzt C⁴-Material, welches ein interpenetrierendes Netzwerk aus Al_2O_3 und Aluminium aufweist. [39]

Beim **RMP-Verfahren** wird Aluminium in eine dichte Mullitpreform ($Al_6Si_2O_{13}$) infiltriert. Bei Temperaturen über 900 °C erfolgt eine Redox-Reaktion zu einem Al_2O_3/AlSi Verbund, welcher eine ähnlich vernetzte Struktur wie durch den DIMOX-Prozess hergestellte Verbunde aufweist. [42]

Beim **Reaktionssintern** von gemahlenen Pulvermischungen, welche aus Aluminium, Metalloxiden und/oder elementaren Metallen bestehen, können Al_2O_3/Al Verbunde mit interpenetrierender Struktur erzeugt werden. Die Reaktion erfolgt während des Mahlens oder durch druckloses Sintern nach dem Mahlprozess. [41]

Tabelle 2.1 illustriert die Erstveröffentlichungen der jeweiligen in-situ-Verfahren und das Entwicklungsjahr sowie die damit hergestellten Materialsysteme und den metallischen Phasenanteil.

Tabelle 2.1 Übersicht der Erstveröffentlichungen der unterschiedlichen in-situ-Herstellungsverfahren von Metall-Keramik-Durchdringungsverbunden. Zusammenstellung entnommen aus [LP3].

Herstellprozess	Materialsystem	Metallgehalt	Autoren	Publikationsjahr
DIMOX	Al_2O_3/Al	bis 22 Vol.-%	Newkirk et al. [34]	1987
C^4	Al_2O_3/Al	35 Vol.-%	Breslin et al. [39]	1995
Reaktionssintern	Al_2O_3/Al-Leg.	10 - 50 Vol.-%	Claussen et al. [43]	1996
RMP	Al_2O_3/AlSi	35 Vol.-%	Loehman et al. [40]	1996

Da die Reaktionen exergon ablaufen, sind diese Verfahren unkompliziert in der Abwicklung [39]. Jedoch haben alle den Nachteil, dass sie lediglich für Materialkombinationen funktionieren, die thermodynamisch kompatibel sind. Dadurch ist die Materialauswahl bei der in-situ-Herstellung eines Durchdringungsverbunds sehr eingeschränkt [44]. Ein weiteres Problem ist die lange Produktionszeit. So können mit dem DIMOX-Verfahren zwar Verbunde mit hervorragenden mechanischen Eigenschaften hergestellt werden, allerdings liegt die Produktionsdauer bei 2 bis 3 Tagen, wodurch dieser Prozess wirtschaftlich unattraktiv wird [39].

2.2.2 Infiltrationsbasierte Herstellungsverfahren

Deutlich kürzere Prozesszeiten weisen Verfahren auf, welche über die Infiltration einer keramischen Preform hergestellt werden. Hierbei ist nahezu jede beliebige Materialkombination möglich, solange die Schmelzbereiche der beiden Phasen weit genug auseinander liegen und die Reaktionsfähigkeit an der Grenzfläche während der Infiltration beschränkt bleibt. Zusätzlich kann die Mikrostruktur beider Phasen besser kontrolliert werden, da die Herstellung der Komponenten separat erfolgt [33]. Der erste Schritt ist die Herstellung der offenporigen keramischen Preform, welche im zweiten Schritt mit der metallischen Phase infiltriert wird.

2.2.2.1 Preformherstellung

Die Mikrostruktur und der Aufbau der porösen Preform, zu denen die Porendichte, -verteilung sowie Poren- und Kanalgröße gehören, bestimmen die mechanischen Eigenschaften der keramischen Phase ebenso wie den Volumenanteil und die Geometrie der metallischen Phase im späteren Verbund. Aus diesem Grund hängen die Eigenschaften des Durchdringungsverbunds vorwiegend von der Struktur der keramischen Preform ab [45]. Dabei sind die Anforderungen an die Preform hoch. Die Grundvoraussetzung für eine erfolgreiche Infiltration der Metallschmelze ist ein offenes, vollständig zusammenhängendes Porennetzwerk. Geschlossene Poren im Schaum können von der Metallschmelze nicht ausgefüllt werden und beeinträchtigen daher die mechanischen Eigenschaften des Durchdringungsverbunds. Zudem haben die Porendichte und Porengröße des Schaums einen großen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften des Verbunds. Weiterhin sind homogen

verteilte Poren vorteilhaft, da so möglichst isotrope Materialeigenschaften geschaffen werden [45].

Von zahlreichen Prozessen zur Herstellung von porösen Keramiken sind nur wenige zur Produktion von offenzelligen Schäumen geeignet. Zudem variieren die Mikrostrukturen abhängig von der Herstellungsart bezüglich Porendichte und Porengröße sowie Dichtheit der keramischen Stege. Darüber hinaus werden auch die Infiltrierbarkeit und die mechanischen Eigenschaften beeinflusst. In Tabelle 2.2 sind die Herstellungsmöglichkeiten von porösen, offenzelligen, keramischen Preformen mit Angaben des Porositätsbereichs und der möglichen Porengröße aufgeführt. Dabei wurden in Bezug auf diese Arbeit nur Techniken betrachtet, mit welchen eine Porendichte von mehr als 50 Vol.-% erreicht werden kann.

Tabelle 2.2 Übersicht der unterschiedlichen Herstellprozesse keramischer Preformen, deren mögliche Porositätsspanne und Porendurchmesser. Die Zusammenstellung wurde aus [LP3] übernommen und ergänzt.

Herstellprozess	Porenvolumen	Porendurchmesser
Poröses Sintern	< 60 %	≤ Partikelgröße
Replikaverfahren	40 - 95 %	200 µm - 3 mm
Direktes Aufschäumen	40 - 97 %	35 µm - 1,2 mm
Platzhalterverfahren	15 - 90 %	≈ Platzhaltergröße
Freeze-Casting	15 - 85 %	20 - 30 µm
Additive Fertigung	ca. 5 – 90 %	> 100 µm

Beim **porösen Sintern** werden entweder grobe keramische Pulver versintert oder feinere Pulver nur angesintert, sodass ein poröses Netzwerk entsteht. Der Porengehalt sowie der Porendurchmesser hängen von der Partikelgröße und der Sintertemperatur ab, jedoch kann in der Regel nur ein Porengehalt von bis zu 60 Vol.-% erzielt werden. [30, 46]

Das **Replikaverfahren** wird als erstes Herstellungsverfahren für offenporige keramische Schäume bezeichnet. Im Jahre 1963 patentierten Schwartzwalder und Somers [47] das Verfahren zur Herstellung poröser Keramiken mithilfe von Polymerschäumen als Vorlage. Hierbei wird ein offenporiger polymerbasierter Schaum mit einer keramischen Suspension oder einem gelösten Precursor-Polymer imprägniert, sodass eine vollständige Beschichtung des porösen Körpers erzielt wird. Der offenporige Vorkörper kann dabei synthetischen oder natürlichen Ursprungs sein. Durch einen zweistufigen Prozess wird zuerst in einer Pyrolyse die polymerbasierte Vorlage ausgebrannt und die keramische Phase anschließend gesintert. Es entsteht ein keramisches Replikat des Vorkörpers. Bei der Pyrolyse werden allerdings häufig Risse erzeugt, was zu einer Verringerung der mechanischen Eigenschaften führt. Zudem entstehen Hohlräume in den Stegen, wo sich zuvor die polymerbasierte Vorform befand, welche das Material zusätzlich schwächen. [46]

Beim **direkten Aufschäumen** werden mithilfe verschiedener Verfahren Blasen in einer keramischen Suspension erzeugt. Je nach Verfahren werden der Suspension physikalische oder chemische Triebmittel, Bindemittel, Tenside, Dispergiermittel und andere Substanzen zugefügt. Die Blasenerzeugung kann durch Einblasprozesse oder turbulente Mischprozesse unter Wirkung oberflächenaktiver und blasenstabilisierender Substanzen wie der Tenside erfolgen, sowie durch gasproduzierende chemische Prozesse, bei denen die Blasen durch Polymerisation des in der keramischen Suspension enthaltenen Monomers stabilisiert werden. Letztere Methode wird als Gel-Casting bezeichnet. Eine weitere Methode zur Blasenerzeugung ist das Einbringen eines physikalischen Triebmittels wie CO_2 unter Druck

mit anschließendem Stabilisieren der keramischen Preform durch thermische Konsolidierung. Nach Blasenerzeugung und Stabilisierung des Schaums erfolgt der Sinterprozess des Grünkörpers. Da es viele verschiedene Methoden des Aufschäumens gibt, variieren die Eigenschaften und Mikrostruktur je nach Verfahren. Mit Ausnahme des gasproduzierenden chemischen Prozesses, bei dem das Polymergerüst vor dem Sintern herausgebrannt werden muss, entstehen bei Aufschäumverfahren in der Regel keine ungewollten Risse oder Hohlräume. Hiermit können, im Vergleich zum Replikaverfahren, deutlich höhere Festigkeiten erzielt werden. Nachteile dieses Verfahrens sind die geringe Kontrolle über die Porenbildung und die stark variierenden Größen der Poren, was in einer hohen Inhomogenität des Gefüges resultiert. [48, 49]

Als **Platzhalterverfahren** werden Prozesse bezeichnet, bei denen pyrolysierbare Partikel als Porenbildner in die keramische Suspension oder Pulvermischung gegeben werden, die vor dem Sinterprozess durch einen Pyrolyseschritt entfernt werden. Die entstehenden Poren in der Matrix entsprechen dabei der Größe und Form der ausgebrannten Partikel. Der Porengehalt und die Porengröße können bei dieser Herstellungsmethode über Menge und Art des Porenbildners beeinflusst werden. In experimentellen Untersuchungen wurde eine Vielzahl an Materialien als Porenbildner verwendet, darunter beispielsweise Stärke, Kurzfasern, Wachs, PVC oder alternativ zur Pyrolyse wasserlösliche Salze. Durch die hohe Anzahl an unterschiedlichen Porenbildern ist es möglich, Keramiken mit einem breiten Spektrum an Porenvolumen und -größe herzustellen. Um eine offenporige Struktur zu erzielen, muss allerdings ein Mindestanteil an Porenbildner verwendet werden. Dieser liegt, je nach Art und Verteilung des Porenbildners, bei 15 Vol.-% bis 30 Vol.-%. [30]

Ähnlich dem Replikaverfahren können auch hier Risse während der Pyrolyse entstehen. Dies kann durch die Verwendung von flüssigen Porenbildnern wie Wasser oder Öl reduziert bzw. verhindert werden. [46]

Das sogenannte **Freeze-Casting-Verfahren** ist ein Spezialfall des Platzhalterverfahrens und basiert auf der Sublimationsfähigkeit des Platzhalters. Hierfür wird eine Suspension aus Flüssigkeit und Keramikpartikeln (gerichtet) erstarrt, wodurch ein fester Formkörper entsteht. Aus der Flüssigkeit bilden sich (homogen im Gefüge verteilte) Eiskristalle, die zur Entmischung und Anreicherung an Keramikpartikeln in der flüssigen Phase führen. Durch Gefriertrocknen in Vakuum sublimiert die gefrorene Flüssigkeit und es bildet sich ein offenporiger Grünkörper, der durch einen Sinterprozess in die keramische Preform überführt wird. Die Poren entsprechen dabei der Form und Größe der Eiskristalle. [14]

Anders als beim Platzhalterverfahren, müssen beim Freeze-Casting die Porenbildner lediglich sublimiert werden, wodurch keine Materialschädigung entsteht. Das Besondere an dieser Technik ist, dass durch das gerichtete Eiskristallwachstum geordnete, lamellenförmige Poren hergestellt werden können. Der Porengehalt, die Porenverteilung und die Porengröße können über den Keramikgehalt der Suspension, die Keramikpartikelgröße und die Gefriertemperatur sowie -geschwindigkeit beeinflusst werden. [50]

Ein Verfahren, das gerade in den vergangenen zehn Jahren an Popularität gewann, ist die **additive Fertigung**, welche auch zur Herstellung keramischer Preformen genutzt werden kann. Dieses Verfahren wurde 2003 in einem roboterbasierten Ablegeprozess einer gelbasierten „Tinte“ erstmals von San Marchi et al. [51] zur Herstellung infiltrierbarer keramischer Preformen verwendet und kann bis hin zur keramikpartikelgefüllten additiv gefertigten Materialextrusion gefüllter Polymere (engl. Material Extrusion Additive Manufacturing with Highly-Filled Polymer (MEAM-HP)) übertragen werden, welche aus dem

Kunststoff-3D-Druck heraus entstanden ist, und von Potstada et al. [K5] zur Herstellung einer zirkonoxidbasierten Keramikpreform verwendet wurde.

2.2.2.2 Infiltrationsverfahren

Die Infiltration der Metallschmelze in eine offenporige keramische Preform kann entweder drucklos oder druckunterstützt erfolgen. Die größte Herausforderung stellt hierbei das schlechte Benetzungsverhalten der meisten Leichtbaulegierungen mit Keramiken dar, welches sich durch die hohe Reaktionsfähigkeit mit Sauerstoff und der daraus resultierenden Bildung einer Oxidschicht an der Oberfläche der Metallschmelze zusätzlich komplex gestaltet und eine zeitlich abhängige Komponente der Infiltrierbarkeit zur Folge hat (vergleiche Naka et al. [52] und Bao et al. [53]). Die Infiltration einer Aluminiumlegierung in eine aluminiumoxidbasierte keramische Preform ist daher nur unter bestimmten Bedingungen möglich. Bei der drucklosen Infiltration kann die Benetzung beispielsweise durch Erzeugung einer sauerstoffreduzierten Atmosphäre, die Zugabe von Stickstoff zur Bildung von AlN (vergleiche Aghajanian et al. [54] und Sercombe et al. [55]) und durch Verwendung einer magnesiumhaltigen Legierung erhöht werden (vergleiche Zhong et al. [56] oder Hashim [57]). Eine andere Möglichkeit, das schlechte Benetzungsverhalten gerade bei feinporigen Strukturen zwischen Keramiken und Metallen zu überwinden, ist das Erzeugen zusätzlicher Kräfte, welche der schlechten Benetzung entgegenwirken. Dabei kommen Verfahren in Frage, welche die Schmelze durch Unterdruck in die Preform bewegen (Vakuuminfiltration) oder durch äußere Kräfte auf die Schmelze wirken, wie die Fliehkraft bei Zentrifugalinfiltration, elektromagnetische Kräfte bei der Lorentzkraftinfiltration oder mechanische Vibrationen wie bei der Ultraschallinfiltration. Darüber hinaus werden druckunterstützte Infiltrationsprozesse verwendet, teilweise aus der Leichtmetallfertigung übernommen, wie die Druckgussinfiltration, das Squeeze-Casting oder die Gasdruckinfiltration. In Abbildung 2.2 wurde bereits die Übersicht der Herstellungsverfahren schematisch dargestellt. Eine ausführliche Zusammenfassung wird von Kota et al. [58] und Sree Manu et al. [38] gegeben, weshalb auf eine detailliertere Beschreibung der Verfahren an dieser Stelle verzichtet wird. Es sei dennoch in diesem Zusammenhang angemerkt, dass für die Durchdringungsverbundherstellung am häufigsten die Gasdruckinfiltration, die Vakuuminfiltration oder das Squeeze-Casting verwendet werden, wie auch das nachfolgende Unterkapitel anhand der Erscheinungshäufigkeit in der Literatur aufzeigt.

2.2.2.3 Herstellprozesse für Aluminium-Aluminiumoxid IMCCs

Nachfolgend wird ein zeitchronologischer Überblick über die Herstellung von Aluminium-Aluminiumoxid Durchdringungsverbunden ab den 1990er Jahren gegeben, wobei der Fokus auf der Entwicklung der verschiedenen Herstellprozesse für diese Materialkombination liegt.

1990 wurde eine Forschungsarbeit von Lange et al. [59] veröffentlicht, die eine neuartige Methode zur Herstellung von interpenetrierenden Keramik-Metall Strukturen beschrieb: Diese wurde durch Squeeze-Casting einer Aluminiumlegierung in eine, mittels Replikaverfahren hergestellte, Al_2O_3-Preform erzeugt. Obwohl das Replikaverfahren mittels Polyurethanschäumen bereits 1963 patentiert wurde, stellt die Arbeit von Lange et al. [59] die erste Anwendung dieses Verfahrens auf Durchdringungsverbunde dar. Ab Mitte der 1990er folgten Publikationen von Prielipp et al. [60], Skirl et al. [61] und Travitzky [62], die ebenfalls durch Sintern eine poröse Al_2O_3-Preform herstellten. Mittels gasdruckunterstützter Aluminiuminfiltration wurde von Prielipp et al. [60] ein Durchdringungsverbund mit 35 Vol.-% Metallgehalt und von Skirl et al. [61] mehrere Durchdringungsverbunde mit Metallanteilen zwischen 13 und 40 Vol.-% hergestellt. Travitzky [62] untersuchte in seiner Arbeit den Einfluss des Metallgehalts auf die mechanischen Eigenschaften des Durchdringungsverbunds und stellte dafür Al_2O_3/Al-Verbunde mit Metallanteilen von $12 - 34$ Vol.-% her. Bis zur

Jahrtausendwende wurden außerdem weitere in-situ-Herstellungsmethoden für Metall-Keramik-Verbunde entwickelt, die ähnlich wie das DIMOX-Verfahren über chemische Reaktionsprozesse eine interpenetrierende Mikrostruktur erzielen konnten. Das Interesse an Durchdringungsverbunden in den 90er Jahren fokussierte sich jedoch vorwiegend auf keramikdominierte Durchdringungsverbunde, wie auch Peng et al. [63] und San Marchi et al. [51] schlussfolgern.

Zur Jahrtausendwende veröffentlichten Peng et al. [63] ihre Arbeit zu einem experimentell hergestellten interpenetrierenden Al/Al_2O_3-Verbund, der einen Aluminiumgehalt von 94 Vol.-% aufwies und damit zu den metalldominierten Durchdringungsverbunden zählt. Der dafür notwendige hochporöse Keramikschaum wurde über das Replikaverfahren hergestellt, wobei die Vorlage über Aufschäumen einer Polyurethansuspension produziert wurde. Boczkowska et al. [64] stellten einige Jahre später ebenfalls Al/Al_2O_3-Durchdringungsverbunde mittels Replikaverfahren und druckunterstützter Infiltration her, wobei ein Metallgehalt bis zu 74,7 Vol.-% erzielt werden konnte. San Marchi et al. [51] verwendeten 2003 ein additives Fertigungsverfahren zur Preformherstellung, wodurch Porengehalt, -verteilung und -größe genau kontrolliert werden und ein nahezu isotropes Materialverhalten erzielt werden konnte. Diese Kontrolle über die Mikrostruktur stellte einen großen Vorteil gegenüber den bis dahin entwickelten Preformherstellungsmethoden dar, mit denen lediglich eine zufällige Porenverteilung erzielt werden konnte. Fukasawa et al. [50] entwickelten 2001 erstmals einen Aluminiumoxidschaum mittels Freeze-Casting, der eine gerichtete, lamellenförmige Porenstruktur aufwies. Ab Mitte der 2000er wurde Freeze-Casting auch zur Preformherstellung für Durchdringungsverbunde genutzt (vergleiche Mattern [65]). Weitere Beispiele für Durchdringungsverbunde, deren Preform mittels Freeze-Casting hergestellt wurde, sind die Arbeiten von Roy et al. [66] und Liu et al. [67]. In der Arbeit von Roy et al. [50] wurde ein interpenetrierender AlSi12/Al_2O_3-Verbund hergestellt, der einen Metallanteil von 57 Vol.-% aufwies. Mattern et al. [68] konnten mit Stärke als Porenbildner Porositäten bis zu 67 Vol.-% in der keramischen Preform erzielen. Roy et al. [69] nutzten im Jahr 2011 Zellulosefasern als Porenbildner und stellten damit AlSi12/Al_2O_3-Verbunde mit 69 Vol.-% Metallgehalt her. Scherm et al. [70] nutzten ebenfalls nach dem Platzhalterverfahren hergestellte Preformen und produzierten einen AlSi9Cu3/Al_2O_3-Durchdringungsverbund mit $52 - 55$ Vol.-% Metallgehalt mittels Druckguss. Binner et al. [31] konnten mit dem Gel-Casting-Verfahren einen AlMg/Al_2O_3-Durchdringungsverbund mit einem Metallgehalt von 80 Vol.-% herstellen. Ulrich [71] verwendete porenbildnerbasierte Preformen von Nagel et al. [72], wobei die aluminiumoxidbasierte Preform eine Porosität von 30 Vol.-% aufwies und über das Squeeze-Casting-Verfahren mit AlSi12 infiltriert wurde.

Nichtsdestotrotz wurden bisher durch keines der aufgelisteten Verfahren zur Herstellung von keramischen Preformen die Anforderungen zur Durchdringungsverbundherstellung vollständig erfüllt. So spielt die geringe Permeabilität, fehlende Homogenität und das Auftreten von Mikrorissen durch den Pyrolysevorgang bei den Platzhalterverfahren, verbleibende geschlossene Porosität bei der additiven Fertigung und dem direkten Aufschäumen, geringe mechanische Eigenschaften beim Replikaverfahren und die hohe Anisotropie beim Freeze-Casting-Verfahren eine ausschlaggebende Rolle [65]. Darüber hinaus haben hohe Produktionskosten bisher den flächendeckenden Einsatz von Metall-Keramik-Durchdringungsverbunden in industrieller Anwendung auf einzelne Nischen eingeschränkt oder wurden sogar durch kostengünstigere Verfahren und Materialsysteme ersetzt, welche den Ansprüchen der Anwendung hinreichend genügten (vergleiche Scherm et al. [70], bzw. die Anwendung von Muldenrandverstärkungen in Leichtmetallkolben von Nutzfahrzeugen, in Buschmann [73] und Schreer et al. [74]).

2.3 Mechanische Untersuchungen an IMCCs

Bei der Darstellung des Standes der Technik der elastischen und elastisch-plastischen Untersuchungen in der Literatur wird der Fokus zunächst auf die keramische Preform als Basismaterial des Verbundwerkstoffs gerichtet und anschließend auf die Durchdringungsverbundwerkstoffe und der spezifischen Werkstoffkombination der Metall-Keramik-Durchdringungsverbunde aus Aluminiumoxid und Aluminiumlegierungen gelenkt.

2.3.1 Mechanische Eigenschaften und Schädigungsmechanismen an keramischen Schäumen und Preformen

In den bereits genannten Quellen zur Herstellung keramischer Preformen wurden teilweise die mechanischen Eigenschaften untersucht. Auf diese wird nachfolgend besonders im Zusammenhang zwischen mikrostruktureller und mechanischer Eigenschaften eingegangen und – soweit von den Autoren angegeben – auch die Herstellungsroute mit einbezogen werden. Der nachfolgende Absatz wurde größtenteils aus der Zusammenstellung des Konferenzproceedings [75] von Schukraft et al. [K1] erstellt.

Hadi et al. [76] stellten einen keramischen Schaum mit einer Porosität von 80 – 83 Vol.-% und einer Porengröße von 14 ppi mittels Replikaverfahren her. Die Druckfestigkeit ihres Schaums erreichte 1,33 – 3,24 MPa. Prabhakaran et al. [77] verwendeten ein Porenbildnerverfahren für ihr Material mit 67 – 76,7 Vol.-% Porosität und einer bimodalen Porengrößenverteilung im Bereich von 20 µm und 200 – 800 µm. Sie erreichten eine Druckfestigkeit von 2,01 – 5,9 MPa für ihr Material. Vijayan et al. [78] untersuchten einen gefriergegossenen Schaum mit 70 Vol.-% Porosität, einer durchschnittlichen Porengröße von 13,24 µm und einer Druckfestigkeit von 39,6 MPa. Tallon et al. [79] analysierten Aluminiumoxidschäume, die mit Hilfe von stabilisierten Schlickern und dem Gel-Casting-Verfahren in einem variierenden Porositätsbereich zwischen 65 und 93 Vol.-% hergestellt wurden. Sie erreichten für kleine Porengrößen zwischen 100 und 150 µm eine Druckfestigkeit von 57,8 MPa bei einer Porosität von 63 Vol.-%. Für größere Poren um 300 µm ermittelten sie geringere Druckfestigkeiten. Diese Ergebnisse decken sich mit Acchar et al. [80], die im Vergleich zu einer 10 ppi Preform (0,8 MPa) eine etwa 1,5-fach höhere Biegefestigkeit für eine identisch hergestellte 40 ppi Replika-Preform (1,4 MPa) ermittelten. Colombo et al. [81] zeigen eine Abhängigkeit der mechanischen Festigkeit der Keramikschäume von der Porengröße. Für kleine Poren (8 µm) ermittelten sie eine zwei- bis fünfmal höhere Druckfestigkeit als für größere Poren (100 – 600 µm), bei einer ähnlichen Dichte der keramischen Stege: z.B. 19 MPa gegenüber 4 MPa bei einer Rohdichte von etwa $0{,}45\,\frac{\mathrm{g}}{\mathrm{cm}^3}$.

Eine Übersicht für die Druckfestigkeiten diverser keramischer Preformen unterschiedlicher Herstellrouten in Abhängigkeit der Art der Porosität und der relativen Dichte ist in Studart et al. [46] gegeben und gibt eine Einordung der Eigenschaften. Die relative Druckfestigkeit wurde aus der Druckfestigkeit der keramischen Preform und der Biegefestigkeit der entsprechenden monolithischen Keramik berechnet. In Abbildung 2.3 ist die Beschreibung der Druckfestigkeiten auf die für diese Arbeit relevante, Aluminiumoxid Druckfestigkeits-Ordinate reduziert.

Über die mechanischen Eigenschaften im Sinne von Kenngrößen, wie der Festigkeit hinaus, wird auch der aktuelle Stand der Wissenschaft hinsichtlich des Schädigungsmechanismus für keramische Schäume und Preformen mit in Betracht gezogen.

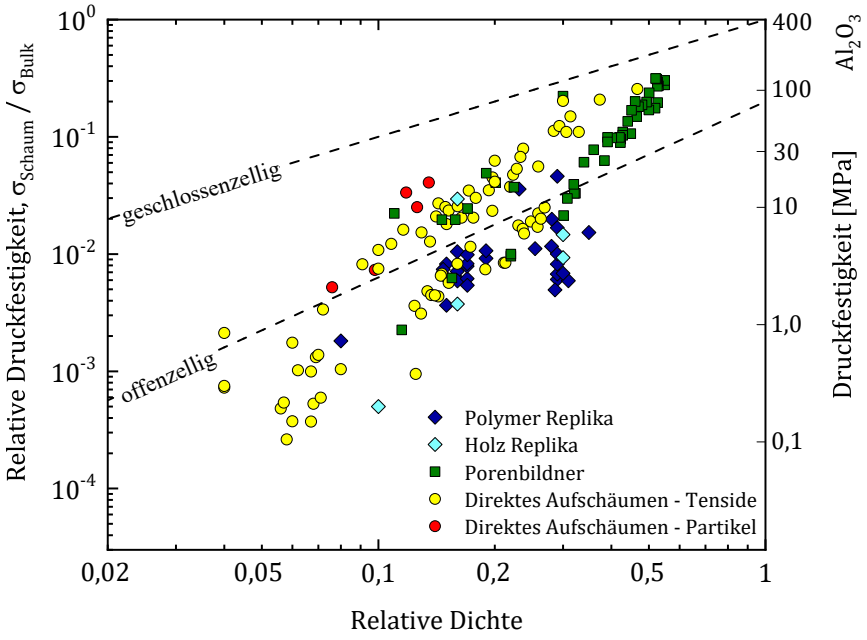


Abbildung 2.3 Übersicht der Druckfestigkeit diverser keramischer Preformen unterschiedlicher Herstellrouten aus Aluminiumoxid, nach [46].

Der Inhalt dieser Zusammenstellung in diesem Absatz wurde dabei vorwiegend aus Schukraft et al. [82] übernommen. Ashby [83] und Gibson [84] leiteten 1982/83 eine theoretische Grundlage für die Mechanik zellulärer Materialien in ihren grundlagenorientierten Studien ab. Unter Verwendung der Balken- (und Platten-) Theorie leiteten sie dimensionslose geschlossene Formbeziehungen zwischen der relativen Dichte eines Schaums und seiner mechanischen Eigenschaften ab. Die sich daraus ergebenden Gleichungen sind in der Lage, das experimentell ermittelte Verhalten von Schäumen für einen großen Bereich von Volumenanteilen zu beschreiben. Colombo et al. [81] zeigten, dass neben der scheinbaren Dichte von offenzelligen keramischen Schäumen auch die Porengröße für das mechanische Verhalten von Bedeutung ist. Sie untersuchten die Druckfestigkeit von mikro- und makrozellulären Schäumen mit dichten Streben und relativen Dichten zwischen $0{,}13 - 0{,}3$, sowie Porengrößen von 8 µm bzw. $100 - 600$ µm. Infolgedessen wiesen die mikrozellularen Schäume aufgrund der geringeren Wahrscheinlichkeit kritischer Fehler in den keramischen Stegen mit kleinerer Zellgröße wesentlich höhere Druckfestigkeiten auf (Faktor $3 - 4$). Der wichtige Aspekt von Fehlstellen oder Porosität in der Keramik wurde auch von Studart et al. [46] behandelt, die verschiedene Verarbeitungsmethoden für keramische Schäume (Replikaverfahren, Platzhalterverfahren und direktes Schäumen) im Hinblick auf die erzielbaren Mikrostrukturen und mechanischen Eigenschaften untersuchten.

Ein weiterer Schlüsselfaktor für das Schädigungsverhalten von Schäumen ist der Volumenanteil der Poren. Diesbezüglich untersuchten z.B. Meille et al. [85] poröse Aluminiumoxidkeramiken (30 Vol.-% und 75 Vol.-% Porosität) unter einachsigem Druck, die im Gel-Casting-Verfahren hergestellt wurden. Die Stadien der Schädigung und des Bruchs wurden in in-situ-Druckexperimenten mittels Röntgen-Computertomografie erfasst. Dabei wurde ein Wechsel des Schädigungsverhaltens von sprödem zu zellulärem Bruch für Schäume mit geringer bzw. hoher Porosität festgestellt.

2.3.2 Mechanische Untersuchungen an IMCCs

Die mechanischen Eigenschaften sowie das Gefüge des Verbundwerkstoffs werden hauptsächlich durch die keramische Preform bestimmt [45]. Für ein isotropes mechanisches Verhalten ist eine homogene Porenverteilung innerhalb der Keramik ohne eine geometrisch vorherrschende Richtung erforderlich [K1], [75].

Um einen Überblick über die Forschung zu verschiedenen Metall-Keramik-Durchdringungsverbunden auf Basis von Aluminium und Aluminiumoxid zu geben, sind diverse Veröffentlichungen in Tabelle 2.3 dargestellt. Soweit in den Veröffentlichungen angegeben, wird der Keramikgehalt, die Porengröße in der keramischen Phase, die Art der verwendeten Aluminiumlegierung, die uniaxialen Zug- und Druckfestigkeit und die Bruchdehnung aufgelistet. Die Daten in dieser Tabelle wurden größtenßteiles für die Veröffentlichung von Schukraft et al. [75] zusammengetragen. Darüber hinaus wurden in der hier abgebildeten Tabelle zur Vervollständigung Ergänzungen gemacht. Weitere Parameter wie die Dehnrate bei der Bestimmung der mechanischen Kenndaten wurden leider nur von vereinzelten Autoren angegeben, sodass in der Aufzählung der Tabelle gänzlich darauf verzichtet wurde.

Wie bereits im Kapitel 2.2 angemerkt, fokussieren sich die meisten Untersuchungen auf Durchdringungsverbunde mit einem dominierenden Keramikphasenanteil, sodass Durchdringungsverbunde mit einem überwiegend metallischen Phasenanteil noch ein deutliches Forschungspotential bieten. Dies wird in Tabelle 2.3 von der Tatsache unterstrichen, dass sowohl die Porengröße als auch der Metallgehalt in den aufgelisteten Durchdringungsverbunden stark variiert und damit ein Vergleich der Herstellungsmethoden in Bezug auf die mechanischen Eigenschaften nur eingeschränkt möglich ist. Über die mechanischen Kenngrößen der aus der Literatur bekannten Metall-Keramik-Durchdringungsverbunde hinaus wird auch auf das Schädigungsverhalten eingegangen, welches unter anderem mit in-situ-Versuchen beobachtet werden kann. Eine Auflistung des Stands der Forschung dazu findet sich im nachfolgenden Unterkapitel.

Tabelle 2.3 Übersicht über verschiedene aluminiumoxidbasierte Durchdringungsverbunde und deren experimentell bestimmte mechanische Kenndaten.

Preform Herstellung	Keramikanteil [%]	Porengröße [µm]	Metallische Phase	Porosität [%]	E-Modul [GPa]	Druckfestigkeit [MPa]	Zugfestigkeit [MPa]	Bruchdehnung [%]	Quelle
Hohlkugeln	-	-	AlSi7Mg0,3	-	-	bis zu 275	-	-	[86]
Direktes Aufschäumen	10	500	AlMg5	<1	-	320	-	0,09	[37]
Direktes Aufschäumen	15	50 - 200	AlMg (8 %)	-	-	420	-	5 – 22*	[87]
Platzhalterverfahren	18,8	-	AlSi12	-	-	-	220	-	[88]
Platzhalterverfahren	24,3	-	AlSi12	-	-	-	277	-	[88]
Direktes Aufschäumen	25	50 - 200	AlMg (8 %)	-	-	500	-	14 – 36*	[87]
Replikaverfahren	25,58	800 – 1.000	AlSi12CuMgNi	1,44	-	294	-	ca. 4	[89]
Replikaverfahren	28,52	450 - 550	AlSi12CuMgNi	1,6	-	317	-	ca. 4	[89]
Platzhalterverfahren	29,5	-	AlSi12	-	-	-	301,5	-	[88]
Replikaverfahren	30,57	300 - 450	AlSi12CuMgNi	0,57	-	341	-	ca. 4	[89]
Freeze Casting	32	-	AlSi12	-	-	25-300	-	6	[90]
Direktes Aufschäumen	35	50 - 200	AlMg (8 %)	-	-	600	-	1,8 – 6*	[87]
Freeze Casting/Platzhalterverfahren	35 - 40	-	AlSi12	-	-	500 - 900	-	0,01 - 10**	[91]
Platzhalterverfahren	41	-	AlSi12	-	-	-	294	-	[92]
Freeze Casting	43 ± 2	20 - 200	AlSi12	-	-	270 - 688 ± 67**	-	2,5 - 10	[66]
Platzhalterverfahren	45	2	AlSi9Cu3	-	155	-	380	0,39	[70]
Platzhalterverfahren	48	0,5	AlSi9Cu3	-	155	850	-	ca. 2	[70]
Platzhalterverfahren	48	0,5	AlSi9Cu3	-	167	-	407	0,53	[70]
Platzhalterverfahren	60	-	Al + 6-12 % Cu	-	-	bis zu 150	-	15	[93]
Platzhalterverfahren	60	1 - 5	AlCu (2 %)	-	-	150	-	15	[93]
In-situ-Verfahren	61-76	-	Al	< 6	-	200 - 480	-	-	[36]
Porös gesintert	66 - 88	0,2 - 0,5	Al	-	ca. 250	-	-	-	[62]
In-situ-Verfahren	70	-	Al	-	207	-	ca. 250	ca. 0,2	[94]
Additive Fertigung	70 ± 5	200 - 250	Al (99,99 %)	-	-	700	-	-	[51]

* Diese Tests wurden in einem SHPB-Hochgeschwindigkeitstest durchgeführt. ** Der geringste Wert wurde in einem 34°-Winkel zur Lamellenstruktur ermittelt. Der höchste Wert wurde in Lamellenrichtung erreicht.

2.3.3 In-situ-Versuche und Schädigungsdetektion an Durchdringungsverbunden

Zur Untersuchung der Schadensentwicklung in Verbundwerkstoffen werden verschiedene Methoden eingesetzt. Die Zusammenstellung dieses Unterkapitels beruht dabei vorwiegend auf den Vorarbeiten Schukraft et al. [95], Schukraft et al. [82] und Schukraft et al. [96]. Röntgen-Computertomographie (CT) basierte in-situ-Experimente wurden in den letzten zehn Jahren zu einer vielgewählten Methode der Materialuntersuchung, wie der Reviewbericht von Maire et al. [97] und der Artikel von Salvo et al. [98] zeigen. Vorteile der Methode sind die dreidimensionale Visualisierung von Rissen und dem Inneren des Materials (vergleiche Beckmann et al. [99]). Landis et al. [100] geben einen Einblick in den Hintergrund und die Möglichkeiten der monochromatischen Röntgenmikrotomographie. Es wurden verschiedene Studien zur 2D- und 3D-Rissdetektion durchgeführt, wobei eine Vielzahl von Ansätzen entstanden ist. Im Vergleich zu post-mortem- oder ex-situ-Untersuchungen kann bei in-situ-Versuchen die identische Probe für die Prüfung verwendet werden und es ist keine mechanische Entlastung erforderlich, da die Probe nicht für jede Untersuchung aus der Prüfeinheit entfernt werden muss [98]. Nachfolgend werden Beispiele aufgezeigt, die eine Übersicht über den Stand der Forschung dieser Methoden geben und deren jeweiliges Hauptaugenmerk der Untersuchungen herausstellen. Von einer exemplarischen Übersicht der Einsatzgebiete bis hin zu spezifischen Veröffentlichungen über den Einsatz bei Metall-Keramik-Durchdringungsverbunden zeigen diese den Stand der Forschung.

2.3.3.1 Untersuchungen von Verbundwerkstoffen bis zu Metall-Keramik-Durchddringungsverbunden

In-situ-Untersuchungen wurden in einem breiten Bereich von Werkstoffen eingesetzt, wie die folgenden Auszüge für **Verbundwerkstoffe** zeigen. Schulz et al. [101] untersuchten einen mit metallischem Glas verstärkten MMC mit 2D in-situ-Rasterelektronenmikroskopie (REM), Wegner et al. [102] nutzten die gleiche Untersuchungsmethode für einen interpenetrierenden MMC, Arif et al. [103] nutzten in-situ-REM und Mikro-Computertomographie an glasfaserverstärktem PA66, Aroush et al. [104] untersuchten die Schädigung in faserverstärkten Kunststoffen (unidirektionale Quarzfasern in Epoxid) mittels in-situ-CT.

Neben der Aufnahme von in-situ-Versuchsdaten spielt auch die Auswertung eine wichtige Rolle, besonders bei den dreidimensionalen Bilddatensätzen der computertomographischen Untersuchung. Hier wurden in der Literatur unterschiedliche Software und damit verbunden unterschiedliche Auswertungsansätze gewählt. **Metallbasierte Materialien** für die Rissdetektion wurden von Kastner et al. [105] untersucht, welche die 3D-Mikrostruktur von gegossenen Al-Legierungen analysierten. Für die Verarbeitung der Daten verwendeten sie lokale und globale Grauwertschwellenwerte, die von VGStudio MAX 2.0 bereitgestellt wurden. Für eine bestimmte Legierung (AlZn8Mg2Cu2) wendeten sie einen Wachstumsalgorithmus für die Segmentierung der Poren an. Kastner et al. [106] untersuchten eine thermomechanisch behandelte Mg-Legierung mit hochauflösender Röntgen-Computertomografie. Phasenübergang, Porositätszunahme und Risswachstum wurden unter Kompression bei Temperaturen zwischen 250 und 350 °C nachgewiesen. Die Datenverarbeitung wurde mit VGStudio MAX 2.2 durchgeführt.

Neben der Untersuchung metallischer Werkstoffe wurden in der Literatur **Metall-Keramische-Verbundschäume** auf ihre Schädigung untersucht. Berek et al. [107] untersuchten mit in-situ-Druckversuchen in einem Röntgen-Computertomographen die lokale Verformung und die korrelierte Phasenumwandlung in der metallischen Phase eines MMC-Schaums. Amsterdam et al. [108] untersuchten das Bruchverhalten eines Schaums, der aus recyceltem MMC-Material (AlSi9 mit 20 Vol.-% SiC-Partikeln) hergestellt wurde. Der

Bruch im Material zeigte sich bei den Untersuchungen an den eisenreichen, plättchenförmigen Ausscheidungen, die das Schädigungsverhalten dominierten, da sie sich über die gesamte Zellwanddicke erstrecken.

Aus der großen Bandbreite an Möglichkeiten, **Durchdringungsverbunde** aus verschiedenen Grundmaterialien zu kombinieren, werden im Folgenden exemplarische Studien vorgestellt, die sich mit dem Schädigungsverhalten bei mindestens einem der in dieser Arbeit verwendeten Materialgruppen befassen. Der Stand der Forschung wird ergänzt und es wird aufgezeigt, dass die in dieser Arbeit verwendeten Untersuchungsmethoden nicht nur für das verwendete Materialsystem, sondern auch die damit in Verbindung stehenden verwandten Materialien noch Forschungspotential und Neuheitscharakter aufweisen. Bei bisherigen Erkenntnissen ist das detailliere Schädigungsverhalten an vielen Stellen noch nicht ausreichend beschrieben worden:

Pezzotti et al. [109] untersuchten beispielsweise das Bruchverhalten eines Hydroxylapatit-Polymer-Durchdringungsverbunds und konzentrierten sich dabei sowohl auf makroskopische als auch auf mikroskopische Mechanismen, wie z.B. die Rissüberbrückung. Ehrenfried et al. [110] untersuchten einen abbaubaren Polymer-Keramik-Verbundwerkstoff, der aus Beta-Tricalciumphosphat und in-situ-polymerisiertem D,L-Lactid besteht. Zur Beschreibung des Versagens im Verbund wurden qualitative röntgenmikrotomographische Messungen durchgeführt. Es kam zur Rissinitiierung in der keramischen Phase und zur Rissüberbrückung in der duktilen Polymerphase. Im Endstadium des Versagens wurde eine Ablösung entlang der Grenzfläche beobachtet.

Y. Sun et al. [111] untersuchten einen Mg-basierten metallischen Glas/Titan-Durchdringungsverbund hinsichtlich seiner mechanischen Eigenschaften in Abhängigkeit vom Metallgehalt, der zwischen 30 Vol.-% und 70 Vol.-% Titan variierte. Die Druckfestigkeit verbesserte sich in Abhängigkeit vom Verhältnis zwischen Titan und metallischem Glas um bis zu 44 %. Der Bruch des Verbundwerkstoffs wurde mittels REM untersucht. Bei einem niedrigen Metallanteil von 30 Vol.-% wuchsen die Risse in der metallischen Glasmatrix axial zur Belastungsrichtung und führten zum Versagen. Bei höheren metallischen Glasvolumenverhältnissen bildeten sich lange Risse in 45° zur Belastungsrichtung und die spröden Eigenschaften des metallischen Glases wurden durch die duktilen Eigenschaften des Metalls gehemmt.

Für **Metall-Keramik-Durchdringungsverbunde** sind nur wenige Untersuchungen zum Schädigungsverhalten in der Literatur veröffentlicht worden. Die Materialkombinationen und Volumenanteile sowie die Untersuchungsziele und -methoden variieren stark zwischen den einzelnen Publikationen. Daher muss ein direkter Vergleich dieser Studien sorgfältig und unter Berücksichtigung der Rahmenbedingungen durchgeführt werden. Im Folgenden werden die Untersuchungen zum Stand der Technik in der Reihenfolge des steigenden Metallgehalts dargestellt:

L. Wang et al. [112] untersuchten einen SiC/Al-Durchdringungsverbund mit 20 Vol.-% Metallgehalt und konzentrierten sich auf die experimentelle und numerische Simulation von Drei-Punkt-Biegeproben. Es wurden in-situ-REM-Experimente durchgeführt, um die Oberflächenmikrostruktur des Verbundwerkstoffs während des Versagens zu untersuchen. Es bildeten sich Risse in der keramischen Phase und die Ausbreitung erfolgte durch Mikrorisse unter Erhöhung der inneren Energie. Die Mikrorisse vereinigten sich und es kam zur plastischen Verformung und zum Versagen der Aluminiumphase, während sich ein Primärriss bildete und die innere Energie um etwa 40 % sank. Der primäre Riss breitete sich

teilweise entlang der Grenzfläche aus und es wurde eine Rissüberbrückung durch die duktile Aluminiumphase beobachtet.

F.-C. Wang et al. [113] untersuchten einen ähnlichen SiC-basierten Durchdringungsverbund unter dynamischer Belastung mittels eines modifizierten, sogenannten „Split Hopkinsons Pressure Bar“ (vergleiche auch Chang et al. [87] in Tabelle 2.3). Das SiC-Skelett wurde mit Mikro-Computertomographie aufgenommen und ein 3D Finite-Elemente-Modell (FEM) wurde aus den Scan-Bildern rekonstruiert. Die Schadensentwicklung wurde untersucht und es wurden Doppelkegel unter einachsiger dynamischer Kompression gefunden. Dabei wurde Schadensakkumulation durch die Scherspannung dominiert und die Schadenszone erstreckte sich entlang der Richtung der maximalen Scherspannung. Es wurden nur einige wenige Mikrorisse in der Nähe der Hauptrisse erkannt, welche Probenfragmente bildeten. Das gleiche Materialsystem wurde von Li et al. [114] unter ähnlichen Belastungsbedingungen untersucht, wobei jedoch ein Grenzflächenmodell in die FE-Simulationen einbezogen wurde. Es wurde deutlich, dass die Risse hauptsächlich im SiC an der SiC/Al-Grenzfläche entstehen. Die Risse breiten sich in der keramischen Phase in Belastungsrichtung aus und wurden durch Grenzflächenablösungsmechanismen abgelenkt, bevor sie sich miteinander verbinden. Außerdem absorbierte die Al-Phase 30 % der Gesamtenergie durch plastische Verformung, aber nur 2 % ihrer Masse ging durch die Beschädigung verloren.

Pezzotti et al. [115] analysierten einen Al_2O_3/Al Durchdringungsverbund mit einem Aluminiumgehalt von 30 Vol.-%. Anhand von 3-Punkt-Bruchexperimenten untersuchten sie den zähigkeitssteigernden Mechanismus der metallischen Phase, d.h. die Rissüberbrückung. Eigenspannungen aus dem Infiltrationsprozess konnten bestimmt werden und wurden von der Gesamtspannung bei kritischer äußerer Belastung abgezogen, um die Nettobrückenspannung zu bestimmen. Diese lagen um eine Größenordnung über dem Effekt der Rissüberbrückungsspannung in monolithischem Aluminiumoxid.

Ein Al_2O_3/Al(Si)-Durchdringungsverbund wurde von Vecchina et al. [116] auf seine mechanischen Eigenschaften untersucht und diese werden mit der Mikrostruktur des Verbundwerkstoffs korreliert. Der C⁴-Durchdringungsverbund besteht aus 63 Vol.-% Keramik und 37 Vol.-% Metall. Das Mikrogefüge zeigt im Inneren eine sich gegenseitig durchdringende Struktur. Nur an der Probenoberfläche waren die Phasen homogen verteilt und von der Oberfläche zum Zentrum hin entwickelte das Aluminium eine säulenartige Struktur. Die Bruchflächenanalyse der mechanischen Zugversuche zeigte die Spaltung der spröden Keramik durch Risse und Grübchen im duktilen Metall. Die plastische Verformung der metallischen Phase zeigte, dass die Keramik zur Steifigkeit und Widerstandsfähigkeit des Verbundwerkstoffs beitrug. Gleichzeitig stützte das Aluminium den Verbundwerkstoff nach dem Versagen der keramischen Phase.

Scherm et al. [70] untersuchten einen AlSi9Cu3/Al_2O_3-Durchdringungsverbund mit Metallanteilen von 52 Vol.-% bis 55 Vol.-%. Sie untersuchten das Risswachstum unter Druck- und Zugbedingungen mit ex-situ-REM-Untersuchungen der Rissoberflächen. Bei einem Keramikgehalt von fast 50 Vol.-% war nahezu keine makroskopische plastische Verformung sichtbar. Im Zugversuch trat eine Bruchebene senkrecht zur aufgebrachten Last auf. Unter Druck scherte die Probe in 45° zur Belastungsrichtung. Mikroskopisch war die plastische Verformung in der metallischen Phase in Form von Grübchen mit einem Durchmesser von $1 - 4$ µm sichtbar. Es entstand eine abgeplatzte Struktur mit Furchen aus Keramikpartikeln, die zwischen die beiden gebrochenen Hälften rutschten. Es wurde eine starke Grenzflächenhaftung festgestellt, da keine Ablösung auftrat – auch nicht in plastisch verformten Bereichen.

Agrawal et al. [117] untersuchten zwei Metall-Keramik-Durchdringungsverbunde auf der Basis von Kupfer und Aluminium mit einer keramischen Phase aus Aluminiumoxid. Der Versagensmechanismus wurde in Drei-Punkt-Biegeversuchen in einem in-situ-ESEM Aufbau (Niedrigvakuum-Rasterelektronenmikroskop, engl. Environmental Scanning Electron Microscopy (ESEM)), sowie durch numerische Modellierung untersucht. Die Unterschiede zwischen den Materialkombinationen bei der Rissausbreitung wurden unter Berücksichtigung der thermischen Eigenspannung ermittelt. Für den Al_2O_3/Cu-Durchdringungsverbund breitete sich der Riss innerhalb der Kupferphase aus, da hohe thermische Zugeigenspannungen in der metallischen Phase mit 30 %-igem Volumenanteil gemessen wurden. Für den Al/Al_2O_3-Durchdringungsverbund mit 70 % metallischem Volumenanteil breiteten sich die Risse innerhalb der keramischen Phase aus, da die thermische Eigenspannung geringer war.

Roy et al. [69] untersuchten die interne Lastübertragung unter Zug und Druck in einem Durchdringungsverbund. Sie verwendeten eine Aluminiumoxid-Preform, die mit Hilfe eines Platzhalterverfahrens hergestellt und mit AlSi12 durch einen Squeeze-Casting Prozess infiltriert wurde. Die Lastübertragung fand von der nachgiebigeren auf die steifere (Silizium- und Aluminiumoxid-) Phase statt. In dem AlSi12/Al_2O_3-Durchdringungsverbund mit 40 Vol.-% keramischem Anteil war die Spannung in der Aluminiumoxidphase unter Zug und Druck etwa doppelt so hoch wie in der Aluminiumphase [69]. Die Aluminiumphase nahm nur die Hälfte der aufgebrachten Spannung auf, wobei der Wert aufgrund der Plastizität zeitlich abnahm [118]. Zwei weitere Studien zu in-situ-Untersuchungen der internen Lastübertragung eines lamellaren Metall-Keramik-Verbunds finden sich in Roy et al. [92, 119]. Roy et al. [91] untersuchten die Auswirkung der Phasenarchitektur auf die mechanischen Eigenschaften und zeigten für verschiedene Morphologien (Preformen nach dem Platzhalterverfahren und lamellare Preform durch Gefriergießen hergestellt), dass eine anisotrope Verstärkung stattfindet, indem bis zu 90 % der aufgebrachten Spannung von der Aluminiumoxidphase getragen wurde.

Zhou et al. [120] untersuchten das Bruchverhalten eines Al/Al_2O_3-TiC Durchdringungsverbunds mittels in-situ-REM-Untersuchung. Die keramische Preform mit ca. 83 Vol.-% Porosität wurde mittels Gasdruckinfiltration mit reinem Aluminium und der Legierung Al 2024 infiltriert. Das Material zeigte ein sprödes Versagen senkrecht zur Belastungsrichtung. Die Bruchfläche zeigte sowohl kritisches Rissversagen innerhalb der keramischen Phase als auch eine Verformung der metallischen Phase. Als vorherrschende Versagensart wurde Rissbildung in der keramischen Phase festgestellt. Die Keramik versagte aufgrund ihrer relativ geringen Festigkeit oder aufgrund einer Überbeanspruchung unter Zug. Der Bruch wurde durch plastische Verformung in der Aluminiumphase überbrückt, wodurch die Zähigkeit des Verbundwerkstoffs deutlich erhöht wurde.

2.3.3.2 Digitale Volumenkorrelation

Im Vergleich zur allgemeinen Schädigungsuntersuchung an Durchdringungsverbunden, wurde die Methodik der digitalen Volumenkorrelation (DVC) zur Untersuchung der dreidimensionalen Dehnungsbestimmung sowie Schädigungsdetektion – nach bestem Wissen und Gewissen des Verfassers – außerhalb der veröffentlichten Publikationen, im Rahmen des Forschungsprojektes, das dieser Arbeit zugrunde liegt, in der Literatur noch nicht durchgeführt. Deshalb werden in diesem Unterkapitel für den Stand der Forschung Veröffentlichungen herangezogen, welche sich mit DVC an Verbundwerkstoffen im Allgemeinen beschäftigen.

Die Anwendung und Methodik von DVC wird von Buljac et al. [121] im Allgemeinen zusammengefasst und verschiedene Anwendungen werden von Hild et al. [122] geschildert. Madi et al. [123, 124] entwickelten maßgebliche Erweiterungen der Methode, welche zur Kommerzialisierung und Einbindung in die Software Avizo von ThermoScientific, Waltham, USA führten.

Konkrete Anwendungen der Methodik an Verbundwerkstoffen finden sich in der Literatur von Saucedo-Mora et al. [125], welche einen SiC/SiC-CMC untersuchten. Sie verwendeten einen Intensitätsschwellenwert, um die Porosität vom Material in der Avizo-Software zu trennen, da der Kontrast zwischen dem Material und den Poren ausreichend hoch ist. Bei der Zugprüfung war es nicht möglich, Schäden in der Mikrostruktur mit einer Auflösung von 17,5 bzw. 1,75 µm aufzulösen. Die Risserkennung wurde von den Autoren nicht im Detail beschrieben. Die Risslage wurde durch Auswertung des Dehnungsfeldes in der Probe während der mechanischen Prüfung mittels digitaler Volumenkorrelation (DVC) bestimmt. Wegen der geringen Wandstärke der Bauteile wurde die Software LaVision DaVis mit anisotropen Untersuchungsteilmengen für die DVC-Auswertung verwendet. Die Größe der Teilmengen betrug 128 x 128 x 256 Voxel. Als Referenz wurde der unbelastete Probenscan verwendet. Der Fehler in der Verschiebungsgröße ist mit 8,5 µm angegeben (siehe auch Vertyagina et al. [126]).

Polygranularer Graphit wurde von Marrow et al. [127] mittels in-situ-Röntgen- sowie Neutronenbeugung und DVC-Auswertung untersucht, um die Dehnungen innerhalb der mechanisch belasteten Probe zu bestimmen. In ihrer Studie wurde kein Phasenseparationsalgorithmus verwendet, um die Porosität zu trennen. Für die DVC-Auswertung wurde die LaVision DaVis-Software mit einer Teilmenge von 256 x 256 x 256 Voxeln verwendet. Das Referenztomogramm wurde mit einer Vorlast von 10 N aufgenommen.

Losch et al. [128] untersuchten einen MMC-Schaum auf der Basis von mit Magnesiumoxid teilstabilisierten Zirkonoxidpartikeln und einem rostfreien Cr-Mn-Ni TRIP-Stahl. In-situ-CT-Experimente wurden mittels digitaler Volumenkorrelation (DVC) ausgewertet. Das lokale Versagen wurde aus dem Verformungsfeld abgeleitet und mit der geschädigten Mikrostruktur korreliert.

2.4 Thermische und thermo-mechanische Untersuchungen an IMCCs

In diesem Kapitel werden die thermischen Eigenschaften, inklusive dem Einfluss von Wärmebehandlungen auf das Gefüge und die mechanischen Eigenschaften sowie die thermo-mechanischen Eigenschaften an Durchdringungsverbunden dargestellt.

2.4.1 Wärmebehandlung von Durchdringungsverbunden mit ausscheidungshärtbaren intermetallischen Phasen

Die Literaturzusammenstellung in diesem Unterkapitel wurde auf Basis von [BA1] erstellt und entsprechend ergänzt. Die Ausscheidungshärtung von Aluminiumlegierungen wurde 1906 von Alfred Wilm an der AlCuMnMg-Legierung entdeckt [17]. Die Voraussetzungen, dass die möglichen Ausscheidungen mit zunehmender Temperatur eine zunehmende Randlöslichkeit im α-Aluminiummischkristall aufweisen, sind in AlSi10Mg gegeben und wurden ausführlich erforscht (vergleiche Ostermann [129]). Im System AlSiMg sind neben den Hauptphasen des α-Aluminiummischkristalls und den Primärsiliziumausscheidungen die Sekundärphasen β-AlFeSi, α-AlFeSiMg und Mg_2Si zu finden [130]. Für die Härtesteigerung sind vornehmlich die Mg_2Si Ausscheidungen und deren Modifikationen (β‘ – teilkohärent und β‘‘ – kohärent) verantwortlich [131], welche durch eine Wärmebehandlung „T6“ nach DIN EN

1706 [132] im α-Aluminiummischkristall gebildet werden. Cai et al. [133] und Larrayoz Izcara et al. [131] setzten sich intensiv mit dem experimentellen Nachweis sowie mit der Simulation der Ausscheidungsbildung auseinander und verwendeten Methoden bis hin zur hochauflösenden Transelektronenmikroskopie (TEM), um die Ausscheidungen im Nanometerbereich nachzuweisen und deren Entwicklung durch beispielsweise Überalterung zu verfolgen.

In einem AlSi10Mg-basierten Verbundwerkstoff mit metallischen Glasplättchen aus $Ni_{60}Ni_{20}Ta_{20}$ wurde die T6-Wärmebehandlung von Lichtenberg et al. [134] untersucht. Die Festigkeit des Verbunds unter uniaxialer Druckbelastung ist durch die Wärmebehandlung entlang der Partikelrichtung von 408 MPa vor der Wärmebehandlung auf 427 MPa nach der Behandlung gestiegen. Senkrecht zur Partikelrichtung stieg die dargestellte Maximalspannung um 19 %, von ca. 310 MPa auf ca. 370 MPa. Die Untersuchungen an der unverstärkten AlSi10Mg-Vergleichslegierung zeigten Steigerungen in der dargestellten Maximalspannung um 75 %, von ca. 200 MPa auf ca. 350 MPa. In der Morphologie der Legierung zeigten sich Sekundärausscheidungen in der Nähe der metallischen Glasplättchen in der Größenordnung von ca. 10 µm. Vergleichswerte aus anderen Quellen geben unter uniaxialem Zug für die AlSi10Mg-Legierung Festigkeiten von 180 – 193 MPa in unbehandeltem Zustand und nach einer T6-Wärmebehandlung Festigkeiten zwischen 260 und 365 MPa an (vergleiche Zygula et al. [135], Cai et al. [133] und Kempen et al. [136]).

2.4.2 Thermische Untersuchungen von IMCCs

Die Kombination zweier sich gegenseitig durchdringender Phasen in einem Verbundwerkstoff wirft eine Reihe wissenschaftlicher Fragen hinsichtlich der temperaturabhängigen Eigenschaften, des Aufbaus von Eigenspannungen während der Herstellung und der thermischen Wechselbeanspruchung sowie des Einflusses der möglichen Restporosität auf. Die Inhalte dieses Unterkapitels basieren auf dem Stand der Forschung von Schukraft et al. [137] und Schukraft et al. [138].

Da Keramiken eine deutlich geringere thermische Ausdehnung als Leichtmetalle haben, ist der Wärmeausdehnungskoeffizient (engl. Coefficient of Thermal Expansion (CTE)) in Durchdringungsverbunden deutlich geringer als für ein rein metallisches Bauteil [139]. Dies beeinflusst auch die Eigenspannungsverteilung bei der Herstellung und in einer Umgebung wechselnder Temperaturen, wie sie im Betrieb vorzufinden ist. Roy et al. untersuchten dies in einer Reihe von Veröffentlichungen sehr intensiv [69, 91, 92, 118, 119], worauf bereits in Kapitel 2.3.3 eingegangen wurde. Im Allgemeinen bauen sich in Metall-Keramik-Verbunden nach Delannay [140] in der metallischen Phase Zugeigenspannungen und in der keramischen Phase Druckeigenspannungen auf.

Ein damit eng zusammenhängender Effekt in Metallmatrix-Verbundwerkstoffen, der auch für den Durchdringungsverbund dieser Arbeit relevant ist, ist die Mikrorissbildung und ihre Auswirkungen auf den Elastizitätsmodul. Bei Messungen mit resonanter Ultraschallspektroskopie über ein Temperaturprofil mit konstanter Temperaturänderung entwickeln die Legierungen PbTe und PbS mit SiC-Nanopartikeln eine Hysterese. Diese tritt beim Beaufschlagen einer wechselnden Temperatur im Vergleich von Heiz- und Kühlzyklen bei der Maximaltemperatur nahe dem Schmelzpunkt auf. Sie ist auf Mikrorisse zurückzuführen, welche bei hoher Temperatur ausheilen können, wenn das Metall plastifiziert und sich wieder öffnen, wenn das Material abgekühlt wird [140]. Ein ähnlicher Effekt wurde von Castillo-Hernandez et al. [141] an Mg_2Si- und Mg_2Sn-Proben gezeigt, die mit der Resonanzfrequenz-Dämpfungsanalyse (engl. Resonant Frequency Damping Analysis (RFDA)) bei einer Temperatur von bis zu 410 °C mit einer Aufheiz- und Abkühlrate von $5\,\frac{\mathrm{K}}{\mathrm{min}}$

und einer Verweilzeit von 30 min untersucht wurden. Alle untersuchten Proben weisen eine lineare Abnahme der elastischen Eigenschaften mit steigender Temperatur auf. Nach Erreichen der Verweilzeit kam es zu einem geringen Anstieg des Elastizitätsmoduls < 1 %, was zu einer Hysterese führte. Nach Balch et al. [142] sollte hierfür zur Überprüfung untersucht werden, ob nach dem thermischen Zyklus bei Raumtemperatur der Ausgangswert für den Elastizitätsmodul wieder erreicht wird.

Das Auftreten eines Peaks in der CTE-Kurve ist während des ersten Aufheizzyklus in mehreren Veröffentlichungen zu finden. Verschiedene Autoren berücksichtigen diesen, wie auch die Diskussion der CTE-Abkühlkurven in den meisten Studien, nicht. Nur wenige Autoren stellen mögliche Erklärungsansätze vor (vergleiche z.B. Huber et al. [143]). Über den ersten Zyklus hinaus werden Experimente zur Wärmeausdehnung von Durchdringungsverbunden von Balch et al. [142], Skirl et al. [61] und Roy et al. [144] durchgeführt. Die typischen Aufheizkurven ab dem zweiten Zyklus zeigen einen starken linearen Anstieg der Dehnung bis zu einer Übergangstemperatur ab der das Metall plastifiziert. Hier flacht die Kurve ab. Als Grund hierfür wird angenommen, dass das Metall an diesem Übergang durch plastische Verformbarkeit beginnt in Hohlräume zu fließen, welche durch eine unvollständige Infiltration entstanden sind. Die dadurch verursachte Spannungsentlastung erklärt die im Anschluss auftretende, deutlich geringere Steigung der Temperatur-Dehnungs-Kurve.

Ab diesem „Plastifizierungspunkt“ trägt die metallische Phase nicht mehr zur Wärmeausdehnung bei, da sie im Gegensatz zur keramischen Preform fließen kann. Experimente wurden an einer mit Aluminium infiltrierten SiC-Preform durchgeführt [142]. Derselbe Effekt wurde von Skirl et al. [61] für Aluminium-Aluminiumoxid-Durchdringungsverbunde nachgewiesen. Außerdem zeigten sie, dass aufgrund dieses Verhaltens der differentielle CTE, also die Ableitung der Dehnung nach der Temperatur ($\frac{dL}{L_0}\frac{d}{dT}$), einen ähnlichen Effekt aufweist. Bei einem Verbundwerkstoff mit einem Aluminiumgehalt von 65 Vol.-% steigt der CTE in der ersten Phase von $1{,}3{\cdot}10^{-5}\,\frac{1}{\mathrm{K}}$ auf einen Spitzenwert von $1{,}6{\cdot}10^{-5}\,\frac{1}{\mathrm{K}}$ bei etwa 300 °C, bevor er bei etwa 450 °C auf Werte zwischen $7{\cdot}10^{-6}\,\frac{1}{\mathrm{K}}$ und $9{\cdot}10^{-6}\,\frac{1}{\mathrm{K}}$ abfällt [61]. Roy et al. [144] untersuchten Durchdringungsverbunde mit 34 Vol.-% bis 60 Vol.-% Keramikanteil. Die thermische Belastung und der CTE wurden in einem Temperaturbereich zwischen Raumtemperatur und 500 °C bei einer Aufheizrate von $5\,\frac{\mathrm{K}}{\mathrm{min}}$ untersucht. Die Durchdringungsverbunde wiesen eine herstellungsbedingte thermische Anisotropie auf, welche in direktem Zusammenhang mit dem elastischen Verhalten steht. Die thermische Ausdehnung nahm mit zunehmendem Keramikanteil ab. Für alle aus der Literatur vorliegenden und bis hierher genannten Studien wurde der Zusammenhang zwischen der thermischen Ausdehnung nur von Raumtemperatur bis zu einer definierten Maximaltemperatur untersucht. Bei wiederholten Heizzyklen wurde eine Abnahme der Eigenspannung in den Verbundwerkstoffen beobachtet. Das Verhalten bei unterschiedlichen Maximaltemperaturen und die damit zusammenhängenden physikalischen Phänomene, die hinter der Veränderung des CTE mit der Temperatur stehen, wurden das erste Mal im Rahmen des Forschungsprojektes, das dieser Arbeit zugrunde liegt, untersucht (siehe Schukraft et al. [137]) und werden in den Ergebnissen vorgestellt. Auch die Kombination von Dilatometerexperimenten mit Untersuchungen auf den Einfluss des Elastizitätsmoduls wurde darüber hinaus noch nicht untersucht.

Aus numerischer Perspektive wurden Untersuchungen von Shen et al. [145] und Sharma et al. [146] an SiC/Al-Durchdringungsverbunden durchgeführt, wobei der Keramikgehalt $>$

55 Vol.-% betrug. Dabei wurde die These aufgestellt, dass Poren in der metallischen Phase zur Aufheiz-Abkühl-Hysterese der thermischen Ausdehnung beitragen.

Die Sammlung der wissenschaftlichen Veröffentlichungen zu den thermischen Eigenschaften von Metall-Keramik-Durchdringungsverbunden zeigt, dass es noch offene Fragen zu den Mechanismen hinter den beobachteten Phänomenen gibt, die nur teilweise oder gar nicht beantwortet wurden. Die genannten Studien haben beispielsweise die Bedeutung des Keramikanteils für das Wärmeausdehnungsverhalten des Metall-Keramik-Durchdringungsverbunds gezeigt. Allerdings wurden Durchdringungsverbunde mit Al_2O_3-Anteilen < 40 Vol.-% wie auch in anderen Bereichen der Werkstoffcharakterisierung bisher nicht untersucht.

2.4.3 Thermo-mechanische Untersuchungen von IMCCs

Die thermo-mechanische Ermüdung (engl. Thermo-Mechanical Fatigue (TMF)) spielt besonders in der Entwicklung von Bauteilen eine Rolle, die einer thermischen Wechselbeanspruchung unterliegen, welche mit einer (äußeren) mechanischen Belastung überlagert wird. Hierzu zählen beispielsweise Formgedächtnislegierungen, welche als Aktormaterialien gegen mechanische Vibrationen eingesetzt werden (vergleiche Hornbogen [147]), Strukturbauteile in der Luft- und Raumfahrt (vergleiche Huang et al. [148] und Valle et al. [149]), wie auch die bisherige Anwendung in klassischen Verbrennungsmotoren der Automobilität (vergleiche Floweday et al. [150]).

Die Entwicklung verschiedener Modelle zur Vorhersage der Lebensdauer wurde in der Wissenschaft bereits in den Fokus der Entwicklung gestellt und ist im wachsenden Vollständigkeitsanspruch der Beschreibung vorliegender Mechanismen immer noch Gegenstand der Forschung. Sie sind durch das Zusammenspiel der verschiedenen Mechanismen jedoch auch beliebig komplex gestaltbar. Analytische Modelle zur Lebensdauervorhersage wurden von Ostergren [151] und Smith-Watson-Topper (vergleiche beispielsweise in Fash et al. [152] und Weinacht et al. [153]) erarbeitet. Komplexere Modelle, wie das von Sehitoglu [154], welche die Betrachtung einzelner Phänomene wie die Oxidation, Ermüdung und Kriechen berücksichtigen, beziehen sich auf bis zu 20 Parameter, was die vorausgehende Analyse sehr aufwändig und umfangreich gestaltet, aber auch die höchste Vorhersagekraft bietet (vergleiche Minichmayr et al. [155]).

Auch in der Durchführung der Prüfung schlägt sich dieser Entwicklungsprozess nieder, wie verschiedene Normentwürfe, Codes of Practice zur TMF-Prüfung und noch junge Normen zeigen (European Code of Practice [156], Code of Practice for Force-Controlled Thermo-Mechanical Fatigue Testing [157], ASTM E 2368 [158] und ISO 12111 [159]) . Eine endgültige Einigung über die Durchführung hat hierbei jedoch noch nicht stattgefunden. Sie ist durch die Vielzahl der möglichen Parameter, Anwendungsfälle und Untersuchungsziele schwierig zusammenzufassen und daher weiterhin in der Entwicklung (vergleiche beispielsweise Palmer et al. [160]). Zu den wichtigsten Parametern zählen hierbei der Phasenzusammenhang zwischen mechanischer und thermischer Belastung. Überlagern sich die thermische und mechanische Dehnung, spricht man von „In-Phase“ Versuchen. Wird die thermische Dehnung durch die mechanische anteilig oder vollständig behindert spricht man von „Out-of-Phase“ Versuchen. Letzteres führt zur maximalen Belastung des Werkstoffes und damit zur geringsten Lebensdauer (vergleiche Ulrich [71]). Es finden innerhalb eines Zyklus unterschiedliche Prozesse im Material statt, welche von Riedler [161] grafisch überarbeitet wurden und aus Löhe et al. [162] stammen. Das schematische Diagramm (siehe Abbildung 2.4) ist mit wichtigen Mechanismen, welche innerhalb eines Zyklus beim Aufheizen und

wieder Abkühlen im belasteten Material auftreten, entlang der Hysteresekurve aufgetragen. Oben links und rechts ist der Temperaturbereich der jeweiligen Hystereseseite angegeben.

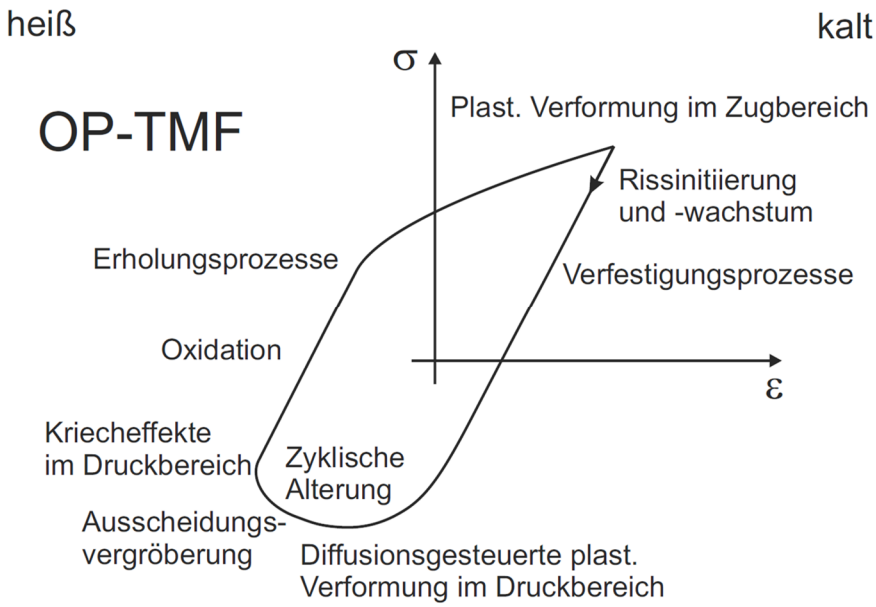


Abbildung 2.4 Versuchsführung der Out-of-Phase TMF-Untersuchungen im Spannungs-Dehnungsdiagramm dargestellt. Nach [162] dargestellt von [161].

Aufgrund der Vielzahl an Parametern und der bisher nur gering beforschten Gruppe der Durchdringungsverbunde unter thermo-mechanischer Ermüdung ist es schwierig, einen direkten Vergleich mit der Literatur herzustellen. Nichtsdestotrotz werden im Nachfolgenden wissenschaftliche Arbeiten zusammengefasst, welche den Stand der Forschung in Bezug auf die thermo-mechanische Ermüdung bestmöglichst abbilden und so nahe wie möglich an Metall-Keramik-Durchdringungsverbunden auf Basis einer (AlSi10Mg-)Aluminiumlegierung und Aluminiumoxid liegen.

Als erstes wird dazu auf die unverstärkte Aluminiumlegierung eingegangen, zu der bereits wichtige wissenschaftliche Erkenntnisse in der Literatur erarbeitet wurden.

Flaig [163] untersuchte die AlSi10Mg-Legierung und erstellte eine Wöhlerkurve für die Lebensdauer bei isothermer Ermüdung, vergleichen mit thermo-mechanischer Ermüdung. Dabei bestätigte er, dass die thermo-mechanische Belastung deutlich höher ist und eine bis zu zwei Größenordnungen geringere Lastspielzahl bis zum Bruch getragen werden kann. Die größten Zugspannungen bei Out-of Phase TMF-Versuchen treten hierbei bei der Minimaltemperatur auf (vergleiche rechte Seite in Abbildung 2.4). Durch die mögliche Relaxation der Druckspannungen bei der Maximaltemperatur wandern die Hysteresekurven immer weiter in den Zugbereich und die Mittelspannung verschiebt sich [164]. Laut Flaig [163] stellt sich für Out-of-Phase TMF-Versuche der Spannungszustand deshalb innerhalb weniger Zyklen von selbst ein, sodass diese Versuchsart relativ unempfindlich gegen eine unterschiedliche Mittelspannung ist.

Henne [165] und Flaig [163] haben für die AlSi10Mg-Legierung ein wechselentfestigendes Verhalten festgestellt, das auf die Vergröberung der metastabilen Ausscheidungen zurückzuführen ist. Hierbei ist die Entfestigung von der Maximaltemperatur und der Haltezeit bei der Maximaltemperatur abhängig.

Langmayr et al. [166] stellten fest, dass überalterte Legierungen eine höhere Lebenszeit aufweisen, da dort die entstehende, kritische Spannung sehr schnell durch Plastizität

abgebaut werden kann. Ausgehärtete Legierungen (T6) beziehungsweise Legierungen im Herstellungszustand halten diese Spannungen länger im Gefüge, woraus sich eine kritische Versagensspannung entwickeln kann und damit das frühere Versagen eintritt.

Beck et al. [167], Beck et al. [168] und Merzkirch [169] untersuchten ebenfalls eine AlSi10Mg-Legierung mittels TMF unter Out-of-Phase Bedingungen zwischen 50 °C als untere Temperatur und 250 °C als Maximaltemperatur. Hierbei stellten sie fest, dass sich nach ca. 100 Zyklen erste Risse in der Probe in den eutektischen Phasen oder deren Grenzfläche zum α-Aluminium bildeten. Im weiteren Verlauf stellten sie, wie auch Henne [165] in seiner Arbeit, fest, dass starke Deformationen an der Probenoberfläche einsetzen, welche nach ihren Schlussfolgerungen sowohl auf die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten, den E-Modul als auch die Festigkeitswerte zurückzuführen sind. Eine weitere auffällige Beobachtung ist, dass das Primärsilizium frei von Rissbildung ist, vom Risswachstum umgangen wird und deshalb keine Risse im Silizium zu finden sind.

Harnischmacher untersuchte in seiner Arbeit [164] die Schädigung und Lebensdauer von Aluminium-Gusslegierungen für thermo-mechanisch hochbeanspruchte Motorbauteile. Hierbei wurde die AlSi10Mg-Legierung im ausgehärteten (T6), leicht überalterten (T7) und vollständig überalterten Zustand untersucht und der Einfluss von Kerbwirkung, Haltezeit während des ersten Zyklus und Einfluss des Materialzustands auf die Lebensdauer, bzw. die Anrisslastspielzahl quantitativ ermittelt. Wesentliche Erkenntnisse der Arbeit sind, dass die Proben im überalterten Zustand eine deutlich höhere Anrisslastspielzahl hatten als die T6- und T7-Proben. Eine Haltezeit im ersten Zyklus hatte einen verkürzenden Einfluss auf die Lebensdauer, genauso wie die Unterbrechung der TMF-Zyklen nach 10 bzw. 100 Zyklen von T6- und T7-Proben mit anschließender Überalterung. Der Unterschied zwischen den Zyklen war hierbei von geringer Bedeutung, da die Anrissbildung in den Proben im höherfesten Zustand für das schließliche Versagen ausschlaggebend ist.

Neben der metallischen Phase spielt auch die keramische Phase für den Schädigungsverlauf eine Rolle. Auf die Eigenschaften von keramisch verstärkten keramischen Werkstoffen (CMCs) wird an dieser Stelle jedoch nicht weiter eingegangen. Im Hinblick auf die dort tragenden Versagensmechanismen finden sich umfassende Informationen zum thermo-mechanischen Ermüdungsverhalten beispielsweise in Li et al. [170].

In den nachfolgenden Veröffentlichungen werden Aluminium-Aluminiumoxid-MMCs betrachtet, um den Stand der Forschung in diesem Unterbereich abzubilden und ein Verständnis für Versagensmechanismen und Unterschiede in Bezug auf die Verstärkungsphase hervorzuheben. Schließlich wird in einer letzten Veröffentlichung auf eine wissenschaftliche Arbeit eingegangen, die sich bereits mit Durchdringungsverbunden auf Basis von Aluminium und Aluminiumoxid auseinandergesetzt hat.

Klaska et al. [171] untersuchten die thermische Ermüdung einer Aluminiumoxid partikelverstärkten Aluminiumlegierung AW-6061 (AlMg1SiCu) mit 15 Vol.-% und 22 Vol.-% Al_2O_3-Partikel. Die Maximaltemperatur der Versuche wurde zwischen 300 und 500 °C variiert. Bei der Schädigung wurden zum einen Grenzflächenablösungen zwischen den Partikeln und der Matrix und zum anderen intergranulares Risswachstum in der Aluminiumlegierung festgestellt. Die lokale mechanische Schädigungseinwirkung und wärmeausdehnungsbedingte Unterschiede zwischen den Phasen führten zur lokalen Schädigungseinleitung. Zudem konnte eine Überalterung in der Legierung festgestellt werden. Im Vergleich zur unverstärkten Legierung, wo Phänomene über die gesamten Probenvolumina auftraten, war die lokale Schädigungsakkumulation vorwiegend für das Versagen der verstärkten Proben verantwortlich.

Neben der thermischen Ermüdung untersuchten Klaska et al. [172] in einer weiteren Studie den Einfluss thermo-mechanischer Ermüdung auf den mit 15 Vol.-% verstärkten Al_2O_3-Partikel-MMC. Hierbei stellten sie fest, dass sowohl die unverstärkte Aluminiumlegierung als auch der MMC während der zyklischen Belastung entfestigten. Die Lebensdauer bei vergleichbarer mechanischer und thermischer Belastung fiel bei der unverstärkten Legierung höher aus. Eigenspannungsanalysen zeigten, dass geringe axiale Zugeigenspannungen in der Matrix für eine Maximaltemperatur von 300 °C auftreten. Für höhere Temperaturen ergibt sich kein klarer Trend, es sind jedoch Druckeigenspannungen in radialer Richtung für zunehmende Zyklenzahlen in der Matrix zu erkennen. Außerdem lässt sich für die makroskopischen Zusammenhänge festhalten, dass bei steigender Maximaltemperatur höhere plastische Dehnungsamplituden mit sinkenden Maximalspannungen zu beobachten sind.

Hartmann [173] untersuchte in seiner Dissertation den Einfluss der Matrix und der Form der Verstärkungen in Metallmatrix-Verbundwerkstoffen auf deren zyklisches Verformungsverhalten. Dabei standen drei Werkstoffsysteme im Mittelpunkt: Eine AA6061 (AlMg1SiCu) Legierung mit 20 Vol.-% Aluminiumoxidpartikeln im ausgehärteten Zustand (T6), dieselbe Legierung mit 20 Vol.-% Saffil-Fasern und ein technisch reines Aluminium, ebenfalls mit 20 Vol.-% Saffil-Fasern. Er stellte fest, dass die Festigkeit und die Spannungsamplitude im Wechselverformungsversuch unter erhöhten Temperaturen abnahm. Die anfänglich auftretende zyklische Verfestigung verringerte sich und zyklische Entfestigung durch Überalterungsprozesse bei den MMCs mit ausscheidungsgehärteten Matrixwerkstoffen setzte ein. In Abhängigkeit der maximalen Spannungsamplitude zeigte die partikelverstärkte Legierung die höchste Lebensdauer für Temperaturen von -100, sowie 300 °C, gefolgt von der faserverstärkten Legierung und schließlich dem faserverstärkten Aluminium. Geringe Schädigungsbildung in den faserverstärkten Werkstoffen führte deshalb dazu, dass diese schneller versagen.

Ulrich untersuchte in seiner Arbeit [71] Metall-Matrix Verbundwerkstoffe auf Basis der AlSi12-Legierung und dabei unter anderem einen Durchdringungsverbund mit 30 Vol.-% Aluminiumoxidverstärkung [71]. In der „Out-of-Phase“ Belastung wurde sowohl für die AlSi12-Legierung, wie auch den Durchdringungsverbund ein entfestigendes Verhalten festgestellt. Eine Gestaltänderung der Hysteresenform vor Bruch der Probe konnte nicht beobachtet werden. Für die Temperaturspannen 50 … 350 als auch 50 … 400 °C konnte bereits im ersten Zyklus ein Überschreiten der maximalen Festigkeit für den Durchdringungsverbund beobachtet werden, welche die weiteren Hysteresezyklen zu höheren Zugspannungen verschob. Die reine AlSi12-Legierung hingegen nahm in ihrem Zugspannungsanteil vor Versagen ab und zeigte eine deutliche Aufweitung der Hystereseschleifen im Vergleich zum Durchdringungsverbund. Ulrich stellte darüber hinaus fest, dass neben der in den Versuchen vorgegebenen Totaldehnungsamplitude die Maximalspannung lebensdauerbestimmend war. Eigenspannungen spielten in TMF-Versuchen, im Gegensatz zu isothermen Versuchen, laut Ulrich eine untergeordnetere Rolle, da sie sich in jedem Zyklus während dem Aufheizen und Abkühlen ab- bzw. aufbauten. Die kritische Spannung, welche zum mikroskopischen Anriss in der Probe führte, entwickelte sich nach seinen Untersuchungen schnell zu einem makroskopischen Riss, der dann innerhalb weniger Lastwechsel zum Versagen der Probe führte.

2.5 Selbstheilungspotential in metallbasierten Materialien und Verbundwerkstoffen

Diese Zusammenstellung des Standes der Forschung wurde maßgeblich auf Grundlage des Konferenzbeitrags „Approaches on Self-Healing of an Interpenetrating Metal-Ceramic Composite“ [K6] zusammengestellt, diese wurde darüber hinaus in einem Konferenzproceeding veröffentlicht und findet sich in Schukraft et al. [174].

Auf der Grundlage des biologischen Modells der Selbstheilungsfähigkeit lebender Organismen wurde ein neues Feld an Möglichkeiten eröffnet. Dadurch lässt sich die Lebensdauer von Werkstoffen verlängern. Um die Jahrtausendwende wurde dieses Konzept auch auf Verbundwerkstoffe übertragen (vergleiche Dry et al. [175] und White et al. [176]). Im letzten Jahrzehnt fand es zunehmendes Interesse, wie Grabowski et al. [177] schilderten und die steigende Anzahl an Veröffentlichungen zeigt. Die allgemeine Definition der Selbstheilung als „die Fähigkeit eines Materials, sich ohne äußere Eingriffe automatisch und selbständig zu heilen“, trifft auf technisch hergestellte Materialien oft nicht zu. Daher wird von Ghosh et al. [178] eine Unterscheidung zwischen autonomer und nicht-autonomer Selbstheilung definiert. Speziell für Polymere wurden bereits viele Ansätze untersucht und selbst autonome Selbstheilungsansätze haben Erfolge gezeigt. Dies macht sie für industrielle Anwendungen sehr interessant [179, 180], auch wenn der Einsatz als Strukturwerkstoff durch die niedrigere mechanische Festigkeit in vielen technischen Bauteilen bisher noch verhindert wurde [181].

Um eine Heilung von beschädigten Metallen zu erreichen, sind verglichen mit Polymeren deutlich größere Aktivierungsenergien notwendig [181]. Diese können durch externe Auslöser in Form von thermischer oder elektrischer Energie eingebracht werden [182], um die starke atomare Bindung und die damit verbundene Diffusionsbeschränkung in der Anwendungsumgebung zu überwinden [183].

In unteralterten Legierungen beispielsweise, kann die Heilung von Fehlern im Nanometerbereich durch zeitweise Temperaturerhöhung erreicht werden, welche die Diffusion gelöster Atome aktiviert und dadurch zur Bildung von Ausscheidungen im Riss führt [177]. Ein weiterer Ansatz für Rissheilung in makroskopischer Größenordnung ist das Einbringen von Keramikkapseln in die „Metallmatrix“, die ein niedrig schmelzendes Metall enthalten. Bei einer Beschädigung bricht die keramische Hülle und das darin enthaltene Metall fließt bei Erhitzen über seine Schmelztemperatur in den entstandenen Riss [184]. Dies wurde von Lucci et al. experimentell untersucht [185]. Auch die elektro(-chemische) Heilung kann für Metalle genutzt werden, wie Ferguson et al. [186] feststellten. Auch Formgedächtniskomponenten werden für einen Selbstheilungsansatz bei Metallen in Betracht gezogen (vergleiche Grabowski et al. [177]).

Bei Verbundwerkstoffen gibt es aufgrund der komplexeren Struktur zum jetzigen Stand der Forschung deutlich weniger Ansätze der Selbstheilung. In Anbetracht der höheren Kosten und der oft aufwändigen Herstellung ist die Selbstheilung bei Verbundwerkstoffen jedoch noch vorteilhafter als bei herkömmlichen Materialien. Selbstheilungsmethoden, die zur Heilung von Verbundwerkstoffen entwickelt wurden, sind nicht zu verwechseln mit Konzepten, welche die Herstellung spezieller Verbundwerkstoffe erfordern, um eine Selbstheilung zu ermöglichen.

Die bestehenden Selbstheilungskonzepte zur Heilung von Verbundwerkstoffen höherer Ordnung (2-2, bzw. 3-2, vergleiche Newnham et al. [15]) beschränken sich in der Literatur bisher vorwiegend auf polymere Verbundwerkstoffe, z. B. zur Verhinderung von

Delaminationsversagen bei kohlefaserverstärktem Kunststoff [181]. Nach Aussagen von Grabowski et al. [177] steckt die Erforschung von Selbstheilungsstrategien für Metalle noch in den Kinderschuhen. Für Metall-Keramik-Durchdringungsverbunde ist kaum ein Wissensstand vorhanden und die Thematik weitestgehend Neuland, weshalb Untersuchungen zur Erschließung des Themengebietes erforderlich sind.

2.6 Fazit für Durchdringungsverbunde

Die Zusammenfassung des Stands der Forschung in Bezug auf die **Entwicklung und Herstellung von Durchdringungsverbunden** zeigt, dass Durchdringungsverbunde überwiegend mit einem Metallgehalt von unter 50 Vol.-% hergestellt wurden und Durchdringungsverbunde mit höheren Metallgehalten kaum beforscht sind. Darüber hinaus haben für die bisher untersuchten Herstellungsverfahren hohe Produktionskosten oder mangelnde mikrostrukturelle Eigenschaften in der keramischen Preform, wie geringe Permeabilität, fehlende Homogenität oder verbleibende geschlossene Porosität den industriellen Einsatz verwehrt.

Daraus ergeben sich wichtige wissenschaftliche Fragestellungen für den Metall-Keramik-Durchdringungsverbund mit einem Metallgehalt von ca. 74 %, die in dieser Arbeit beantwortet werden: Sind die mikrostrukturellen Eigenschaften der in dieser Arbeit verwendeten keramischen Preform in Bezug auf die Infiltrierbarkeit geeignet? Welche resultierenden Gefüge-Eigenschaftsbeziehungen ergeben sich für den Durchdringungsverbund?, und: Wie verhält sich dieser im Vergleich zu anderen Durchdringungsverbunden?

Die Zusammenfassung des Stands der Forschung zu den **in-situ-Versuchen und der Schädigungsdetektion an Durchdringungsverbunden** – im Besonderen der DVC-Untersuchungen – zeigt, dass für Metall-Keramik-Durchdringungsverbunde mit dominantem Metallanteil bisher nur wenige Beiträge zum Schädigungsverhalten veröffentlicht worden sind. Da Metall-Keramik-Durchdringungsverbunde eine komplexe Mikrostruktur aufweisen, ist eine 3D-Untersuchung der Schädigung relevant und bisher nicht zufriedenstellend geklärt. Nach bestem Wissen des Autors sind die Arbeiten von F.-C. Wang et al. [113] und Li et al. [114] die einzigen Studien, die einen Metall-Keramik-Durchdringungsverbund dreidimensional untersuchten. Allerdings hat das von diesen Autoren untersuchte Materialsystem einen deutlich geringen metallischen Volumenanteil von ca. 20 % und wurde unter dynamischen Belastungsbedingungen getestet. Im Stand der Forschung bleibt ein großer Bereich an offenen Fragen rund um den Schadenseintritt und -verlauf bei Metall-Keramik-Durchdringungsverbunden mit hohen Metallanteilen (> 70 Vol.-%) unter quasistatischer Belastung. Diese offenen Forschungsfragen werden ebenfalls in dieser Arbeit beantwortet.

In Bezug auf die **Wärmebehandlung** zeigt der Stand der Forschung, dass es Untersuchungen zu AlSi10Mg-basierten Verbundwerkstoffen gibt, jedoch Untersuchungen an Durchdringungsverbunden bisher nicht durchgeführt wurden. Daraus ergibt sich die wissenschaftliche Fragestellung, inwieweit eine Eigenschaftssteigerung in einem Durchdringungsverbund durch Wärmebehandlung der metallischen Phase erzielt werden kann.

Der Stand der Forschung für die **thermischen Untersuchungen** zeigt, dass Durchdringungsverbunde mit Al_2O_3-Anteilen < 40 Vol.-% bisher nicht Teil der Forschung waren. Diesbezüglich sind wichtige Zusammenhänge auf den Einfluss der thermischen Eigenschaften zu klären, wie beispielsweise: Nach welchen Regeln setzen sich die resultierenden thermischen Eigenschaften aus den Komponenten des Durchdringungsverbunds zusammen?, oder: Wie wirkt sich das Zusammenspiel der

Komponenten auf die Mikrostruktur und die Gefüge-Eigenschaftsbeziehungen des Durchdringungsverbunds aus?

Die Zusammenfassung des Stands der Forschung der **thermo-mechanischen Untersuchungen** zeigt, dass bisher ausschließlich ein Metall-Keramik-Durchdringungsverbund auf thermo-mechanische Ermüdung untersucht wurde. Zusammen mit den Erkenntnissen aus den Untersuchungen an Aluminiumlegierung und im speziellen der AlSi10Mg-Legierung stellt sich die Forschungsfrage, inwieweit die Schädigungsphänomene auf den in dieser Arbeit untersuchten Durchdringungsverbund übertragbar sind und wie sich die Mikrostruktur auf die Lebensdauer auswirkt.

Das **Selbstheilungspotential** für Durchdringungsverbunde ist bisher nicht wissenschaftlich untersucht, weshalb unterschiedliche Forschungsansätze in dieser Arbeit untersucht werden, um das Heilungs- und Selbstheilungspotential des Durchdringungsverbunds zu bestimmen und die wissenschaftliche Frage zu beantworte: Ist Heilung und Selbstheilung an Durchdringungsverbunden möglich?

3 Materialsystem und Probenpräparation

3.1 Materialsystem und Herstellung

Neben den bereits in der Literatur vorgestellten Metall-Keramik-Durchdringungsverbunden, die auf unterschiedlichsten Preform-Materialien beruhen und herstellungsbedingt eine Bandbreite an mechanischen Eigenschaften aufweisen (vergleiche Kapitel 2.1.3, 2.3.1 und 2.3.2), fokussiert sich diese Arbeit auf ein Herstellungsverfahren mit einer besonders wirtschaftlichen keramischen Preform. Diese hat zum Ziel, eine homogene und isotrope Mikrostruktur aufzuweisen, was sich auch in den mechanischen Eigenschaften widerspiegeln sollte. In den nachfolgenden beiden Unterkapiteln wird deshalb genauer auf die Herstellung des Ausgangsmaterials für die Untersuchungen dieser Arbeit eingegangen.

3.1.1 Keramische Preform

Die keramische Preform wurde durch einen mechanischen Schäumungsprozess eines stabilisierten Aluminiumoxid-Schlickers mit Additiven bei der Firma Morgan Advanced Materials Haldenwanger GmbH hergestellt, die ein Patent auf dem Herstellungsverfahren hält [187]. Eine gezielte Prozessführung lässt dabei einen einstellbaren Schäumungsgrad und damit die gezielte Morphologie der Porosität im flüssigen Schaum zu. Der Grünkörper verbleibt hierbei in seiner aufgeschäumten Struktur und kann nach dem abgeschlossenen Trocknungsprozess gesintert werden. Zurück bleibt ein sehr feinporiger, keramischer Aluminiumoxidschaum mit einer Reinheit größer als 98 %. Zusatzstoffe, welche für die Herstellung verwendet werden, sind organische Bindemittel und Abbinde-Beschleuniger, Dispergiermittel, sowie ein anorganisches hydraulisches Bindemittel. Die keramische Preform wurde für diese Arbeit von der Firma Morgan Advanced Materials Haldenwanger GmbH zur Verfügung gestellt und hat laut Herstellerangaben eine offene Porosität von ca. 75 Vol.-%. Weitere Details können der Patentschrift entnommen werden [187].

3.1.2 Metall-Keramik-Durchdringungsverbund

Zur Herstellung des Metall-Keramik-Durchdringungsverbunds wurde eine Gasdruckinfiltrationsanlage verwendet, deren Aufbau schematische in Abbildung 3.1 dargestellt ist. Die keramische Preform wurde auf ein quaderförmiges Maß von ca. $65\ x\ 65\ x\ 20\ \mathrm{mm}^3$ vorgetrennt und in einen mit Bornitrid beschichteten Tiegel gelegt. Das Bornitrid vom Typ HeBoCoat 401E der Firma Henze Boron Nitride Products AG, Lauben, Deutschland, wurde dazu großflächig im Tiegel aufgetragen und die Lösemittel nach einem einstündigen Trockenprozess bei Raumtemperatur an atmosphärischer Luft bei 400 °C für weitere 30 min im Ofen ausgebrannt. Auf die keramische Preform wurde mit keramischen Abstandshaltern ein Gewicht aus Stahl gelegt, um das Aufschwimmen der Preform auf der Aluminiumschmelze zu verhindern. Schließlich wurden in den Tiegel Barren der Aluminiumlegierung AlSi10Mg (EN AC-43.000, [132]) der Metallgiesserei Wilhelm Funke GmbH & Co. KG, Alfeld, Deutschland gelegt, deren Volumen nach dem Erschmelzen den Tiegel mindestens einen Zentimeter über die keramische Preform füllen. Der gesamte Tiegel wurde in die Gasdruckinfiltrationsanlage gestellt (siehe Abbildung 3.1) und der Prozessraum, nach Verschluss der Anlage, auf einen Restdruck von $6 \cdot 10^{-2}$ mbar evakuiert. Anschließend wurde der Prozessraum mit einer induktiven Heizspule aus einem innengekühlten Kupferrohr und einer Graphitröhre, mit ca. $5\,\frac{\mathrm{K}}{\mathrm{min}}$ auf die Zieltemperatur von 700 °C geheizt.

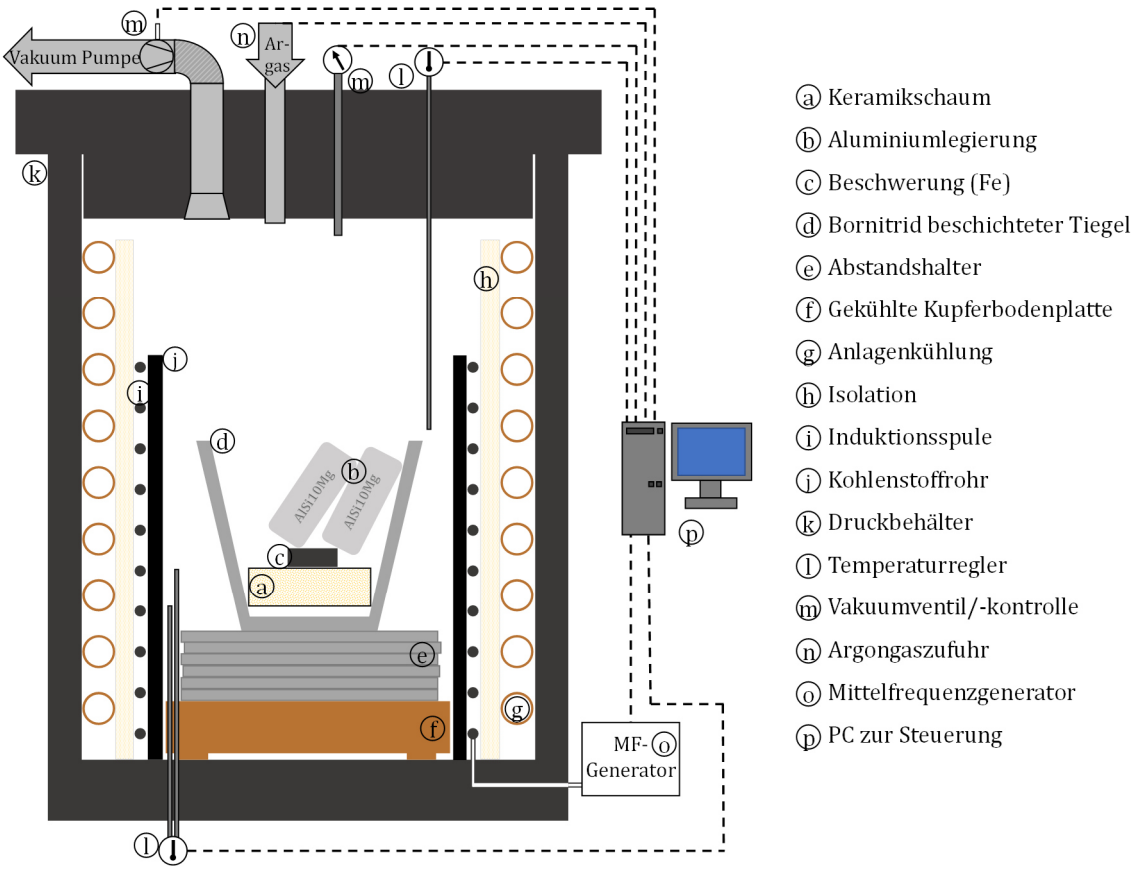


Abbildung 3.1 Schematische Darstellung der Gasdruckinfiltrationsanlage, nach [188].

Der Vakuumwert wurde während des Aufheizens ab ca. 415 °C überwacht und ab einem Grenzwert von $2 \cdot 10^{-1}$ mbar wurde der Heizprozess pausiert, bis die untere Vakuumschwelle von $1{,}5 \cdot 10^{-1}$ mbar wieder erreicht wurde. Die Umgebungsatmosphäre der keramischen Preform hatte während des Aufschmelzens also mindestens einen Vakuumwert von $2 \cdot 10^{-1}$ mbar. Durch eine Haltezeit von 2 h an der Maximaltemperatur konnte gewährleistet werden, dass die Aluminiumlegierung vollständig aufgeschmolzen ist und die keramische Preform mit einem Schmelzebad umgibt. Durch die schlechte Benetzung der Aluminiumschmelze und der feinporigen Aluminiumoxidpreform dringt die Schmelze hierbei noch nicht in das Innere der Preform ein (vergleiche Bao et al. [53]). Auf die geschlossene Schmelzenoberfläche wurde Argongas vom Typ 5.0, der Firma Linde, Pullach, Deutschland, gegeben und durch den Gasdruck die Schmelze in die evakuierte Porosität der keramischen Preform infiltriert. Um zu gewährleisten, dass die filigranen Stege der keramischen Preform während der Infiltration nicht zerstört werden, wurde zuerst mit einem Infiltrationsdruck von 40 bar gearbeitet. Wie anschließende mikroskopische Untersuchungen zeigten, blieb die keramische Preform vom Infiltrationsdruck unbeschädigt. Um möglichen Infiltrationsfehlern, wie der Restporosität, entgegenzuwirken (vergleiche Basista et al. [189]), wurde der Infiltrationsdruck auf 60 bar erhöht. Nach einer Haltezeit von 10 min wurde die Anlage passiv auf Raumtemperatur abgekühlt, wobei die Datenaufzeichnung nach Überhitzen des Außenbehälters der Anlage stoppte (vergleiche Abbildung 3.2). Waagrechte Linien in der Heizkurve zeigen Haltezeiten, die notwendig waren, um den überschrittenen Vakuumgrenzwert wieder zu erreichen (siehe Abbildung 3.2).

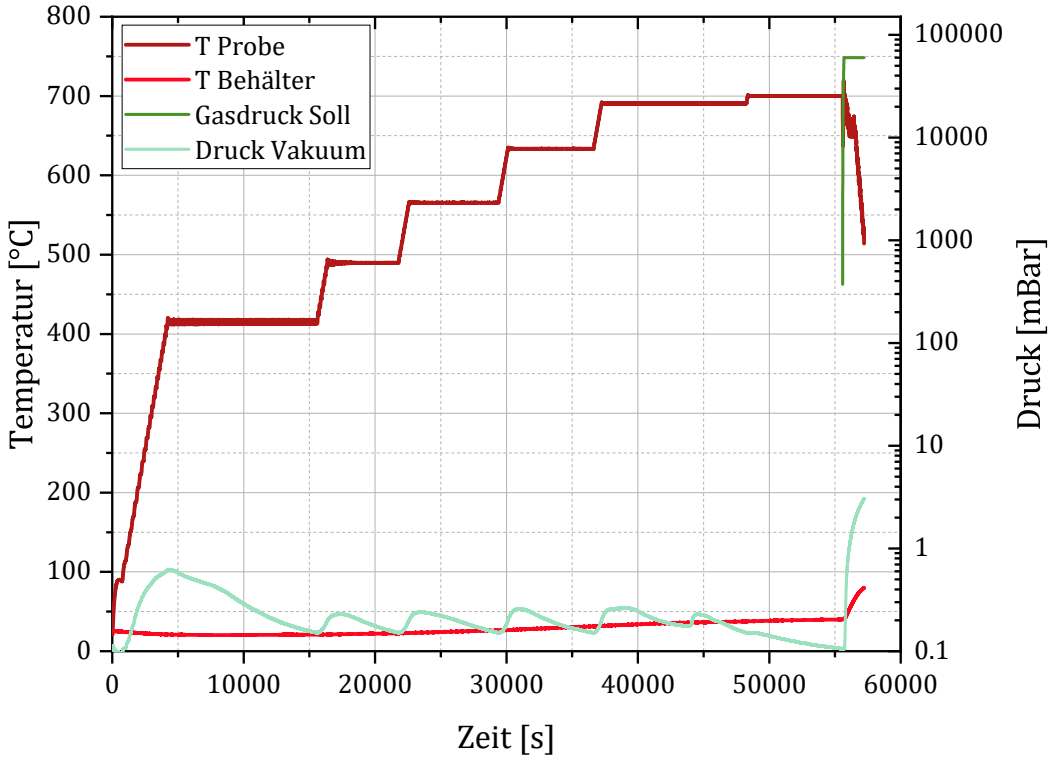


Abbildung 3.2 Temperatur-Zeit- und Druck-Zeit-Diagramm der Gasdruckinfiltration.

Durch eine Prozessoptimierung im Rahmen der Arbeit konnte sowohl eine leistungsstärkere Vakuumpumpe angeschlossen werden, welche sowohl die Haltezeiten und Vakuumgrenzwerte deutlich verbesserte und geringere Restdrücke zuließ als auch die Regelung der Gasdruckinfiltrationsanlage optimiert werden, sodass Heizraten bis $10\,\frac{\mathrm{K}}{\mathrm{min}}$ verwendet werden konnten. Während des Aufheizens wurde die obere Vakuumschwelle deshalb auf einen Grenzwert von $1{,}2 \cdot 10^{-1}$ mbar reduziert und die untere Vakuumschwelle bei $1{,}0 \cdot 10^{-1}$ mbar festgesetzt. Damit konnte eine deutliche Prozessoptimierung erreicht werden, welche den Aufheizprozess von 13,4 h auf 1,3 h reduzierte. Die Haltezeit bei der Maximaltemperatur und sonstige Prozessparameter wurden identisch verwendet. Durch einen zusätzlichen Umbau der Kühlung der Gasdruckinfiltrationsanlage konnte ein Überhitzen des Außenbehälters vermieden werden, sodass die Anlage nicht bereits während des Abkühlprozesses abschaltete und die Probe sowohl ungeregelt als auch ohne Messaufzeichnung abkühlte. Der Abkühlprozess konnte ausschließlich durch die Steuerung der Heizspulen gesteuert werden, da keine aktive Kühlregelung an der Anlage verbaut ist. Durch die Temperaturdifferenz zur Umgebung konnte bis zu einer Temperatur von ca. 150 °C nahe an der definierten Abkühlrate von $10\,\frac{\mathrm{K}}{\mathrm{min}}$ und durch die passive Abkühlung anschließend ungeregelt mit einer geringeren Abkühlrate abgekühlt werden (vergleiche Abbildung 3.3).

Der Durchdringungsverbund konnte nach dem Abkühlen aus dem beschichteten Tiegel entnommen und Proben daraus für die Materialuntersuchung präpariert werden.

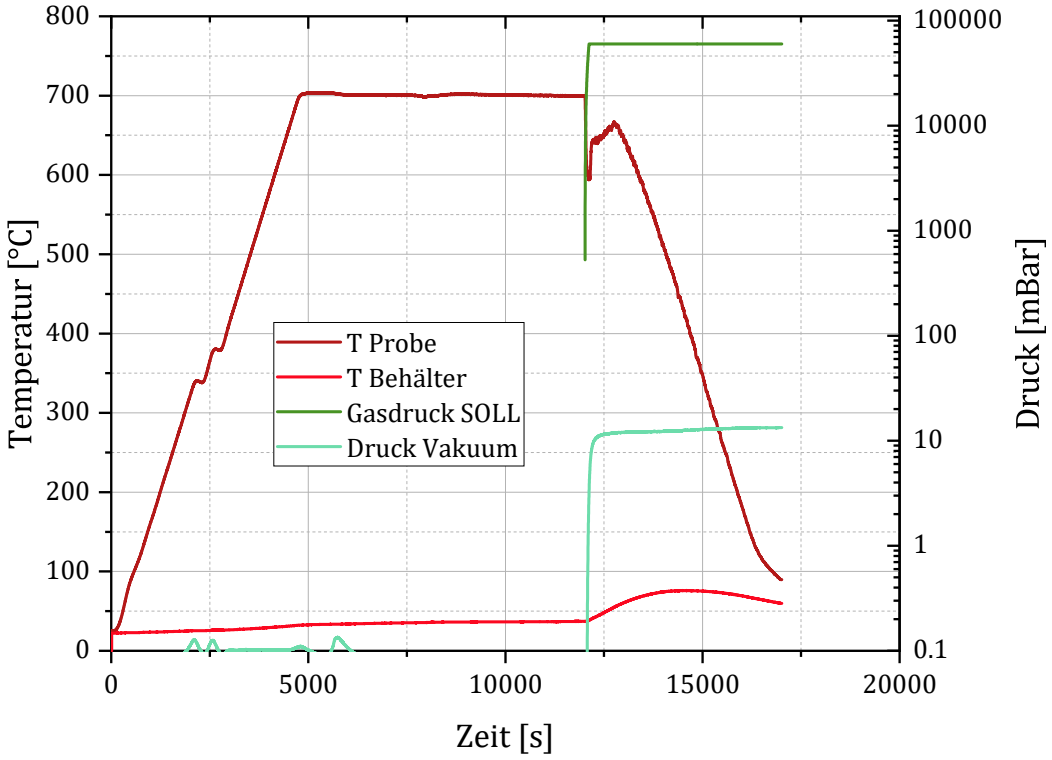


Abbildung 3.3 Temperatur-Zeit- und Druck-Zeit-Diagramm der Gasdruckinfiltration nach der Prozessoptimierung.

3.2 Materialbearbeitung

Die Besonderheit am Materialsystem des Metall-Keramik-Durchdringungsverbunds im Hinblick auf die Bearbeitbarkeit ergibt sich aus dem Unterschied im mechanischen Verhalten der beiden sich durchdringenden Phasen. Das sehr harte und spröde Aluminiumoxid wirkt gegen metallische Werkzeuge stark abrasiv (vergleiche Zhong et al. [190] zur Schleifbearbeitung und Liu et al. [191] zur Trennbearbeitung), während das duktile Aluminium Ablagerungen im Werkzeug bilden kann und somit die Schneide bedeckt. Im Folgenden wird auf die Bearbeitungsmethoden des Probenmaterials sowie auf die zur Charakterisierung verwendeten Probengeometrien und Probengüten eingegangen.

3.3 Probenpräparation

Zum Vortrennen der Proben aus dem Infiltrationsgut wurde ein Trennschleifer vom Typ Servocut 402 AA-AX der Firma Metkon, Bursa, Türkei verwendet. Für einzelne **Probenscheiben, Quader oder Würfel** (Parallelepiped) wurde eine Diamantdrahtsäge vom Typ DWS250 der Firma Diamond Wiretec, Weinheim, Deutschland, mit einem diamantbesetzten Draht DW 350LW mit einem Schnittdurchmesser von ca. 350 µm und eine Low-Speed Säge vom Typ Minitom, der Firma Struers, Willich, Deutschland, mit einem Diamanttrennblatt vom Typ Isomet 15HC mit einem Durchmesser von 127 mm und einer Blattstärke von 0,4 µm der Firma Buehler, Uzwil, Schweiz verwendet.

Für **zylindrische Probengeometrien** wurde zuerst eine planparallele Scheibe des Probenmaterials aus dem Keramikschaum bzw. des Durchdringungsverbunds hergestellt und diese dann mit einem Diamanthohlbohrer weiter bearbeitet. Dabei kam eine Ständerbohrmaschine vom Typ Alztronic 14 der Firma Alzmetall GmbH & Co. KG, Altenmarkt, Deutschland, mit einem Wasserbad zur Probenkühlung mit Drehzahlen von 300 bis zu $800\,\frac{\mathrm{U}}{\mathrm{min}}$ zum Einsatz. Die Diamanthohlbohrer wurden von der Firma BAHAG AG, Mannheim,

Deutschland, und Günther Diamantwerkzeuge, Idar-Oberstein, Deutschland, bezogen und hatten Innendurchmesser von ca. 2, 4 und 14 mm.

Für **komplexere Probengeometrien** wurde ein Abrasiv-Wasserstrahlschneider der Firma WAZER Inc., Yonkers, USA, verwendet, sowie eine fünf-Achs CNC-Maschine vom Typ Ultrasonic 40 der Firma DMG Mori, Wernau, Deutschland, welche in den Laboren des Instituts für Maschinenbau und Verfahrenstechnik der Hochschule Augsburg steht. Diamantbestückte Schleifstifte vom Typ D-S111/40D151 und -D46 der Firma Heson Diamantfeilen GmbH, Keltern, Deutschland, zur Durchdringungsverbundbearbeitung, sowie ein Schruppfräser vom Typ VHM Precitool-GP mit ZrCN-Beschichtung, der Firma Precitool, Neuenstein, Deutschland, und einem Schlicht-Fräser Multicut XF, der Firma Fraisa, Bellach, Schweiz, kamen zur Bearbeitung der Aluminiumlegierung zum Einsatz. Gekühlt wurde während der Bearbeitung mit einer handelsüblichen Bohrschmieremulsion. Schnittgeschwindigkeiten von $250\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{min}}$ und Vorschubgeschwindigkeiten von $50\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{min}}$ kamen bei der Bearbeitung vom Durchdringungsverbund als auch der Aluminiumlegierung zum Einsatz. Die Zustellung beim Durchdringungsverbund lag bei 0,25 mm und die Schnitttiefen ebenfalls bei 0,25 mm. Beim Schruppen der Aluminiumlegierung wurde eine Zustellung von 3 mm verwendet und eine Schnitttiefe von 1 mm. Beim Schlichten kam eine Zustellung von 0,5 mm und eine Schnitttiefe von 0,25 mm zum Einsatz. Für die komplexeren Probengeometerien, wie z.B. Knochenzugproben, wurde nach der Fräsbearbeitung ein 3D-Modell der Probenoberfläche, aufgenommen mit einem optischen Messgerät vom Typ Atos Core 80, der Firma Carl Zeiss AG, Oberkochen, Deutschland, und der Auswertesoftware GOM Inspect Suitee 2020 verarbeitet. Die aufgezeichnete Probenoberfläche wurde mit dem ursprünglichen CAD-Modell verglichen, um Abweichungen in der Probengeometrie zu detektieren und die Qualität der Probenabmessung im Rahmen der Toleranz zu überprüfen. Ein exemplarisches Bild ist in Abbildung 3.4 zu sehen:

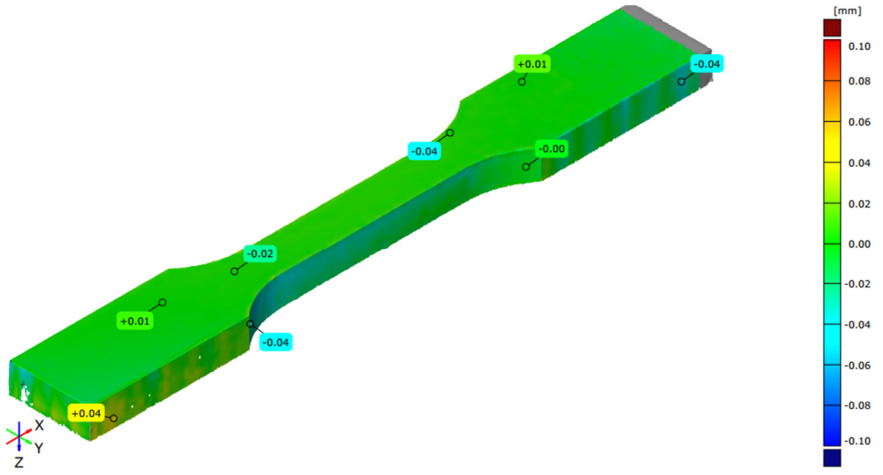


Abbildung 3.4 Exemplarische Darstellung des Soll-Ist Abgleichs zwischen vorgegebenem CAD-Modell und der tatsächlichen Probenoberfläche einer Flachzugprobe nach der zerspanenden Bearbeitung. Entnommen aus [BA3].

Für eine einheitliche Probenoberfläche bei den mechanischen Tests und möglichst planparallelen Oberflächen wurden die Proben nachbearbeitet und auf Maß geschliffen. Da die Proben hierzu für die anschließenden mechanischen Untersuchungen nicht eingebettet werden konnten, wurden Vorrichtungen konzipiert, mit welchen das einbettfreie Schleifen und Polieren auch über automatisierte Prozesse der Schleifmaschine Tegramin 25, der Firma Struers, Willich, Deutschland, durchgeführt werden konnte. Für den Abtrag von

Probenmaterial wurden Schleifpapiere der Körnung P220 bis P500, entsprechend der Normen ISO 6344-2:2021-11 und ISO 6344-3:2021-11, verwendet. Die Oberflächen aller mechanisch und thermisch untersuchten Proben wurden mit einem Schleifpapier der Körnung ≥P500 geschliffen. Diese Vorgabe wurde in Anlehnung an die Prüfnorm DIN 50106:2016-11 [192] gemacht, wo eine metallische Probe an den Stirnflächen eine Rautiefe der Oberfläche 1,6 µm nicht überschreiten darf. Um die uniaxiale Krafteinleitung in die Probe zu gewährleisten, wurde der Querkraftanteil abhängig von der Dickentoleranz der Probe unter Annahme perfekt paralleler Stempel berechnet. Bei 1 % Dickentoleranz liegt der Querkraftanteil aus geometrischen Gründen bei 1 %. Für höhere Dickentoleranzen steigt der Querkraftanteil nach den trigonometrischen Gesetzen überproportional und liegt – beispielsweise bei 5 % Abweichung in der Dicke – bereits bei 24,3 %. Um eine gewisse Toleranz in den Druckstempeln neben Probenungenauigkeiten zuzulassen, wurden im Druckversuch gegenüberliegende Flächen von Würfeln bzw. Zylinderstirnflächen mit einer Standardabweichung von $< \pm 15$ µm geschliffen. Die Zielgröße lag bei einer Standardabweichung von 0,1 % der Probenhöhe, wie in verschiedenen Prüfnormen für die Prüfkörper vorgegeben wird (vergleiche DIN EN 679:2005-09 [193]).

Proben für die Untersuchungen im Licht- und Rasterelektronenmikroskop wurden teilweise mit einem Standardepoxidharz vom Typ EpoFix (Resin & Hardener) der Firma Struers, Willich, Deutschland, und einfärbenden Pulvern für einen besseren Kontrast eingebettet. Von den Farbpigmenten wurde Epocloer Black in schwarz mit dem RAL-Farbcode 9005 und Epocloer 4.000 Pigmentpulver in fluoreszierendem Pink verwendet, beide von der Firma Cloeren Technology GmbH, Wegberg, Deutschland.

Zum Polieren der bereits vorgeschliffenen Proben wurde ein vierstufiges Programm entwickelt, das zu sehr guten Polierergebnissen für den Durchdringungsverbund führte und die dabei bestehenden Herausforderungen der unterschiedlichen Härte, wie oben erwähnt, aufzeigt. Die Polierschritte, Anpresskräfte, Drehsinn und -Geschwindigkeiten, die Dauer, sowie die verwendeten Suspensionen der Firma Struers, Willich, Deutschland, sind in Tabelle 3.1 dargestellt.

Tabelle 3.1 Übersicht der Polierschritte mit den entsprechenden Polierparametern für die automatisierte Probenpräparation des Metall-Keramik-Durchdringungsverbunds. Die Rotation bezieht sich auf die Proben-/Schleifscheibenrotation. Nach Vorlage von [K8] und nach Anpassung für großflächigere Proben, aus [194].

Polierscheiben	Suspension	Anpressdruck	Rotation [U/min]	Dauer [min]
MD Largo	Diamant Suspension, 9 µm	25 N	Gleichlauf 210/150	8:00
MD DAC	Diamant Suspension, 3 µm	25 N	Gleichlauf 210/150	5:00
MD DUR	Diamant Suspension, 1 µm	20 N	Gleichlauf 210/150	5:00
MD CHEM	OP-S Suspension mit Spülmittel stabilisiert	15 N	Gleichlauf 210/150	2:30

Für die verwendeten **Probengeometrien** wird nachfolgend in Tabelle 3.2 und Tabelle 3.3 eine Übersicht gegeben, aus der sich die Abmaße, Oberflächengüte, das Probenmaterial und deren Gefügezustand (für Proben mit metallischem Anteil) ableiten lassen (AR: Anlieferungszustand, IF: infiltrierter Zustand aus der Gasdruckinfiltration und T6: wärmebehandelter Zustand). Komplexere Probengeometrien sind in den nachfolgenden Abbildungen bemaßt oder als Fotos dargestellt, um eine bessere Übersicht zu geben:

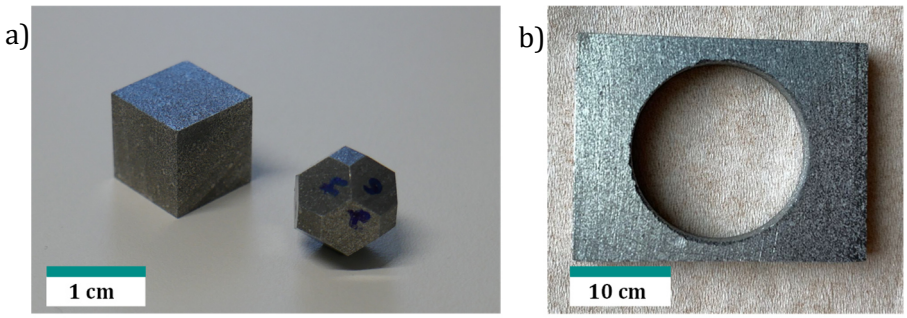


Abbildung 3.5 a) und b). a) Foto der würfelförmigen IF-IMCC Probe (links) und des T6-IMCC 18-Flächners (rechts). Hierfür wurden alle Würfelkanten im 45°-Winkel zu den benachbarten Flächen abgeschliffen. b) Quaderförmige Probe mit Loch, hier im ungeschädigten Zustand für die legierungsgestützte Heilung, aus [K6].

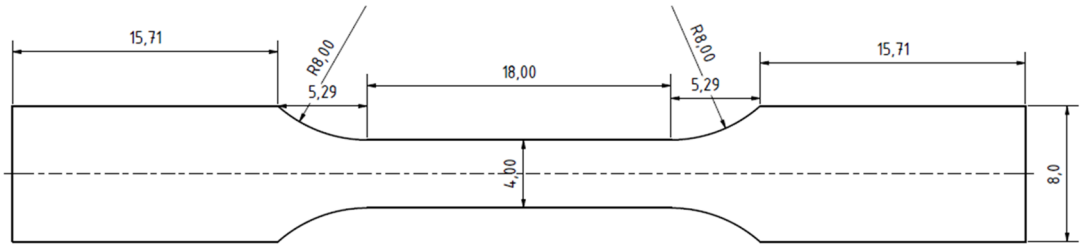


Abbildung 3.6 Schematische Darstellung der "Flachzugprobe, groß" mit Bemaßung in mm, wie sie für die Zugversuche an der Universalprüfmaschine verwendet wurden. Entnommen aus [BA3].

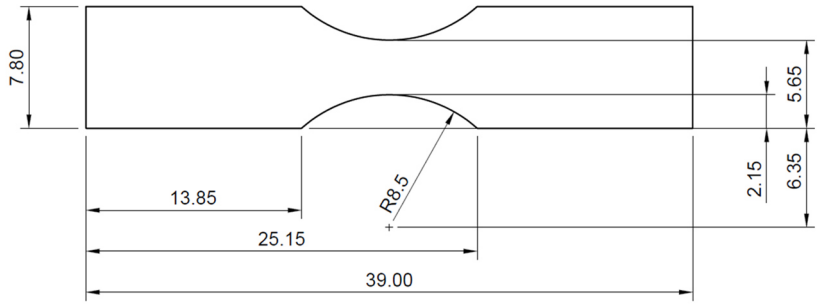


Abbildung 3.7 Schematische Darstellung der "Flachzugprobe, klein" mit Bemaßung in mm, wie sie für die in-situ-Zugversuche verwendet wurden. Entnommen aus [194].

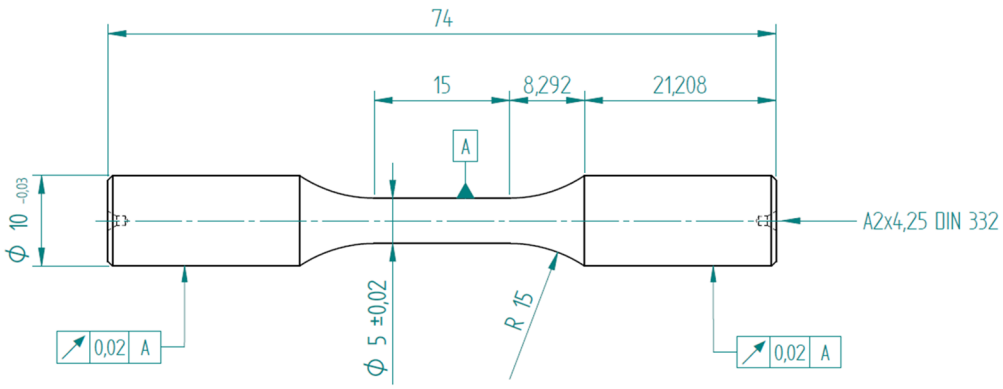


Abbildung 3.8 Schematische Darstellung der Rundzugprobe mit Bemaßung in mm, wie sie für die TMF-Versuche verwendet wurde.

Tabelle 3.2 Teil I der Übersicht verwendeter Probengeometrien, Materialien, sowie deren Werkstoffzustände, Oberflächengüten und daran angewandte Untersuchungsmethoden.

Geometrie	Material und Zustand	Abmaße/Masse	Oberflächengüte	Untersuchungen	Anzahl
Zylinder, groß	**Preform**	ca. $\pi(6,7)^2$x20 mm^3	Stirnflächen geschliffen (P500)	CT, Dichtemessung, Druckversuche	54
	IMCC, IF	ca. $\pi(6,7)^2$x8 mm^3	Stirnflächen geschliffen (P500)	Selbstheilung	6
Zylinder, mittel	**Preform**	ca. $\pi(2)^2$x8 mm^3	Stirnflächen geschliffen (P500)	CT, Dichtemessung	2
	IMCC, IF	ca. $\pi(2)^2$x8 mm^3	Stirnflächen geschliffen (P500)	Selbstheilung	3
Zylinder, klein	**Preform**	ca. $\pi(0,9)^2$x5 mm^3	Stirnflächen geschliffen (P500)	In-situ-CT	3
	IMCC, IF	ca. $\pi(0,9)^2$x4 mm^3	Stirnflächen geschliffen (P500)	In-situ-CT	3
Würfel & 18-Flächner, groß	**Preform**	ca. 14x14x14 mm^3	geschliffen (P500)	Dichtemessung, UPS	10
	IMCC, IF	ca. 10x10x10 mm^3	geschliffen (P500)	Dichtemessung, UPS	10
	IMCC, T6	ca. 10x10x10 mm^3	geschliffen (P500)	Dichtemessung, UPS	4
	AlSi10Mg, IF	ca. 10x10x10 mm^3	geschliffen (P500)	Dichtemessung, UPS	4
	AlSi10Mg, T6	ca. 10x10x10 mm^3	geschliffen (P500)	Dichtemessung, UPS	2
Würfel & 18-Flächner, mittel	**Preform**	ca. 5x5x5 mm^3	geschliffen (P500)/ poliert	Dichtemessung, Druckversuche, Mikroskopie	5
	IMCC, IF	ca. 5x5x5 mm^3	geschliffen (P500)/ poliert	CT, Dichtemessung, Druckversuche, Mikroskopie, UPS, Zyklische Druckversuche	27
	IMCC, T6	ca. 5x5x5 mm^3	geschliffen (P500)/ poliert	Druckversuche, Mikroskopie	5
	AlSi10Mg, AR	ca. 5x5x5 mm^3	geschliffen (P500)/ poliert	Druckversuche, Mikroskopie	5
	AlSi10Mg, IF	ca. 5x5x5 mm^3	geschliffen (P500)/ poliert	Druckversuche, Mikroskopie, UPS	5
	AlSi10Mg, T6	ca. 5x5x5 mm^3	geschliffen (P500)/ poliert	Druckversuche, Mikroskopie	2
Würfel, klein	**IMCC, IF**	ca. 3,5x3,5x3,5 mm^3	poliert	In-situ-REM	15

Tabelle 3.3 Teil II der Übersicht verwendeter Probengeometrien.

Geometrie	Material und Zustand	Abmaße/Masse	Oberflächengüte	Untersuchungen	Anzahl
Quader	**IMCC, IF**	ca. 2x5x10 mm^3	poliert	Thermo-in-situ-REM	2
	AlSi10Mg, IF	ca. 3x20x20 mm^3	geschliffen (P500), Graphit beschichtet	LaserFlash, Funkenspektroskopie	5
	IMCC, IF	ca. 3x20x20 mm^3	geschliffen (P500), Graphit beschichtet	LaserFlash	2
	Preform	ca. 4x10x60 mm^3	geschliffen (P500)	RFDA	2
	AlSi10Mg, IF	ca. 4x10x60 mm^3	geschliffen (P500)	RFDA	2
	IMCC, IF	ca. 4x10x60 mm^3	geschliffen (P500)	RFDA	4
	Preform	ca. 5x5x20 mm^3	geschliffen (P500)	Dilatometrie	3
	IMCC, IF	ca. 5x5x20 mm^3	geschliffen (P500)	Dilatometrie	5
	AlSi10Mg, IF	ca. 5x5x20 mm^3	geschliffen (P500)	Dilatometrie	3
Quader mit Loch	**IMCC, IF**	ca. 5x23x30 mm^3	geschliffen (P500)	Selbstheilung	1
Unförmige Vielflächner	**Preform**	25 mg	-	DSC	2
	IMCC, IF	25 mg	-	DSC	6
	AlSi10Mg, IF	25 mg	-	DSC	2
Flachzugproben, groß	**IMCC, IF**	Messstrecke 18x4x3 mm^3	geschliffen (P500)	(Zyklische) Zugversuche	17
	AlSi10Mg, AR	Messstrecke 18x4x3 mm^3	geschliffen (P500)	Zugversuche	12
Flachzugproben, klein	**IMCC, IF**	Kerbgrund 3,5x3,5 mm^2, R_{Kerbe} = 8,5 mm	poliert	In-situ-REM	4
	IMCC, T6	Kerbgrund 3,5x3,5 mm^2, R_{Kerbe} = 8,5 mm	poliert	In-situ-REM	4
	AlSi10Mg, AR	Kerbgrund 3,5x3,5 mm^2, R_{Kerbe} = 8,5 mm	poliert	In-situ-REM	4
	AlSi10Mg, IF	Kerbgrund 3,5x3,5 mm^2, R_{Kerbe} = 8,5 mm	poliert	In-situ-REM	3
	AlSi10Mg, T6	Kerbgrund 3,5x3,5 mm^2, R_{Kerbe} = 8,5 mm	poliert	In-situ-REM	4
Rundzugproben	**IMCC, IF**	Messstrecke $\pi(2,5)^2$x15 mm^3	$R_Z << 1\mu m$	TMF	6

4 Experimentelle Vorgehensweise und Versuchsführung

In diesem Kapitel wird das experimentelle Vorgehen aller Versuche aufgelistet, die in dieser Arbeit Erwähnung finden.

4.1 Bestimmung der Porosität

Sowohl die keramische Preform als auch der Durchdringungsverbund (zur Bestimmung der Restporosität) wurde mit verschiedenen Messmethoden auf die Porosität untersucht. Die Methoden weisen dabei unterschiedliche Vor- und Nachteile bezüglich ihrer Messgenauigkeit und ihres Informationsgehalts auf, welchen sie über die Porosität der untersuchten Probe liefern. Die Gesamtheit der Methoden gibt jedoch ein umfassendes Bild zur Bestimmung der Gesamtporosität, der offenen und geschlossenen Porosität, sowie der Porengrößenverteilung. Mit Hilfe der theoretischen Dichten der Ausgangsmaterialien $\rho_{AlSi10Mg} = 2{,}67\ \frac{g}{cm^3}$ (vergleiche Granta EduPack [195]) und $\rho_{Al_2O_3} = 3{,}95\ \frac{g}{cm^3}$ (vergleiche Granta Edupack [196]) lässt sich aus den ermittelten Dichten (Rohdichte ρ' und Dichte mit geschlossener Porosität ρ^*) der Preform bzw. des Verbundes die jeweilige Porosität ableiten. Ist außerdem der volumenbezogene Preformanteil χ im Durchdringungsverbund bekannt, lässt sich die Restporosität wie folgt berechnen:

$$Anteil_{Restporosität} = 1 - \frac{\rho^*_{IMCC} - \rho_{Al2O3} \cdot \chi}{\rho_{AlSi10Mg}} \tag{01}$$

4.1.1 Geometrische Bestimmung

Zur geometrischen Porositätsbestimmung wurde die Masse *m* der Probe auf einer Feinwaage vom Typ Explorer EX225 D der Firma Ohaus Europe GmbH, Nänikon, Schweiz, auf $+/-$ 0,0001 g genau bestimmt und anschließend mit einem vertikalen Höhenmessgerät vom Typ der Tesa µ-hite der Firma Hexagon, Stockholm, Schweden, vermessen. Hierfür wurde jede Seite an den vier Eckpunkten der Fläche sowie in der Flächenmitte vermessen und der Mittelwert aus den fünf Punkten gebildet, wie es auch viele Normen für die Bestimmung vorsehen (vergleiche z.B. DIN 66137-1:2019-03 [197]). Das Volumen V wurde aus dem Produkt der Mittelwerte aller drei Raumrichtungen bestimmt.

Aus beiden Messwerten kann die Rohdichte ρ‘ (vergleiche DIN EN 1094-4 [198]) des Keramikschaums berechnet werden:

$$\rho' = \frac{m}{V} \tag{02}$$

Dasselbe Vorgehen wurde für die Bestimmung der Dichte des Durchdringungsverbundes verwendet.

4.1.2 Archimedisches Prinzip

Für das Archimedische Prinzip wurden zwei verschiedene Messaufbauten verwendet.

Ein Aufbau ist vom Typ Explorer EX225 D mit dem „**Density Determination Kit**“, der Firma Ohaus Europe GmbH, Nänikon, Schweiz. Das Trockengewicht der Probe m_{tr} wurde nach zwölfstündiger Trocknung im Vakuum-Trockenofen, vom Typ VacuTherm der Firma ThermoScientific, Waltham, USA, bei $80\,°C$ und einem Restdruck kleiner $< 10\,mbar$, bestimmt. Das Gewicht der Probe unter Wasser m_{uW} wurde nach einer Verweilzeit von $5\,min$ im Wasserbad mit dem Density Determination Kit bestimmt. Mit Hilfe der Dichte von Luft

$\rho_{Luft} = 0{,}0012\ \frac{g}{cm^3}$, (aus DIN 1343:1990-1 [199]) unter der Annahme, dass diese temperaturunabhängig konstant bleibt und der Dichte von Wasser bei der entsprechenden Wassertemperatur, welche mittels eines Thermometers vorab bestimmt wurde, $\rho_{Wasser}(21\ °C) = 0{,}9980\ \frac{g}{cm^3}$ (aus DIN EN 993-1 [200]), kann die Dichte der Probe ρ_{Probe} bestimmt werden:

$$\rho_{Probe} = \frac{m_{tr}}{m_{tr} - m_{uW}} \cdot \left(\rho_{Wasser} - \rho_{Luft}\right) + \rho_{Luft} \tag{03}$$

In einem zweiten Messaufbau wurde die Dichte und **Porosität nach DIN EN 993-1** [200] bestimmt. Dieses Verfahren wurde herangezogen, um die Luft aus den Poren der getrockneten Probe vor dem Kontakt mit Wasser entfernen und eine vollständige Füllung der offenen Porosität mit Wasser zu gewährleisten; dazu wurde ein Exsikkator verwendet. Weitere Details zum Verfahren können der Norm entnommen werden.

Die Berechnung der Rohdichte ρ' ergibt sich aus dem Trockengewicht der Probe m_{tr}, dem Gewicht der Probe unter Wasser m_{uW} und dem Gewicht der nassen Probe, also wenn die Porosität mit Wasser gefüllt ist (m_{nass}):

$$\rho' = \frac{\rho_{Wasser} \cdot m_{tr}}{m_{nass} - m_{uW}} \tag{04}$$

Darüber hinaus kann die prozentuale Porosität Π aus den Dichten (Rohdichte ρ‘ und Dichte ρ) wie folgt berechnet werden:

$$\Pi = \frac{\rho - \rho'}{\rho} \cdot 100\ \% \tag{05}$$

4.1.3 Helium Gas-Pycnometrie

Die Helium Gas-Pycnometrie, basierend auf dem Prinzip der Verdrängung von Volumen in einem geeichten Behälter, wird mit Helium als unreaktives und nicht adsorbierendes Gas in Ergänzung zum Archimedesprinzip durchgeführt (vergleiche DIN 66137-2:2019-03 [201]). Ein Accu Pyc II 1340 von der Firma Micromeritics, Unterschleißheim, Deutschland, mit einem Probenkammervolumen von 10 cm^3 wurde für die Messungen in einem klimatisierten Raum verwendet. Das verwendete Heliumgas hatte eine Reinheit von 99,996 % und war vom Typ Helium 4.6, der Firma Linde, Pullach, Deutschland. Um die gesamte Anlage von Umgebungsluft zu säubern, wurden 40 Spülzyklen nach jedem Probeneinbau durchgeführt. Die getrockneten und vorab gewogenen Proben wurden jeweils 10-mal hintereinander bei einem Prüfdruck von 1310 mbar gemessen und der Mittelwert der Messungen zur Dichtebestimmung verwendet.

Die resultierenden Messergebnisse bestimmen hierbei die Dichte mit geschlossener Porosität ρ^*.

4.1.4 Geo-Pycnometrie

In angelehntem Prinzip an die Gas-Pycnometrie verwendet die zerstörungsfreie Geo-Pycnometrie das Prinzip der Verdrängung, wobei ein Eindringen in das Innere der Probe und damit die offene Porosität durch ein Feststoffmedium nicht stattfindet. Dadurch lässt das Verfahren des Geo-Pycnometers die Bestimmung der offenen Porosität und Rohdichte des Materials zu. Verwendet wurde ein Gerät vom Typ GeoPyc 1365, der Firma Micromeritics,

Unterschleißheim, Deutschland, und das Feststoffmedium „Dry Flo“ derselben Firma, welches eine sehr enge Partikelgrößenverteilung aufweist und die zu untersuchende Probe durch kontrollierte Komprimierung der Partikel vollständig umschließt. In einem Zylinder mit bekanntem Radius r, werden „Dry Flo“-Partikel mit einer vorgegebenen Kraft mit einem Druckstempel komprimiert und die Stempelposition P_1 notiert. Anschließend werden die identischen „Dry Flo“-Partikel, welche nun die Probe umschließen, in dem Zylinder komprimiert und die Stempelposition P_2 mit dem Zustand ohne Probe verglichen. Geometrisch ergibt sich das Probenvolumen V_{Probe} wie folgt:

$$V_{Probe} = \pi \cdot r \cdot (P_2 - P_1) \tag{06}$$

Analog zu Gleichung 02 (aus Kapitel 4.1.1) lässt sich die Rohdichte des Probenmaterials aus dem bestimmten Volumen und der Probenmasse m ermitteln. Die Kraft zur Konsolidierung betrug *38* N; der Zylinderradius *9,55* mm. Die Leermesssung und die Probenmessung wurden zehn Mal wiederholt.

4.1.5 Quecksilberporosimetrie

Die Quecksilberporosimetrie zählt zu einem breit anerkannten Standardverfahren der Porositätsbestimmung (vergleiche Rouquerol et al. [202]) und wurden für die keramische Preform am Institut für Angewandte Materialien – Energiespeichersysteme am Karlsruher Institut für Technologie durchgeführt. Die Untersuchungen wurden an zwei vorab getrockneten Proben an einem Quecksilberporosimeter vom Typ Pascal 440, der Firma ThermoScientific, Waltham, USA, durchgeführt. In der Probenkammer wurde die Probe gewogen und dann im Vakuum mit Quecksilber umhüllt. Bei einer Temperatur von 18 °C und einem Testdruck von 0,0128 bis 350 MPa wurde Quecksilber schrittweise in die Porosität der Probe gepresst. Die Dichte des Quecksilbers betrug hierbei 13,5512 g/cm^3; für die Oberflächenspannung δ des Quecksilbers wurden 0,48 N/m angenommen und für den Kontaktwinkel γ zur Aluminiumoxidoberfläche 140°. Aus dem angelegten Druck p und der dabei in das Porennetzwerk fließende Quecksilber kann unter Annahme von zylindrischen Poren nach der Washburn-Gleichung [203] der Porenradius r und damit die Porengrößenverteilung im Material bestimmt werden:

$$r = \frac{2 \cdot \delta}{p} \cdot \cos(\gamma) \tag{07}$$

Die anlagenspezifische Software berechnet zudem, analog zu den oben genannten Verfahren, aus den Volumina und der bekannten Masse des Probenkörpers das Volumen der gesamten zugänglichen Porosität und die Dichten des Keramikschaums. Weitere Informationen können in Normentwürfen und Normen (ISO/WD 155 901-1 und DIN ISO 15901-1:2019-03 [204]) oder in Zusammenstellungen über das Verfahren (z.B. Rübner, et al. [205]) gefunden werden.

4.1.6 Bildgebende 3D-Analyse

Mit Hilfe dreidimensionaler Bildgebung im Computertomographen kann die Porosität mit Hilfe von Grauwertschwellen und weiterer Bildverarbeitungsprozessen optisch vom Probenmaterial getrennt und quantitativ analysiert werden. Dazu wurde ein Computertomograph vom Typ Phoenix nanotom 180m, von GE Sensing & Inspection Technologies GmbH, Wunstorf, Deutschland, und die Auswertesoftware Avizo von ThermoScientific, Waltham, USA, sowie die Auswertesoftware VGStudio Max von Volume Graphics, Hexagon, Stockholm, Schweden, verwendet. Weitere Details zu den Parametern und

dem systematischen Vorgehen innerhalb der Auswertesoftware Avizo sind in Kapitel 4.2.2.2 beschrieben.

In der Auswertesoftware VGStudio Max von Volume Graphics, Hexagon, Stockholm, Schweden, wurde in Kooperation mit Dr.-Ing. Pascal Pinter das „Capillary Pressure Simulation"-Paket verwendet, um den Infiltrationsverlauf der keramischen Preform zu simulieren und ein Verständnis über die Tortousität in der Preform zu erhalten. Dabei wurde für die schlecht benetzende Flüssigkeit zur Infiltration eine Oberflächenspannung von $0{,}436\,\frac{\mathrm{N}}{\mathrm{m}}$ angenommen.

4.2 Mikrostrukturelle Untersuchungen

In diesem Unterkapitel wird ein Überblick über die angewendeten experimentellen Untersuchungsmethoden zur Charakterisierung der Mikrostruktur gegeben. Von der Lichtmikroskopie über Rasterelektronenmikroskopie bis hin zur Computertomographie wurden Untersuchungen am Materialsystem durchgeführt und die Anlagen, deren Parameter und die Einstellungen werden nachfolgend beschrieben.

4.2.1 Lichtmikroskopie

Für die Lichtmikroskop-Untersuchungen wurde das Digitalmikroskop VHX-600K VH-Z500 und VHX-6.000 der Firma Keyence, Neu-Isenburg, Deutschland, verwendet. Es wurde mit unterschiedlichen Vergrößerungen von 20 bis 5.000-fach gearbeitet und die Vergrößerung in der jeweiligen Darstellung im Ergebnisteil (Kapitel 5.1) angegeben.

Die Oberflächenrauheit der Proben wurde mittels Laser-Scanning-Mikroskopie an einem Gerät vom Typ LSM VK-X 1.000, der Firma Keyence, Neu-Isenburg, Deutschland, durchgeführt. Die Höhenmessung wurde hierbei mit einem konfokalen Laser mit einer Wiederholgenauigkeit von 40 nm bei einer 20-fachen Vergrößerung und einer Wiederholgenauigkeit von 12 nm bei einer 50-fachen Vergrößerung durchgeführt.

4.2.2 Röntgenographische Computertomographie

In diesem Unterkapitel wird die Aufnahme und Auswertung von dreidimensionalen Bilddaten mittels Computertomographie beschrieben.

4.2.2.1 Aufnahme der dreidimensionalen Grauwertdatensätze

Zur Durchführung der CT-Messungen wurde ein Kegelstrahl-Computertomograph vom Typ Phoenix Nanotom M der Firma GE Sensing & Inspection Technologies GmbH, Wunstorf, Deutschland, verwendet. Dieser ist mit einem Flächendetektor mit $3072\,x\,2400$ Pixeln ausgestattet und wird für die Messungen dieser Arbeit mit einem Diamant-Target betrieben.

Abhängig von der Materialuntersuchung, dem Ziel der Messung und der Probengröße bzw. dem dazugehörigen Messaufbau, wurden unterschiedliche Messparameter verwendet. Diese sind in Tabelle 4.1 für die entsprechenden Messungen aufgelistet.

Das Wolfram-Filament wurde vor jeder Scanreihe justiert und der Detektor für die entsprechenden Strahlströme und Spannungen kalibriert. Für eine verbesserte Messqualität wurde in der Aufnahmesoftware Phoenix data sx2 acquisition, ebenfalls von GE Sensing & Inspection Technologies GmbH, Wunstorf, Deutschland, für alle Messungen eine automatische Scan-Optimierung und ein X-Shift verwendet, welcher mögliche Nutation der Probe sowie kleine Verschiebungen während der Messung ausgleicht und fehlerhafte bzw. defekte Pixel auf dem Detektor ausgleicht. Ein „Inline Median" und „ROI-CT" Filter, sowie eine Korrektur der Strahlaufhärtung wurde in der Rekonstruktionssoftware Phoenix data sx2 reconstruction, ebenfalls von GE Sensing & Inspection Technologies, verwendet, mit welcher die Verarbeitung der 2D-Daten und die Rekonstruktion eines 3D-Bildes der Probe

durchgeführt wurde. Darüber hinaus wurde eine automatische Gain-Korrektur zum Weißabgleich an einer objekfreien Fläche auf dem Detektor durchgeführt und je nach Aufnahmequalität nachträglich manuell korrigiert.

Tabelle 4.1 Übersicht der CT-Parameter für die entsprechenden CT-Messungen, angepasst an das Material, die Probengröße und den Messaufbau.

Ursprung	**Dichtebestimmung & Mikrostrukturanalyse**				**In-situ CT**		**Selbstheilung**
Material	**Preform**			**IMCC**	**Preform**	**IMCC**	**IMCC**
Geometrie	Zylinder, groß (ca. $\pi(6,7)^2$x20 mm^3)		Würfel (ca. 5x5x5 mm^3)	Würfel (ca. 5x5x5 mm^3)	Zylinder, klein (ca. $\pi(0,9)^2$x4 mm^3)		Zylinder, mittel (ca. $\pi(2)^2$x8 mm^3)
Stromstärke [µA]	100	100	100	80	80	80	80
Spannung [kV]	80	80	60	180	160	180	180
FOD [mm]	25	15	8,64	12,5	13,9	13,9	10,5
FDD [mm]	250	300	325	445	600	600	300
Vergrößerung	10	20	37,6	35,6	43,2	43,2	28,6
Voxelgröße [μm^3]	10^3	5^3	$2{,}66^3$	$2{,}81^3$	$2{,}3^3$	$2{,}3^3$	$3{,}58^3$

4.2.2.2 Auswertung der dreidimensionalen Grauwertdaten

Einige Auswertungen der dreidimensionalen Grauwertdaten wurden mit der Software VGStudio Max von Volume Graphics, Hexagon, Stockholm, Schweden, durchgeführt, welche auf einfachen Auswertebefehlen einer vorgegebene Benutzeroberfläche im geschlossenen System der Software beruhen. Da es hier kaum Handlungsspielraum in der Manipulation der Parameter und der entsprechenden Befehle bzw. Module gibt und vieles automatisiert von der Software vorgegeben ist, wird im Folgenden, analog zur Literatur (vergleiche beispielsweise Kastner et al. [106]) nicht weiter auf die Auswertebefehle eingegangen. Der überwiegende Anteil an Auswertungen der dreidimensionalen Grauwertdaten dieser Arbeit wurden mit der Software Avizo von ThermoScientific, Waltham, USA, durchgeführt. Die Hardware des Computers, der für diese 3D-Evaluierung der Mikrostrukturdaten verwendet wurde, ist ein Intel(R) Xeon(R) W-2145 CPU mit 3,70 GHz und 8 Kernen. Der Arbeitsspeicher hat 256 GB und die GPU von NVIDIA vom Typ Quadro P5.000 16 GB und 288 GB/s Bandbreite. Die Systemanforderungen hängen von der Größe der verarbeiteten Daten und dem Arbeitsablauf ab. Laut ThermoScientific (Stand 2019 [206]) steigt die CPU-Leistung bis zu 8 Kernen fast linear an. Mindestanforderungen sind 1 GB GPU, das 6- bis 8-fache der Datengröße als RAM. Solid State Drives werden für schnelle Übertragungsraten empfohlen (ThermoScientific 2019 [206]).

Im Folgenden werden alle softwarespezifischen Befehle und Operationen in ihrer englischen Schreibweise belassen und in kursiver Schrift wiedergegeben, um eine eindeutige Zuordenbarkeit und Reproduzierbarkeit innerhalb der Software zu ermöglichen.

Damit eine gleichmäßige Verteilung der Graustufen in allen Scans vorliegt, wurde die *normalize grayscale* Funktion auf jeden Scan angewandt und die Grauwerte wurden zwischen 0 und 255 (8 Bit) verteilt. Dann wurde, je nach Ziel der Untersuchung, ein Teilvolumen des Scans extrahiert, welches das entsprechende Probenvolumen von Interesse (engl. Region of Interest (ROI)) enthält. Es wurden quantitative Auswertungen der Porosität sowie Porengrößenverteilung durchgeführt. Ebenso wurde sowohl die Mikrostruktur und Infiltrationsqualität des Verbundes untersucht als auch Bildmanipulationen zur Binarisierung. Hierbei stand die Phasentrennung zwischen den Materialien und dem Hintergrund im Fokus, wie auch die Auswertung von Schädigung. Aufgrund der ähnlichen Strahlabsorbtion von Aluminium und Aluminiumoxid war eine Trennung zwischen

metallischer und keramischer Phase in keiner der beiden verwendeten Softwaresysteme möglich.

Die relevanten entwickelten Auswerteroutinen in der Auswertesoftware Avizo werden nachfolgend erläutert und zur besseren Übersichtlichkeit in Teilen schematisch dargestellt.

Für die **Porenanalyse** der offenen und geschlossenen Porosität (vergleiche Kapitel 4.1.6) der keramischen Preform als auch der Restporosität des Metall-Keramik-Durchdringungsverbunds wurden verschiedene Module in Avizo verwendet. Zur Trennung der Phasen wurde ein Bildstapelverfahren (englisch *Image Stack Processing* (ISP)) verwendet, das in einer optimierten und reproduzierbaren Weise schichtweise automatisiert arbeitet und dabei die Berechnungszeit reduziert. Ein Schwellenwertprozess (*auto-thresholding*), gefolgt von zwei Korrekturprozessen zum Entfernen von Artefakten (*remove small holes* und *selective closing*) wurde verwendet und die Struktur anschließend mit der *invert*-Funktion invertiert. In der daraus erstellten binarisierten 3D-Datei kann mit Hilfe der *volume fraction*-Funktion der Anteil an Porosität im Gesamtvolumens bestimmt werden. Die Funktion *label analysis* gibt eine Vielzahl an geometrischen Angaben aus (Volumen, Oberfläche und Schwerpunktkoordinaten) und kann um weitere Elemente (Kugelvergleichsdurchmessser, Sphärizität, etc.) erweitert werden. Hier kann für die keramische Preform zwischen zusammenhängenden Poren (Netzwerk der offenen Porosität) und der für sich abgeschlossenen Elemente (geschlossenen Porosität) unterschieden werden. Über ein Filterkriterium (*filter by measure range*), z.B. mittels des Elementvolumens, können die geschlossenen und die offenen Poren voneinander getrennt und weiter ausgewertet werden. Dabei wurde die Porengrößenverteilung der Porositäten ausgewertet, die offene Porosität mittels *separate objects* und dem implementierten Watershed-Algorithmus in einzelne Poren getrennt, wobei 26 Nachbarn und der *output type* „*connected objects*“ verwendet wurde.

Für die **quantitative Rissanalyse** im Durchdringungsverbund wurden unterschiedliche Ansätze verfolgt und deren Qualität und Einfluss auf das Ergebnis in einer separaten Studie untersucht (vergleiche Schukraft et al. [96]). In dieser wird ausschließlich auf eine der erfolgreich angewendeten Varianten eingegangen. Alle relevanten Datensätze (Scans vor dem Belastungsschritt sowie die Scans bei jedem Belastungsschritt) wurden mit der *register images*-Funktion auf die identische Position im dreidimensionalen Raum ausgerichtet und in einer *iso-scale transformation* mit *metric correlation* und *quasi-newton optimizer* neu angeordnet, um eine mögliche Verschiebung der Probe zwischen den Scans auszugleichen. In der neuen und für alle ROIs identischen Position wurden die Scans mit der *resample*-Funktion zu zusammenhängenden Voxel-basierten Volumen definiert und die Grauwerte mit einem Lanczos-Algorithmus interpoliert [207]. Es wurde ein *ISP* verwendet, wobei der Bildstapel schichtweise, senkrecht zur Belastungsrichtung, verarbeitet wurde. Der gesamte ISP besteht aus 11 Schritten, wie in Abbildung 4.1 dargestellt.

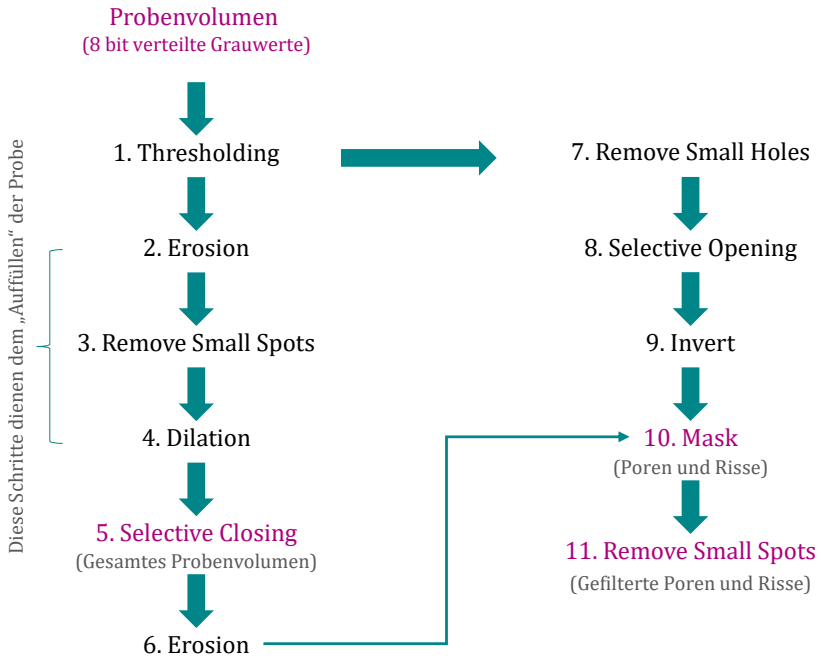


Abbildung 4.1 Schematische Darstellung des "ImageStackProcess" in Avizo, zur Bestimmung des untersuchten Probenvolumens (links) und der Bestimmung von Porosität und Schädigung (rechts). Module mit Eigennamen in Avizo sind in schwarz dargestellt. Ein- und Ausgabedateien wurden in lila dargestellt, die Ausgabedateien in grau mit dem Informationsgehalt der Ausgabedatei unterschrieben. Nach Schukraft et al. [96].

In den ersten sechs Schritten (auf der linken Seite) wurde die Materialprobe von Strahlartefakten und dem Messaufbau befreit, um nur das relevante Probenvolumen zu erhalten: Ein Schwellenwertprozess (*auto-thresholding*), gefolgt von fünf Volumenmanipulationsoperationen wurden durchgeführt. Der Erosionsschritt (*erosion*), gefolgt von der *remove small spots*-Funktion, entfernte kleine Artefakte um das Probenvolumen. Ein Dilatationsschritt (*dilation*), um das erodierte Volumen zu kompensieren und es über das ursprüngliche Volumen hinaus zu vergrößern, wurde zusammen mit einer *selective closing*-Funktion verwendet, um nicht markierte Voxel innerhalb des Probenvolumens während des Schwellwertprozesses in die Auswahl aufzunehmen. Ein letzter Erosionsschritt (*erosion*) reduzierte das ursprüngliche Probenvolumen um einige Voxel, um Oberflächenartefakte bei der Porositätserkennung zu vermeiden. Um die Beschädigung und Porosität der Probe innerhalb dieses Probenvolumens zu erkennen, wurden die schwellenwertberechneten Daten (nach dem *auto-thresholding*) für die folgenden fünf Schritte verwendet (vergleiche rechte Seite von Abbildung 4.1), um Poren und Risse aus den dreidimensionalen Datensätzen herauszufiltern: Artefakte wurden mit einem Schritt zum Entfernen kleiner Löcher (*remove small holes*) und der *selective opening*-Funktion entfernt und die Auswahl im Volumen anschließend invertiert (*invert*). Mit der *mask*-Funktion wird die bis dahin erhaltene Datenauswahl mit dem zuvor vorbereiteten Probenvolumen maskiert (aus Schritt sechs), um Schäden und Porosität nur innerhalb des Probenvolumens zu erkennen und alle Artefakte um die Probe herum zu entfernen. Die Ausgabedaten des *ISP* für jeden Ansatz sind zum einen ein definiertes Volumen der isolierten Probe ohne jegliche Umgebung und zum anderen das Volumen der inneren niedrigen Grauwerte der Probe, welche die Restporosität darstellen. Über nachgelagerte Filter können Großteile der Restporosität im Material ausgeklammert werden, ohne die Schädigung im Material maßgeblich zu beeinflussen (vergleiche Schukraft et al. [96]). Hier wurde sowohl ein Größenfilter angewandt (*remove small spots*) als auch ein Formfilter (*filter by measure*), bei dem stark sphärische Objekte, mit einer Sphärizität größer 0,7 aus der Gesamtheit der

detektierten Objekte entfernt wurde. Dazu wurde die Sphärizität ψ als Verhältnis von Volumen V zu Oberfläche A_O wie folgt errechnet:

$$\psi = \frac{6 \cdot \pi^{\frac{1}{3}} \cdot V^{\frac{2}{3}}}{A_O} \tag{08}$$

Für die **digitale Volumenkorrelation** wurde vor allem das *DVC*-Modul in der Software Avizo verwendet. Das Vorgehen der Auswertung wurden im Rahmen des Forschungsprojekt, das dieser Arbeit zugrunde liegt, bereits in Schukraft et al. [82] veröffentlicht. Nach der oben beschriebenen Normalisierung der Grauwerte wurde das Teilvolumen des Scans extrahiert, welches das relevante Probenvolumen mit der Schädigungsentwicklung enthielt, um den Datenspeicherbedarf zu reduzieren und die Berechnungszeiten zu verkürzen. Die ROIs zweier lastfreier Scans vor dem Experiment sowie die Scans jeder Laststufe wurde mit der *register images*-Funktion so aufeinander ausgerichtet, dass eine mögliche äußere Verschiebung der Probe zwischen den Scans kompensiert wurde. Dazu wurde eine *iso-scale transformation* mit *metric correlation* und der *quasi-newton optimizer* verwendet. Die nun identisch ausgerichteten Scans wurden mit der *resample*-Funktion neu angeordnet und dabei eine *interpolate* Funktion mit einem Lanczos-Algorithmus verwendet [207]. Der Koordinatenursprung wurde einheitlich auf eine Ecke der *bounding boxes* aller ROIs gesetzt. Dann wurde eine Netzgeometrie für die ROIs erstellt und mit verschiedenen groben Maschenweiten gemäß Hild [208] getestet. Mit dem *radial autocorrelation* Modul (vergleiche Madi et al. [124]) wurde eine Untersuchung der Korrelationslänge der Mikrostruktur durchgeführt und die Genauigkeit der Korrelation in Bezug auf die Maschenweite mit der *DVC accuracy* Funktion kontrolliert. Das *DVC uncertainty* Modul wurde in einer kleineren Sub-ROI in den zwei unbelasteten Proben-Scans verwendet, um die Genauigkeit der Messung und ihre Grenzen aufzuzeigen. Ein Überblick über die *DVC uncertainty* ist in Abbildung 4.2 dargestellt.

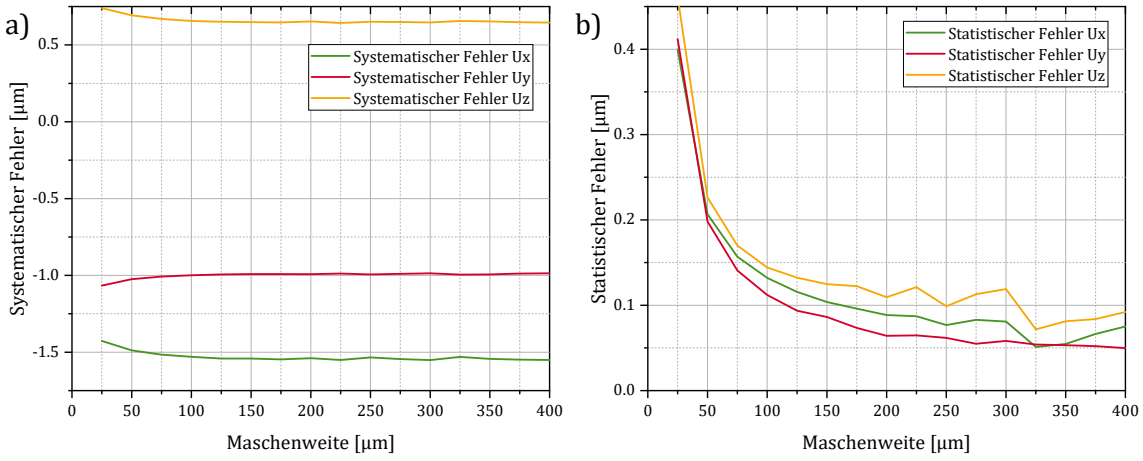


Abbildung 4.2 a) und b). a) Systematische und b) statistische Unsicherheit der Verschiebung während der in-situ-CT-Versuche in Abhängigkeit von der gewählten Maschenweite für die digitale Volumenkorrelation. Y beschreibt hierbei die Lastrichtung, X und Z liegen senkrecht dazu. Aus [82].

Der systematische Fehler, der durch die Bildaufnahme und Rekonstruktion verursacht wird, ist konstant und unabhängig von der Maschengröße und links in Abbildung 4.2 dargestellt. Der zufällige bzw. statistische Fehler, welcher rechts in Abbildung 4.2 dargestellt ist, wird durch die DVC-Auswertung verursacht und hängt von der Mikrostruktur und der Korrelationslänge ab. Er nimmt mit zunehmender Maschenweite ab. Der Entwickler des kommerziellen Tools gibt an, dass statistische Unsicherheiten unter 0,1 Voxel eine gute

Konvergenz gewährleisten und die Eignung der Mikrostruktur für die mustererkennungsbasierte Auswertung bestätigen. Wie in Abbildung 4.2 zu sehen ist, liegt die Unsicherheit des systematischen Verschiebungsfehlers für U_Y und U_Z unterhalb eines Mikrometers und der zufällige Verschiebungsfehler für die gewählte Maschenweite von 350 µm unterhalb von 0,055 µm bzw. der zufällige Fehler der Dehnung in Belastungsrichtung (ε_y) unterhalb von 0,04 Voxel. Das DVC-Modul wurde erfolgreich in einem globalen DVC-Ansatz eingesetzt, da alle Lastschritte innerhalb des vorgegebenen Rahmens von 500 Berechnungszyklen konvergierten. Der Proben-Scan im undeformierten Zustand wurde als Referenzvolumen für jeden Lastschritt herangezogen und ein globaler, Finite-Elemente basierter Ansatz gewählt (für Details siehe Madi et al. [123]). Die aus dem DVC-Modul erhaltenen Informationen sind die Verschiebungen und Dehnungen, das 3D-Netz der Datensätze, sowie eine Residuendatei, welche die Korrelationsresiduen zwischen den verglichenen 3D-Bildern enthält. Unstetigkeiten in Form von Rissen und Schäden im untersuchten Materialsystem treten als Extremwerte (schwarz und weiß) im einheitlichen Skalarfeld der verrauschten Grauwerte auf (vergleiche Madi et al. [123]). Um eine Ausgabe des DVC-Moduls von der undeformierten Probe zu erhalten, wurden zwei Scans im undeformierten Zustand der Probe aufgenommen und innerhalb des *DVC*-Moduls auf ihre Verschiebung und Dehnung verglichen. Diese Auswertung diente auch dazu, den Einfluss von Scanqualität und Artefakten auf die Ausgabeinformationen des *DVC*-Moduls zu überprüfen und die korrekt gewählten Eingabeparameter des *DVC*-Moduls zu validieren. [82]

4.2.3 Rasterelektronenmikroskopie

Die Mikrostruktur der keramischen Preform und des Durchdringungsverbunds wurde mit dem ESEM-Modus des Rasterelektronenmikroskops (REM) vom Typ Prisma E SEM der Firma ThermoScientific, Waltham, USA und einem XL30 ESEM FEG, der Firma Philipps/FEI, Hilsboro, USA, untersucht. Für das untersuchte Materialsystem übertreffen verschiedene Vorteile des ESEM-Modus den Hochvakuum-Modus mit gesputterten Proben. Bei der keramischen Preform mit ihrer rauen und porösen Oberfläche funktioniert das Sputtern nur bedingt. Bei den Untersuchungen am Durchdringungsverbund spielt eine artefaktfreie Oberfläche eine Schlüsselrolle für die eindeutige Zuordnung der auftretenden Schäden. Das Sputtern von dicken Schichten kann zu Rissen in der gesputterten Schicht führen und die Untersuchung beeinflussen. Bei der energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDX) erzeugt das gesputterte Element einen zusätzlichen Peak, der die Zusammensetzung der Materialbeschaffenheit beeinflusst und durch die Abschirmung der reflektierenden, materialspezifischen Strahlung zusätzliche Unsicherheiten schafft. Daher wurde auf eine Beschichtung mit einer elektrisch leitfähigen, gesputterten Schicht verzichtet. Die wichtigen Strahlparameter, sowie die Vergrößerung und Spotgröße sind jeweils für die entsprechenden Aufnahmen im Ergebnisteil angegeben.

Für die in-situ-Experimente (siehe Kapitel 4.4.3) wurde der Arbeitsabstand auf das Minimum von 17,3 mm vergrößert, um eine Kollision zwischen Strahlquelle und in-situ-Prüfvorrichtung zu vermeiden. Hierbei war es nicht möglich, den ESEM-Modus zu verwenden, da durch den hohen Arbeitsabstand das Signal am Detektor zu schwach wurde. Daher wurde für die in-situ-Versuche der Hochvakuummodus verwendet. Lokale Aufladungseffekte wurden mit den gewählten Parametern so weit wie möglich verhindert. Für die Schadensanalyse wurde das Programm "Maps" von Thermo Scientific verwendet. Die Software nimmt hochauflösende (HighRes) Bilder über einen manuell definierten Bereich auf. Die einzelnen Aufnahmen werden automatisch zusammengefügt und das endgültige Bild kann mit der Auflösungsgenauigkeit der Einzelbilder gespeichert werden. Mit dieser Funktion wurde die Oberfläche der Proben vor, während und nach den Versuchen

aufgenommen. Der gesamte Bereich, welcher für die Untersuchung von Interesse ist, wird somit in hoher Qualität erfasst, und es ist möglich, Regionen auch nach der Prüfung auf eventuell auftretende Schäden und deren Zwischenzustand hin zu untersuchen. [194]

4.2.3.1 Energiedispersive Röntgenspektroskopie

Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX) wurde für die Materialproben mittels EDX-Mapping-Aufnahmen im Rasterelektronenmikroskop durchgeführt. Dabei betrug die Mappingzeit 180 s bei einer Spannung von 20 kV und einem elektrischen Strom von 1 nA. Bei dem gewählten Arbeitsabstand von 10 mm wurde eine Totzeit von 3 – 4 % registriert und es wurden etwa 20.000 Zählungen pro Sekunde erfasst. Punktanalysen wurden darüber hinaus mit denselben Strahlparametern und Zählungen pro Sekunde durchgeführt und über einen Zeitraum von 60 s aufgezeichnet.

4.2.3.2 Funkenspektroskopie

Um einen Vergleich zur Materialcharakterisierung mittels EDX zu erhalten, wurde eine Funkenspektroskopieanalyse an der verwendeten Aluminiumlegierung bei der Firma Rübig GmbH & Co.KG, Wels, Österreich, an einem Funkenspektrometer vom Typ Vario Lab 2c, der Firma Belec Spektrometrie Opto-Elektronik GmbH, Georgsmarienhütte, Deutschland, bei automatischer Untergrundkompensation und Rauschunterdrückung mit 15 Detektoren mit je 3646 Pixeln bei einer Pixelbreite von 7 µm durchgeführt. Die Messfläche betrug ca. $3\,x\,3\,\mathrm{mm}^2$ und die Messung wurde auf jeder Probe fünf Mal wiederholt. Für die drei untersuchten Proben wurde die chemische Zusammensetzung in Gewichtsprozent erfasst.

4.3 Ultraschall Phasenspektroskopie

Die elastischen Eigenschaften der untersuchten Materialien wurden zerstörungsfrei mittels Ultraschall Phasenspektroskopie (UPS) untersucht. Dazu werden kontinuierliche sinusförmige Wellen von einem piezoelektrischen Wandler ausgesendet und breiten sich durch das untersuchte Material aus. Die dabei auftretende Phasenverschiebung wird über einen Frequenzbereich gemessen (siehe Abbildung 4.3).

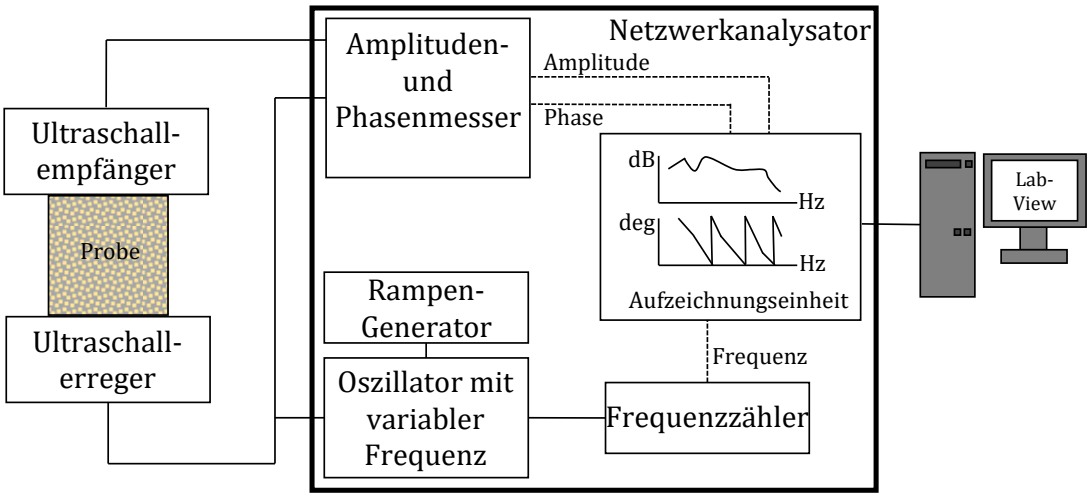


Abbildung 4.3 Schematischer Aufbau der Ultraschallphasenspektroskopie, in Anlehnung an Wanner [209].

Eine solche Welle $u(x,t)$ kann geschrieben werden als:

$$u(x,t) = u_0 \cdot e^{i\cdot(\omega t + kx)} \tag{09}$$

Wobei ω die Kreisfrequenz ($\omega = 2\pi f$) und k die Wellenzahl ($k = 2\pi/f$) ist. Die Gruppengeschwindigkeit U dieser Wellen kann für einen Frequenzdurchlauf aus dem

inkrementellen Verhältnis der Phasendifferenz $\Delta\Phi$ und der Frequenz f und der bekannten Probendicke d bestimmt werden:

$$U = -\frac{2 \cdot \pi \cdot d}{\frac{d\Delta\Phi}{df}} \tag{10}$$

Wenn ein linearer Zusammenhang zwischen der Phasendifferenz $\Delta\Phi$ und der Frequenz f besteht, kann die entsprechende elastische Konstante, unter Annahme orthotroper Symmetrie, in Abhängigkeit von der scheinbaren Materialdichte (Rohdichte) ρ', bestimmt werden [210, 211]:

$$C_{11} = \rho' \cdot {U_{11}}^2 \tag{11}$$

$$C_{22} = \rho' \cdot {U_{22}}^2 \tag{12}$$

$$C_{33} = \rho' \cdot {U_{33}}^2 \tag{13}$$

$$C_{44} = \rho' \cdot {U_{23}}^2 = \rho' \cdot {U_{32}}^2 \tag{14}$$

$$C_{55} = \rho' \cdot {U_{13}}^2 = \rho' \cdot {U_{31}}^2 \tag{15}$$

$$C_{66} = \rho' \cdot {U_{12}}^2 = \rho' \cdot {U_{21}}^2 \tag{16}$$

Mit diesen Gleichungen können alle longitudinalen elastischen Konstanten (Gleichung 11 bis 13) aus Longitudinalwellen mit der longitudinalen Gruppengeschwindigkeit bestimmt werden, die als U_{kl} mit $k = l = 1, 2, 3$ indiziert ist. Der Index k gibt hierbei die gemessene Raumrichtung der quaderförmigen Probe an und die identische Richtung, in der die Welle ausgesendet und detektiert wird, wird mit l indiziert.

Alle Scherkonstanten (Gleichung 14 bis 16) können mit Hilfe von Transversalwellen (Scherwellen) bestimmt werden. Daher wird die transversale Gruppengeschwindigkeit mit U_{kl} indiziert, wobei $k = 1, 2, 3$ die Richtung der quaderförmigen Probe ist, in der die Welle emittiert und detektiert wird, und $l = 1, 2, 3 \neq k$ die Richtung, in der die Welle oszilliert (für Gleichung 14: $k = 2$ und $l = 3$, für Gleichung 15: $k = 1$ und $l = 3$ und für Gleichung 16: $k = 1$ und $l = 2$), vergleiche hierzu Mah et al. [212] oder van Buskirk et al. [213]. Aufgrund der Symmetrie des Systems wurden bei der Auswertung die Werte $kl = lk$ zusammengefasst und gemittelt. Zum Nachweis der Isotropie des Materialsystems wurde das System mit der nächstniedrigeren Symmetrie gewählt und die Steifigkeitsmatrix eines orthotropen Materialsystems (mit allen von Null verschiedenen Werten) in der folgenden Gleichung 17 gegeben:

$$C_{orthotrop} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & & & \\ C_{12} & C_{22} & C_{23} & & & \\ C_{13} & C_{23} & C_{33} & & & \\ & & & C_{44} & & \\ & & & & C_{55} & \\ & & & & & C_{66} \end{bmatrix} \tag{17}$$

Zur vollständigen Bestimmung müssen dazu auch die Nebendiagonalelemente C_{12}, C_{13} und C_{23} definiert werden. Die Gleichungen für jedes dieser Elemente sind im Folgenden aufgeführt [210, 211, 213]:

$$C_{12} = \sqrt{(C_{11} + C_{66} - 2\rho U_{12|12}^2)(C_{33} + C_{66} - 2\rho U_{12|12}^2)} - C_{66} \quad (18)$$

$$C_{13} = \sqrt{(C_{11} + C_{55} - 2\rho U_{13|13}^2)(C_{33} + C_{55} - 2\rho U_{13|13}^2)} - C_{55} \quad (19)$$

$$C_{23} = \sqrt{(C_{11} + C_{44} - 2\rho U_{23|23}^2)(C_{33} + C_{44} - 2\rho U_{23|23}^2)} - C_{44} \quad (20)$$

$U_{12|12}$ ist die Gruppengeschwindigkeit einer Welle, die in einem 45°-Winkel zwischen Oberfläche 1 und Oberfläche 2 der Probe ausgesandt und detektiert wird. Um die Nebendiagonalelemente zu erhalten, kann die Probe nicht einfach ein Quader sein, sondern muss an den Kanten der Oberflächen in einem Winkel von 45° angeschliffen sein, wie Abbildung 3.5 a) zeigt.

Der Elastizitätsmodul wurde aus der scheinbaren Dichte ρ' und dem Verhältnis der longitudinalen Ausbreitungsgeschwindigkeit U_{ii} $(i \in \{1; 2; 3\})$und dem Mittelwert der transversalen Ausbreitungsgeschwindigkeiten $\overline{U}_{ik}(i, k \in \{1; 2; 3\}; i \neq k)$ wie folgt berechnet:

$$E_i = 4 \cdot \rho' \cdot \overline{U}_{ik}^2 \cdot \frac{\frac{3}{4} - \left(\frac{\overline{U}_{ik}}{U_{ii}}\right)^2}{1 - \left(\frac{\overline{U}_{ik}}{U_{ii}}\right)^2} \quad (21)$$

Die Querkontraktionszahl ν wurde ebenfalls aus dem Verhältnis der longitudinalen Ausbreitungsgeschwindigkeit U_{ii} und dem Mittelwert der transversalen Ausbreitungsgeschwindigkeiten $\overline{U}_{ik}$ berechnet:

$$\nu_i = \frac{1 - 2 \cdot \left(\frac{\overline{U}_{ik}}{U_{ii}}\right)^2}{2 - 2 \cdot \left(\frac{\overline{U}_{ik}}{U_{ii}}\right)^2} \quad (22)$$

In den Ergebnissen ist ausschließlich der Mittelwert der Querkontraktionszahl $\bar{\nu}$ aus den drei Raumrichtungen ν_i, mit $i \in \{1; 2; 3\}$ angegeben.

Weitere Details zum experimentellen Vorgehen für diese Methode sind in Veröffentlichungen zu finden, welche im Rahmen des Forschungsprojektes, das dieser Arbeit zugrunde liegt, entstanden sind (Horny et al. [188], Schukraft et al. [137]). Eine repräsentative Zusammenfassung der Methodik findet sich darüber hinaus in van Buskirk et al., Ting et al., Lynnworth et al. und Wanner [209, 213–216].

Die Messungen in dieser Arbeit wurden mit einem elektronischen Netzwerkanalysator vom Typ R3754A, Advantest, Tokio, Japan, durchgeführt. Eine in früheren Arbeiten geschriebene Auswertesoftware (im Rahmen von "LabView" von National Instrument, Austin, Texas, USA, wurde auf einem angeschlossenen Auswerterechner verwendet [214], ebenso wie zwei Paare von piezoelektrischen Ultraschallwandlern (V122-RM, mit einer nominellen Mittenfrequenz von 7,5 MHz und einem Oszillatordurchmesser von 9,5 mm für Longitudinalwellen und V155-RM, mit einer nominellen Mittenfrequenz von 5 MHz und einem Oszillatordurchmesser von 12,7 mm für Transversalwellen, jeweils von Olympus Deutschland GmbH, Hamburg, Deutschland). Als Koppelmittel zwischen Schallkopf und Probe wurde handelsübliche Melasse in Lebensmittelqualität verwendet (Melasse der Grafschafter Krautfabrik Josef

Schmitz KG, Meckenheim, Deutschland). Ein dünner, blasenfreier Film der Melasse wurde auf die Oberfläche der Aufnehmer aufgetragen, und die Probe wurde dann mit der Vorspannung von Federn zwischen den Aufnehmern eingespannt. Die Messung wurde von 10 kHz bis 10 MHz innerhalb von 30 s bei einer Messpunktaufnahme von 1201 Messpunkten durchgeführt. Die Messung wurde zweimal wiederholt und für jede untersuchte Raumrichtung des Würfels gemittelt. Wie oben beschrieben, wird das Verhältnis der Längs- und Quergeschwindigkeiten zur Berechnung des Elastizitätsmoduls verwendet. Der effektive Elastizitätsmodul und der universelle Anisotropieindex werden nach Soyarslan et al. [217] in mehreren Schritten aus dem elastischen Tensor, den Scher- und Volumenmodulen und der Poissonzahl unter Verwendung der Annahmen von Voigt und Reuss sowie der Kombination daraus berechnet (vergleiche Soyarslan et al. [217]).

4.4 Mechanische Prüfung

Eine weitreichende Untersuchung der mechanischen Eigenschaften wurde im Rahmen dieser Arbeit experimentell durchgeführt. Für Zug- und Druckversuche wurden bestehende Messaufbauten verwendet, für die in-situ-Prüfung mittels REM und CT wurden Messaufbauten aufgebaut bzw. erweitert. Im Nachfolgenden wird das experimentelle Vorgehen der unterschiedlichen mechanischen Prüfungen beschrieben.

4.4.1 Zug- und Druckprüfung

Makroskopische Zug- und Druckexperimente wurden an unterschiedlichen elektromechanischen Universalprüfmaschinen der Firma Zwick&Roell, Ulm, Deutschland, quasistatisch und zyklisch mit Laststeigerung oder mit Laststufen zur in-situ-Lichtmikroskopie durchgeführt. Alle Versuche fanden unter Normklima statt (vergleiche DIN EN ISO 291 [218]). Der Aufbau der Anlagen und die Steuersoftware der Anlagen unterscheiden sich nur in einzelnen Spezifikationen, die keinen direkten Einfluss auf die Durchführung der Experimente oder die Auswertung der Ergebnisse hatte und deshalb im Folgenden einheitlich behandelt wird. Der vorwiegend verwendete Maschinentyp wird bei den jeweiligen Experimenten erwähnt.

4.4.1.1 Quasistatische Druckprüfung

Für die Druckversuche wurde vornehmlich die Universalprüfmaschine vom Typ 1464 und die Auswertesoftware testXpert II, ebenfalls von Zwick&Roell, Ulm, Deutschland, verwendet. Auswechselbare Druckstempel mit plangedrehten und anschließend polierten Stirnflächen (SiC-Schleifpapier mit Körnung bis P4.000 und Wasser als Kühlmittel) wurden aus gehärteten Maschinenschrauben der Güteklasse 12.9 mit einer Zugfestigkeit von 1200 $\frac{\mathrm{N}}{\mathrm{mm}^2}$ und einer Streckgrenze von 1050 $\frac{\mathrm{N}}{\mathrm{mm}^2}$ hergestellt. Als Festschmierstoff zwischen der Probe und den Stempeln wurde Molybdänsulfid der Firma OKS Spezialschmierstoffe GmbH, München, Deutschland, in Anlehnung an DIN 50106 [192] verwendet. Die Probe wurde mit einer Lehre im Zentrum der Druckstempel ausgerichtet und mit einer Druck-Vorkraft von 20 N beaufschlagt, bevor die Datenaufzeichnung begann. Die nominelle Dehnrate während der Druckversuche betrug $10^{-3}\ \frac{1}{\mathrm{s}}$. Als Abbruchkriterien für die Versuche wurden ein minimaler Stempelabstand von 3 mm beziehungsweise ein Abfall der Maximalkraft von 80 % festgelegt. Durch das Abreißen der Nachverfolgung des Specklepatterns, ausgelöst durch lokales Versagen, bzw. das spröde Absplittern an der keramischen Preform, wird die Darstellung der Daten auf maximal 12 % Dehnung begrenzt (vergleiche Kapitel 4.4.1.5).

4.4.1.2 Quasistatische Zugprüfung

Für die Zugversuche wurde vornehmlich die Universalprüfmaschine vom Typ Z010 mit einer maximalen Prüfkraft von 10 kN verwendet. In den Keilschraub-Probenhalter, ebenfalls von

Zwick&Roell, Ulm, Deutschland, wurde die Probe senkrecht ausgerichtet, um einen einachsigen Spannungszustand zu gewährleisten. Die Probenhalter wurden anschließend unter Kraftregelung bei 0 N geschlossen und eine Zug-Vorkraft von 15 N angefahren, bevor die Prüfung und Datenaufzeichnung begann. Die Prüfgeschwindigkeit betrug 1 $\frac{\mathrm{mm}}{\mathrm{min}}$, was einer nominellen Dehnrate von $10^{-3}\ \frac{1}{\mathrm{s}}$ entspricht. Die Prüfung wurde bis zum vollständigen Probenversagen durch Bruch durchgeführt. Zu den Zugproben mit linearem Prüfbereich (vergleiche Abbildung 3.6), wurden kleine Flachzugproben mit einem Radius (vergleiche Abbildung 3.7) in den in-situ-REM Zugversuchen geprüft und ausgewertet. Nähere Informationen zum Prüfablauf werden in Kapitel 4.4.3 gegeben.

4.4.1.3 Zyklische Zug- und Druckprüfung

Zyklische Druckversuche mit Laststeigerung wurden in Anlehnung an Ulrich [71] und Weidenmann et al. [219] an der Universalprüfmaschine vom Typ 1464 der Firma Zwick&Roell durchgeführt und der Kraft-Zeit-Verlauf ist in Abbildung 4.4 dargestellt. In der ersten Stufe wurde die nominelle Dehnung von 0,5 % angefahren und dann in jeder der 10 Stufen, berechnet aus dem Maschinenweg, um 0,5 % erhöht.

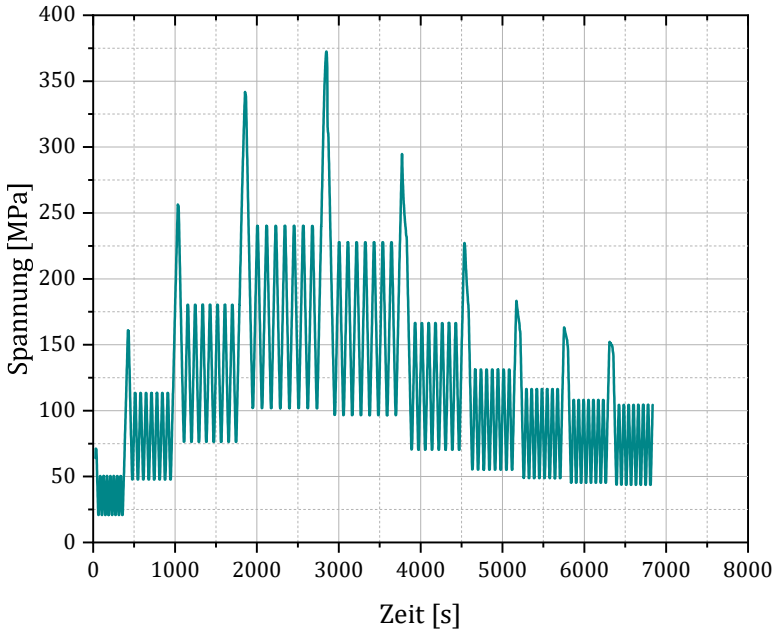


Abbildung 4.4 Exemplarisches Spannungs-Zeit-Diagramm der zyklischen Laststeigerungsversuche unter Druck.

Zu Beginn jeder Stufe wurde der anliegende Kraftwert am Maximum ausgelesen und für das Zyklieren in der jeweiligen Stufe zwischen 30 und 70 % dieser Maximalkraft acht Mal zykliert, bevor die nächst höhere Stufe angefahren wurde. Die nominelle Dehn- bzw. Stauchrate während der zyklischen Druckversuche betrug $10^{-3}\ \frac{1}{\mathrm{s}}$.

Zyklische Zugversuche mit Laststeigerungen wurden an der Universalprüfmaschine vom Typ Z010, der Firma Zwick&Roell durchgeführt, wobei Laststufen in 20 MPa Stufen bis maximal 160 MPa oder bis zum Bruch angefahren wurden. In jeder Stufe wurde, analog zu den zyklischen Druckversuchen, zwischen 30 und 70 % der Maximalspannung der Stufe acht Mal zykliert, bevor die nächst höhere Laststufe angefahren wurde (siehe Abbildung 4.5). Die nominelle Dehn- bzw. Stauchrate während der zyklischen Zugversuche betrug $10^{-3}\ \frac{1}{\mathrm{s}}$.

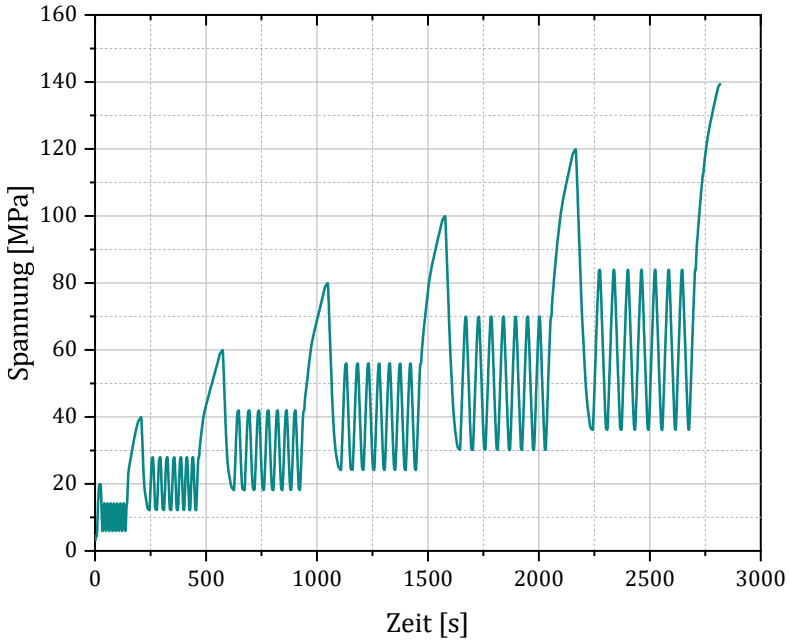


Abbildung 4.5 Exemplarisches Spannungs-Zeit-Diagramm der zyklischen Laststeigerungsversuche unter Zug.

4.4.1.4 In-situ-Druckprüfung in der Universalprüfmaschine

Für die in-situ-Druckprüfung mittels Lichtmikroskop wurde eine Haltevorrichtung für das Digitalmikroskop VHX-600K der Firma Keyence, Neu-Isenburg, Deutschland, an der Universalprüfmaschine vom Typ 1464 der Firma Zwick&Roell entwickelt, um die Probenoberfläche und Schädigungsentwicklung während der Prüfung mit dem Lichtmikroskop zu beobachten, während auf der gegenüberliegenden Probenoberfläche die lokale Dehnung mittels digitaler Bildkorrelation ausgewertet wurde.

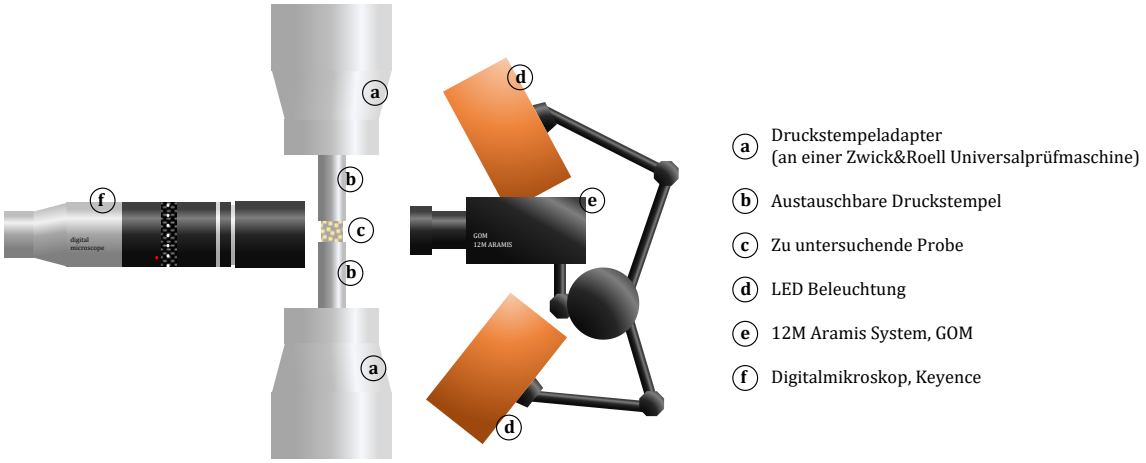


Abbildung 4.6 Schematischer Aufbau der in-situ-Druckprüfung in der Universalprüfmaschine mit DIC-Auswertung und digitalem Lichtmikroskop. Aus Schukraft et al. [75].

Für die mikroskopische Untersuchungen wurden Belastungsstufen bei Spannungen von 250, 300, 340, 360 und 380 MPa für den Durchdringungsverbund untersucht. Einen schematischen Aufbau der Prüfvorrichtung findet sich in Abbildung 4.6. Weitere Informationen zum Prüfverfahren können in Schukraft et al. [75] gefunden werden.

4.4.1.5 Digitale Bildkorrelation

Für alle mechanischen Zug- und Druckprüfungen wurde die Auswertung der Dehnung neben der Detektion der Querhauptverschiebung der Prüfmaschine oder des Videoextensiometers

mittels digitaler Bildkorrelation (engl. Digital Image Correlation (DIC)) ausgewertet. In dieser Arbeit wird, soweit nichts anderes bei den jeweiligen Ergebnissen angegeben, ausschließlich mit der Dehnung aus der DIC für die Zug- und Druckprüfung gerechnet.

Zur Detektion während der Versuche wurde zuvor ein Fleckenmuster (engl. Speckle-Pattern) auf die Probe gesprüht, das je nach Probengröße und Optik auf den Kameras des DIC-Systems (vom Typ Aramis Adjustable der Firma Carl Zeiss AG, Oberkochen, Deutschland) angepasst wurde. Es wurde mit den beiden Kamerasystemen 4M (2.358 x 1.728 Pixel) bzw. 12M (4.096 x 3.000 Pixel) gearbeitet, welche eine Bildrate von bis zu 100 fps sowie zwei 100 mm Objektive mit den entsprechenden Distanzringen haben (abhängig von der Messfeldgröße und jeweils vom Hersteller vorgegeben). Für ein Messfeld von 50 x 38 mm wurde bei den beiden 12M Kameras das Kalibrierobjekt CQ/CP20 55 x 44, ebenfalls vom Systemhersteller, verwendet. Der Arbeitsabstand betrug hierbei ca. 455 mm und die Distanzringe zwischen Kamera und Objektiv 37,5 mm. Für eine bessere Ausleuchtung der Probe wurden zusätzliche LED-Strahler (weiß oder blau) verwendet und Polfilter vor den Objektiven und auf den LED-Strahlern eingesetzt, um ungewünschte Reflexionen zu unterdrücken. Die Blende wurde dazu so weit geschlossen, dass bei einer Belichtungszeit von maximal 15 ms keine Überbelichtung mehr in der Falschfarbendarstellung auf der Oberfläche zu erkennen war. Um die Auflösung der Dehnung zu optimieren, wurden die Distanzringe zwischen Kamera und Objektiv auf bis zu 150 mm erweitert und der Arbeitsabstand so verändert, dass die Fokusebene auf der Probenoberfläche lag. Damit die,, durch die längeren Distanzringe veränderte Belichtung, bei diesem Aufbau ausreichend war, wurde die Probe mit zusätzlichen Strahlern ausgeleuchtet, die Blende weiter geöffnet und die Belichtungszeit auf bis zu 20 ms erhöht. Zur Verarbeitung der Daten wurde die Auswertesoftware GOM Correlate, ebenfalls von der Firma Carl Zeiss AG, Oberkochen, Deutschland, verwendet, um die lokale Dehnung auf der Probenoberfläche auszuwerten. Die Facettengröße für die Flächenkomponente, welche standardmäßig auf 19 Pixel festgelegt ist und die Facettenüberlappung auf 16 Pixel wurde entsprechend der Mustererkennung und vorhandenen Einschneideabweichung durch eine Erhöhung der Facettengröße auf bis zu 27 Pixel für die würfelförmigen Druckproben optimiert. Daneben wurden auch weitere optische Elemente, wie ein optisches Dilatometer verwendet, um den E-Modul auf der Probenoberfläche mit Hilfe der aufgenommenen Kraftdaten aus der Maschine zu berechnen.

4.4.2 In-situ-Druckprüfung im Computertomograph

Die in-situ-Vorrichtung mit einer maximalen Belastung von 25 kN auf Druck und Zug wurde am Institut für Materials Resource Management der Universität Augsburg konstruiert und von F. Thum et al. [220] ausführlich beschrieben. Für die Druckprüfung der oben genannten zylindrischen Durchdringungsverbundproben und Proben der keramischen Preform (vergleiche Tabelle 3.2) wurden Druckstempel aus Aluminiumoxidstäben mit einem Durchmesser von 6 mm verwendet und deren Stirnflächen poliert. Hinsichtlich der Untersuchung des Probenmaterials eignet sich Aluminiumoxid aufgrund des ähnlichen Röntgenabsorptionsverhaltens und der hohen Steifigkeit und Härte am besten als Druckstempelmaterial. Der Druckversuch wird durch einen Schrittmotor umgesetzt und durch ein LabView-Programm gesteuert, das auch die Daten des Versuchs (Kraft-Zeit und Weg-Zeit Signal) aufzeichnet. Die nominelle Dehnrate wurde analog zu den anderen Versuchen mit $10^{-3}\ \frac{1}{\mathrm{s}}$ gewählt. Die Laststufen für den Durchdringungsverbund wurden bei 235, 280, 315, 335 und 370 MPa bis zur maximalen Spannung und nach Abfall des Spanungsmaximums für fünf weitere Laststufen bei 360, 290, 240, 200 und 250 MPa gewählt. Für die keramische Preform wurden Laststufen bei 5, 9, 11, 16, 19, 21, 24, 29 und 33 MPa sowie nach dem Versagen untersucht. Der Aufbau ist in Abbildung 4.7 dargestellt.

Vor der Belastung der Probe und bei jedem Belastungsschritt wurden CT-Bilder mit einer Belichtungszeit von 2.000 ms aufgenommen, fünf gemittelte Bilder an jeder Position und 2.000 $\frac{\text{Positionen}}{360°}$. Um große Verschiebungen der Probe und damit verbundene Unschärfen während des CT-Scans zu vermeiden, wurde die Position des Druckstempels nach Erreichen der Belastungsstufen und während des Scans fixiert. Der Scan wurde zudem erst einige Minuten nach Erreichen der Belastungsstufe gestartet, um Spannungen im Material durch plastische Verformung abzubauen und einen stabilen Zustand während des CT-Scans zu erreichen.

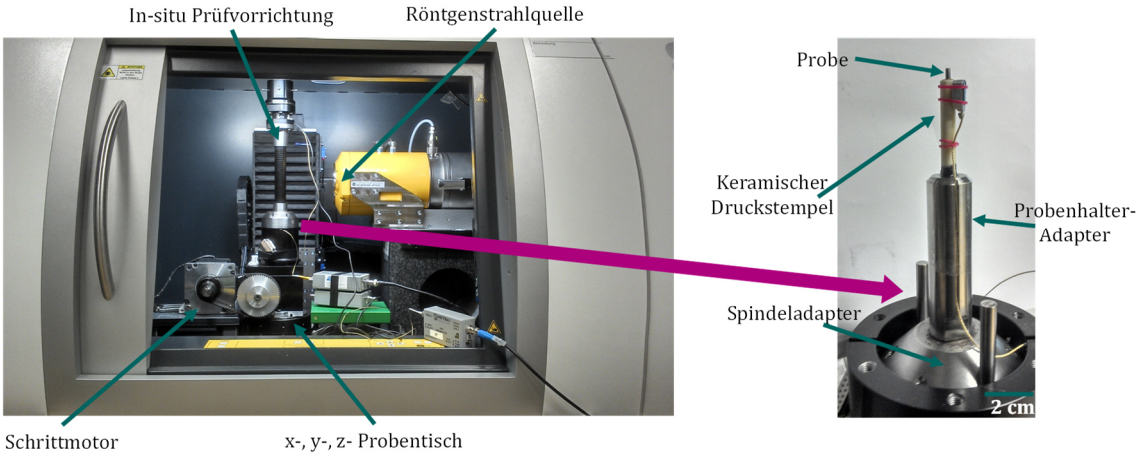


Abbildung 4.7 Aufbau der in-situ-CT-Messung innerhalb der Messkammer (links). Ein detaillierter Einblick ins Innere der Prüfvorrichtung mit dem unteren Stempel und der Probe (rechts). Entnommen aus Schukraft et al. [96].

4.4.3 In-situ-Zug- und Druckprüfung im Rasterelektronenmikroskop

Für die in-situ-Versuche wurde ein Zug-/Druckmodul vom Typ MZ.Mb-200714-DS der Firma Kammrath & Weiss GmbH, Schwerte, Deutschland, verwendet. Das Modul ist mit einer 10 kN-Kraftmessdose mit einer Genauigkeit von ± 1 N und einem Linearglasmaßstab von 45 mm Länge, sowie einer optischen Auflösung von 0,1 µm ausgestattet. Die Verfahrgeschwindigkeit ist von 0,1 bis 20 $\frac{\mu m}{s}$ einstellbar, wobei über ein Doppelschneckengetriebe beide Querhäupter symmetrisch verfahren werden können und die Probenmitte so im Idealfall auf derselben Position bleibt. Die Versuchsaufbauten für die in-situ-Prüfung sind in Abbildung 4.8 und Abbildung 4.9 dargestellt. Die Kraft und Querhauptverschiebung als eine Funktion der Zeit wird vom System aufgezeichnet und kann mit Eingabe der Probengeometrie in Spannung und Dehnung umgerechnet werden. Die Druckversuche wurden wegkontrolliert mit einer Geschwindigkeit von 0,5 $\frac{\mu m}{s}$ und die Zugversuche ebenfalls wegkontrolliert mit einer Geschwindigkeit von 0,25 $\frac{\mu m}{s}$ durchgeführt, wobei für einzelne Laststufen gezielte Kräfte bzw. die entsprechenden Spannungen, bezogen auf die Probengeometrie, angefahren wurden. Unter Druck wurden die Laststufen 100, 200, 290 und 320 MPa angefahren, sowie nach dem Spannungsmaximum zwei weitere Stufen bei 310 und 280 MPa. Unter Zug wurden die Laststufen in deutlich geringeren Abständen gewählt, sodass mögliche Schädigungsentwicklungen bis hin zum Bruch nachvollzogen werden konnten. Da das Probenversagen unter Zug deutlich weiter streute, wurden die Laststufen während des Versuchs, in Abhängigkeit der Entwicklung der Spannungs-Dehnungskurve, gewählt. Die häufigsten Laststufen bei einer Probe waren 10, 25, 50, 75, 85, 100, 105, 110, 115, 120 und 125 MPa.

Die Druckstempel mit einer Haltevorrichtung für die Probe während des Einbaus in das Modul wurden im Rahmen des Forschungsprojektes, das dieser Arbeit zugrunde liegt, entworfen und von der institutsinternen Werkstatt gefertigt (siehe Abbildung 4.8, rechts). Sie wurden aus einem gehärteten X 153 CrMoV 12 Werkzeugstahl (62 − 2 HRC) gefertigt.

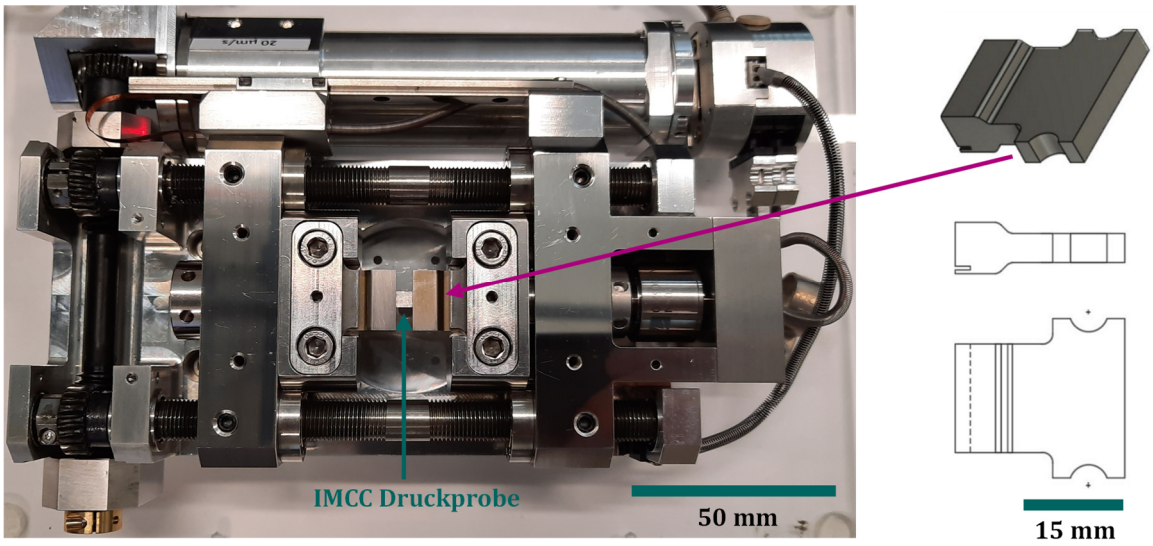


Abbildung 4.8 In-situ-REM-Stage mit eingebauten Druckstempeln und Probe. Rechts ist die technische Zeichnung der Druckstempel zu sehen. Entnommen aus [194].

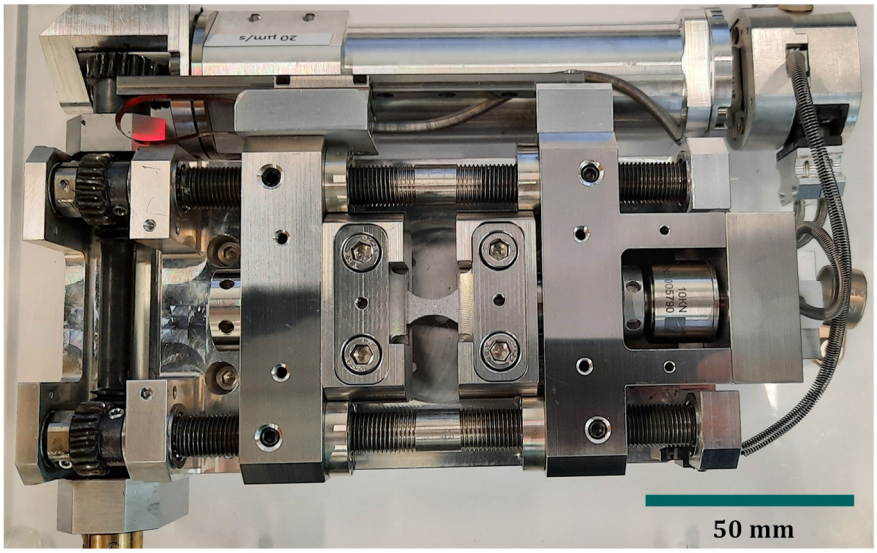


Abbildung 4.9 In-situ-REM-Stage mit eingebauter, gekerbter Zugprobe. Entnommen aus [194].

4.5 Untersuchung der thermischen Eigenschaften

In diesem Kapitel werden alle experimentellen Methoden ausgeführt, welche zur Untersuchung der thermischen Eigenschaften und der Bestimmung des thermischen Einflusses auf die weiteren Eigenschaften dienen, wie z.B. die elastischen Eigenschaften unter erhöhter Temperatur und die Veränderung der mechanischen Eigenschaften durch eine Wärmebehandlung.

4.5.1 Wärmebehandlung

Zur Wärmebehandlung der ausscheidungshärtbaren AlSi10Mg-Legierung und der metallischen Phase im Metall-Keramik-Durchdringungsverbund wurden diese einer T6-Wärmebehandlung unterzogen. Das Lösungsglühen wurde in einem Drei-Zonen-Abschreckofen in einer vertikalen Röhre durchgeführt (siehe Abbildung 4.10, links), der durch eine Temperaturkontrolle in jeder Zone auf ein Kelvin genau gesteuert werden kann. In den auf 535 °C vorgeheizten und eingeregelten Ofen wurden die Proben für 6 Stunden an Stahldrähten in die mittlere Zone gehängt, um ein möglichst deckungsgleiches Soll-Ist-Temperaturprofil zu erzielen. Nach 6 Stunden wurde die untere Öffnung am vertikalen Ofenrohr geöffnet und die Proben durch Abschneiden der Stahldrähte in einem darunter befindlichen Wasserbecken abgeschreckt. Im Anschluss wurden die Proben in einem vorgeheizten Becherglas mit Wärmeträgeröl vom Typ Fragoltherm X-400-A, der Firma Fragol AG, Mülheim, Deutschland, bei 165 °C für 6 Stunden angelassen. Eine Übersicht des Temperatur-Zeit-Profils der Wärmebehandlung findet sich in Abbildung 4.10, rechts im Diagramm.

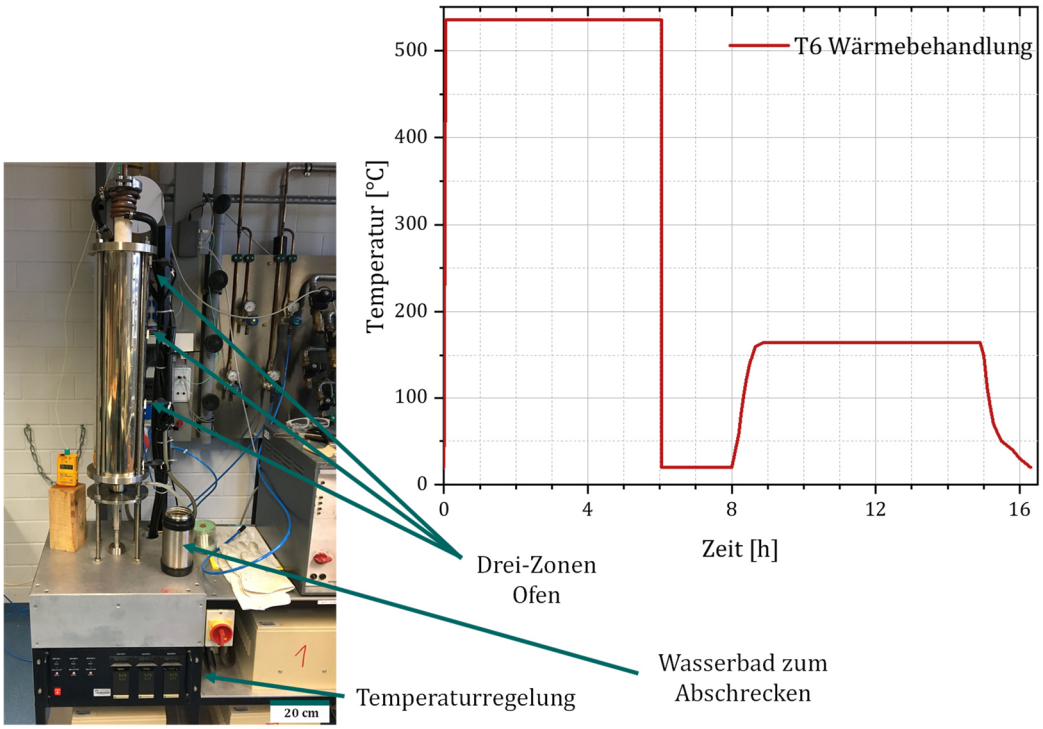


Abbildung 4.10 Foto des Abschreckofens mit vertikaler Röhre (links) und schematisches Temperaturbehandlungsprofil mit den wichtigen Größen auf der Temperatur- und Zeitachse (rechts).

4.5.2 Bestimmung der Wärmekapazität

Die Wärmekapazität der untersuchten Materialien wurde mittels dynamischer Wärmestromdifferenzkalometrie (engl. Differential Scanning Calorimetry (DSC)) bestimmt. Hierbei kam ein Gerät vom Typ DSC 214 Polyma der Firma NETZSCH-Gerätebau GmbH, Selb, Deutschland, zum Einsatz. Als Messprogramm wurde Netsch 214 in der Version 8.0.1 genutzt. Die Auswertung wurde in Netsch Proteus 8.0.1, ebenfalls von NETZSCH-Gerätebau GmbH, Selb, Deutschland, durchgeführt.

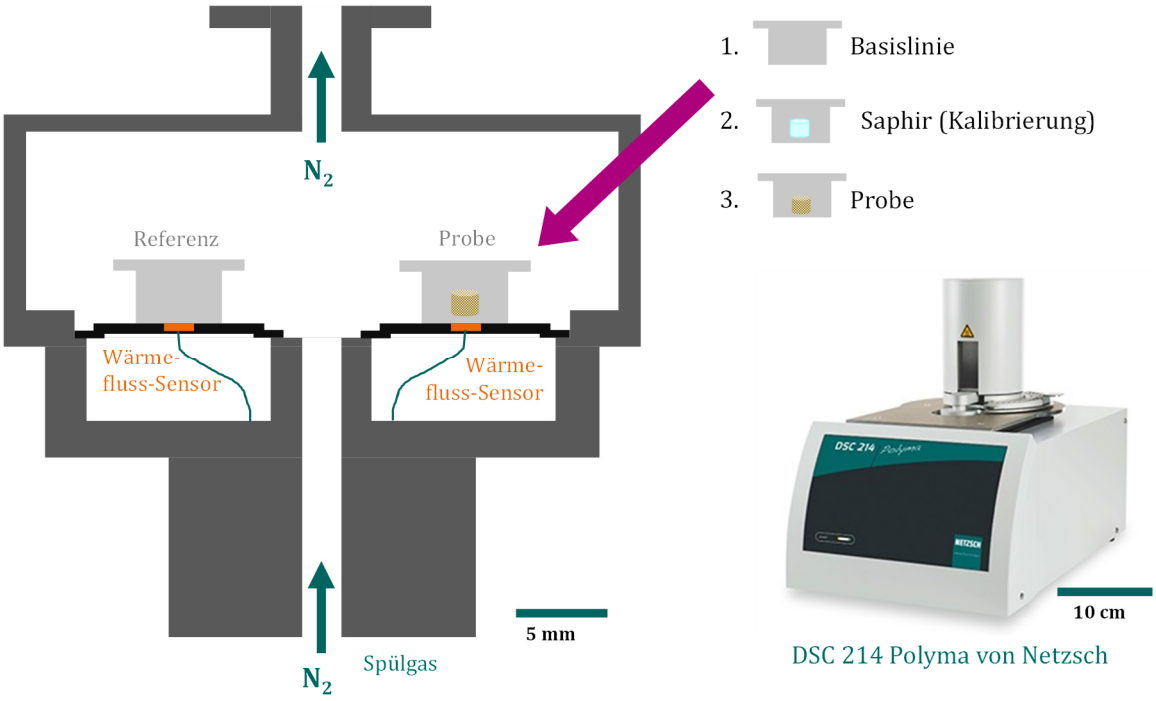


Abbildung 4.11 Schematischer Aufbau der DSC-Messkammer mit Referenztiegel, sowie Probentiegel und der entsprechenden Messreihenfolge (oben rechts). Unten rechts ist das entsprechend verwendete Gerät dargestellt (aus [221]).

Der schematische Aufbau des Messgeräts ist in Abbildung 4.11 gezeigt. In Anlehnung an DIN 51007:2019-4 [222] wurden zwei Leermessungen mit zwei identischen Tiegeln ohne Probe durchgeführt. Dabei wurden isotherme Haltezeiten an den Anfangs- und Endtemperaturen von 10 min eingehalten, um die Temperatur zu stabilisieren und den Wärmefluss auf Null zu reduzieren. Die Anfangstemperatur betrug 0 °C. Geheizt wurde auf 120 °C mit einer Heizrate von $10\,\frac{K}{min}$. Die Kühlrate von 120 auf 0 °C betrug ebenfalls $10\,\frac{K}{min}$. Eine Stickstoffatmosphäre mit einem Spülgasfluss von $40\,\frac{\mathrm{mL}}{\mathrm{min}}$ wurde als Schutzgasatmosphäre während der gesamten Messung verwendet. Anschließend wurde eine Korrekturmessung mit einem leeren Tiegel und einem Tiegel mit einer Saphir-Referenzprobe, bekannter Wärmekapazität $c_{p,Saphir}$ [223] durchgeführt. Danach wurden in zwei ebenfalls identischen Tiegeln, einer der Tiegel mit der zu untersuchenden Probe bekannter Masse (ca. 25 mg) und der andere leer als Referenz mit dem oben beschriebenen Temperaturprogramm gemessen. Aus den unterschiedlichen Wärmemengen, die für den jeweiligen Tiegel benötigt wird, um dieselbe Temperatur zu erreichen, ergibt sich ein Unterschied im Wärmefluss θ, welcher weitestgehend konstant bleibt. Dieser Unterschied wurde mit einem Thermoelement gemessen und für die Berechnung der Wärmekapazität der Probe verwendet. Diese ist in Gleichung 23 exemplarisch für den Metall-Keramik-Durchdringungsverbund gegeben, wobei θ_0 die Basislinie des Wärmeflusses aus der Leermessung, θ_{Saphir} den Wärmefluss der Kalibriermessung mit Saphir und θ_{IMCC} den Wärmefluss der Probenmessung mit dem Durchdringungsverbund darstellt:

$$C_{p,\,IMCC} = \frac{\theta_{IMCC} - \theta_0}{\theta_{Saphir} - \theta_0} \cdot \frac{m_{Saphir}}{m_{IMCC}} \cdot C_{p,Saphir} \tag{23}$$

4.5.3 Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit

Die Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit erfolgt mittels Laser-Flash-Analyse (LFA). Mit Hilfe der Wärmekapazität kann daraus die Berechnung der Wärmeleitfähigkeit erfolgen. Ein schematischer Aufbau des verwendeten Messgeräts vom Typ LFA 1.000 der Firma Linseis Messgeräte GmbH, Selb, Deutschland ist in Abbildung 4.12 gezeigt. Mit einem Nd:YAG-Laser wird ein Energieimpuls (2 ms Trapez-Laserpuls) auf eine Probenoberfläche gebracht, wodurch sich diese erwärmt. Die daraus resultierende Temperaturänderung an der dem Laser abgewandten Probenseite wird von einem Infrarot-Detektor gemessen. In der Messsoftware AproSoft LFE v.1.0.6, ebenfalls von Linseis Messgeräte GmbH, Selb, Deutschland kann aus dem gemessenen Signal am Infrarot-Detektor eine Fit-Kurve errechnet werden, aus der sich die Halbwertszeit $\tau_{1/2}$ und nach Parker [224] in der numerisch approximierten Gleichung gemeinsam mit der Probendicke d, die Temperaturleitfähigkeit a ergibt. Zusammen mit der Wärmekapazität C_p und der Probendichte ρ ergibt sich die Wärmeleitfähigkeit λ:

$$\lambda = C_p \cdot \rho \cdot a, \qquad mit\ a = \frac{1{,}38 \cdot d^2}{\pi^2 \cdot \tau_{1/2}} \tag{24}$$

Die Messung wurde nach dem Normentwurf ASTM E1461-13 [225] bei Raumtemperatur und 100 °C durchgeführt.

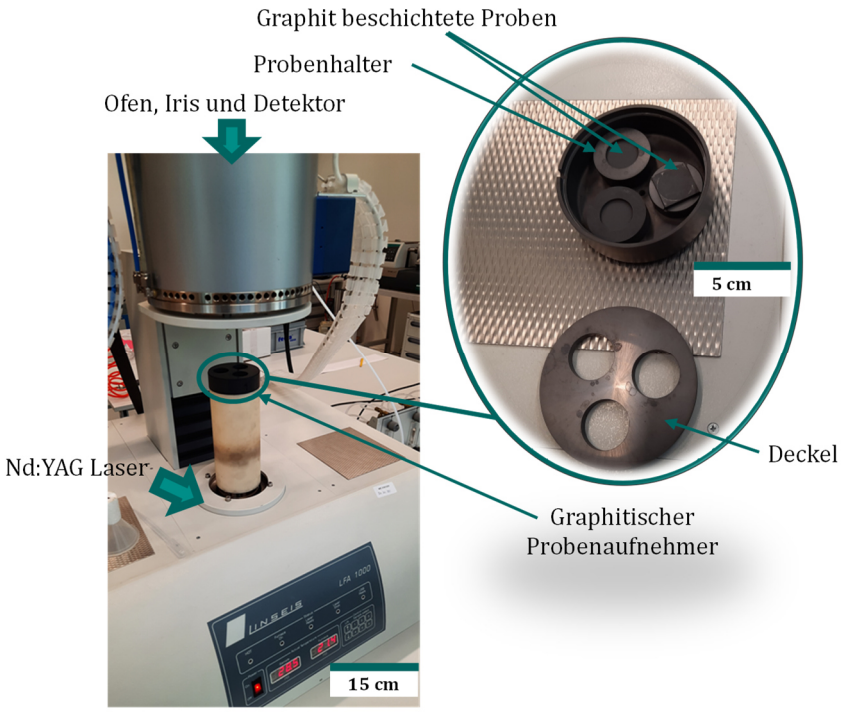


Abbildung 4.12 Aufbau der Laser-Flash-Analyse (LFA), mit vergrößertem graphitischen Probenhalter (rechts). Nach [K4].

4.5.4 Bestimmung des Wärmeausdehnungskoeffizienten

Die Bestimmung des differentiellen Wärmeausdehnungskoeffizienten erfolgte mit einem Dilatometer vom Typ Dil 402, der Firma Netzsch, Selb, Deutschland, in Anlehnung an DIN 51045:2005-08 [226]. Die Probe wurde mit einer Klemmkraft von 200 mN zwischen einem festen Ende und dem Messstempel geklemmt. Die Versuche fanden vollständig unter

Stickstoffatmosphäre statt, die während des gesamten Experiments mit einer Durchflussrate von 20 $\frac{\mathrm{mL}}{\mathrm{min}}$ gehalten wurde. Der Versuch wurde mit einer Heiz- und Kühlrate von 5 $\frac{K}{min}$ in einem Bereich von 0 bis 500 °C gefahren. Um die Temperatur am Maximum zu stabilisieren und Schwankungen auszugleichen, welche durch das Einschalten eines Vortexkühlers für einen kontinuierlichen Kühlprozess entstehen können, wurde eine isotherme Haltezeit von 10 min bei der Maximaltemperatur in den Programmablauf eingebaut. Zur Kalibrierung des Geräts wurde eine Referenzmessung mit reinem Aluminiumoxid vom Gerätehersteller an dem oben beschriebenen Temperaturprogramm durchgeführt.

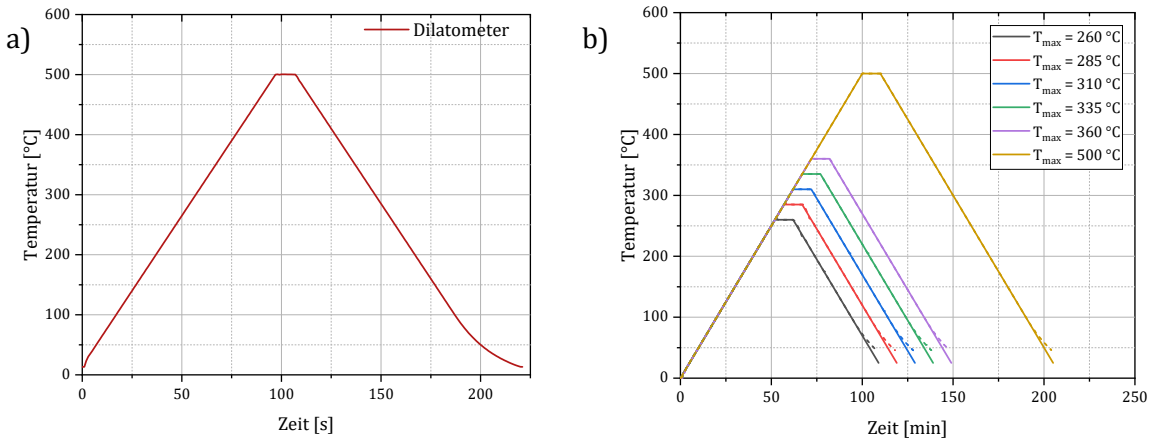


Abbildung 4.13 a) und b). Repräsentatives Temperatur-Zeit-Diagramm eines Heizzyklus während der Dilatometermessung. a) Bei 500 °C Maximaltemperatur. b) Bei unterschiedlichen Maximaltemperaturen mit Soll- und Ist-Verlauf (gestrichelte Linien) für den Durchdringungsverbund. a) entnommen aus [138] und b) aus [137].

Eine Kurve des Temperaturverlauf eines thermischen Zyklus ist in Abbildung 4.13 a) dargestellt und zeigt eine kontinuierliche Abkühlrate bis auf 50 °C. Daten der Längenänderung ($\frac{dL}{L_0}$), Temperatur T, Zeit t und Kontaktkraft des Messstempels wurden mit der Länge des Probekörpers ($L_0 = L_{T=25°C}$) bei Raumtemperatur aufgezeichnet. Der differentielle Wärmeausdehnungskoeffizient α_{th} wird anschließend durch die Temperaturableitung der thermischen Dehnung bestimmt:

$$\alpha_{th}(T) = CTE(T) = \frac{dL}{L_0}\frac{d}{dT} \tag{25}$$

Darüber hinaus wurden Zyklen mit unterschiedlicher Maximaltemperatur gefahren, deren Temperatur-Zeitverlauf in Abbildung 4.13 b) dargestellt wird. Auch hier wurden nichtlineare Heiz- und Kühlbereiche aus den dargestellten Ergebnissen entfernt.

Neben dem Dilatometer wurde das bereits in Kapitel 4.4.3 erwähnte in-situ-REM Zug-/Druckmodul vom Typ MZ.Mb-200714-DS mit dem Heizmodul, ebenfalls von der Firma Kammrath & Weiss GmbH, Schwerte, Deutschland, und das Quattro ESEM der Firma Thermofisher Scientific, Waltham, USA, verwendet, um die Wärmeausdehnung und die mikrostrukturellen Vorgänge auf der Probenoberfläche zu untersuchen. Der gesamte Messaufbau befindet sich am Institut für Test und Simulation von Gasturbinen, am Deutschen Zentrum für Luft- und Raumfahrt, Augsburg. Die Experimente wurden kraftgesteuert mit 0 N durchgeführt und die Temperatur, Kraft und die Dehnung (gemessen an der Traverse des Versuchsaufbaus mit einem linearen Encoder) aufgezeichnet. Hochauflösende Bilder wurden bei jedem Temperaturschritt an drei verschiedenen Positionen auf der Probe aufgenommen sowie ein Übersichtsbild des beheizten Probenausschnittes. Das Zeit-Temperatur-Diagramm ist in Abbildung 4.14 dargestellt. Um Gleichgewichtsbedingungen an der jeweiligen

Temperaturstufe zu erreichen, wurde eine Haltezeit in den Ablauf eingebaut, bevor die REM-Bilder aufgenommen wurden. Die ersten Temperaturstufen wurden in 25 K Schritten bis 350 °C gefahren. Anschließend wurde auf 50 K Schritte bis zur Maximaltemperatur von 500 °C erhöht. Beim Abkühlen wurden die aus den Dilatometrieexperimenten bereits bekannten, interessanten Bereiche intensiver untersucht, indem in diesem Bereich die Temperaturstufendichte erhöht wurde. Die weiteren Zyklen wurden ausschließlich bei 50 und 500 °C mikroskopisch untersucht. Ein Zyklus mit dem Erreichen des thermischen Gleichgewichts an beiden Temperaturen dauerte ca. 45 min.

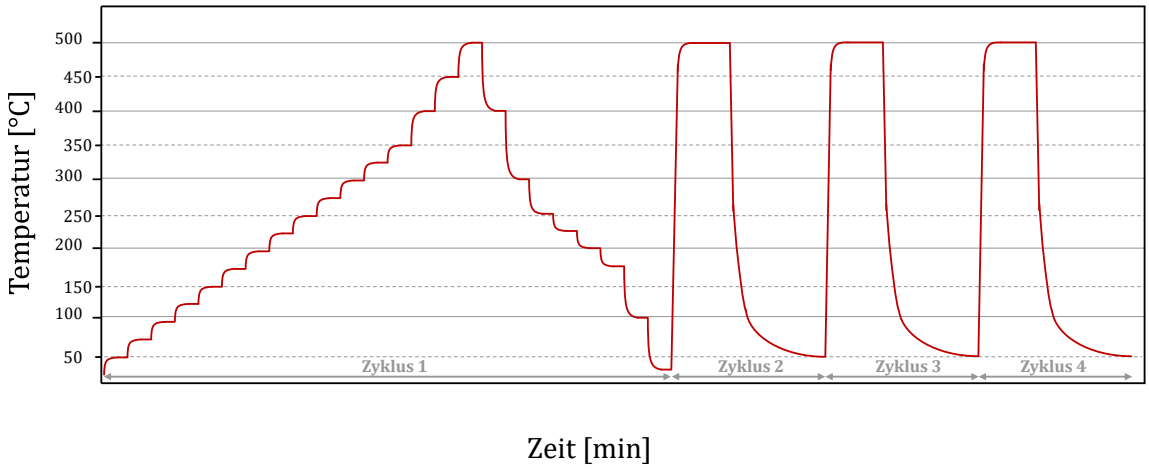


Abbildung 4.14 Schematische Darstellung des Temperatur-Zeit-Diagramms der in-situ-REM Dilatometerversuche. Entnommen aus [138].

Für die Beschleunigungsspannung wurden 10 kV, für den Strahlstrom ca. 100 pA, eine Spotgröße von 3,5 und eine Aufnahmedauer von 45 µs im Sekundärelektronenmodus mit einem ETD-Detektor gewählt. Der Maßstab ist in jedem Bild angegeben. Die Software ARAMIS Professional der Firma Carl Zeiss AG, Oberkochen, Deutschland, wurde verwendet, um das Dehnungsfeld auf der Probenoberfläche auszuwerten. Dazu wurden die SEM-Bilder mit einer Auflösung von 1536 x 1094 Pixeln in die Software importiert und die Facettengröße wurde auf 31 Pixel und der Punktabstand auf 16 Pixel entsprechend dem mikrostrukturellen Oberflächenmuster gewählt. Die Pixellänge entspricht 675 nm innerhalb der Bilder.

Abschließend wurde ein Vergleich zu analytischen Modellen durchgeführt, welche auf Basis der Eigenschaften der einzelnen Komponenten den Wärmeausdehnungskoeffizienten des Verbundwerkstoffes berechnen. Turner [227], Kerner [228] und Schapery [229] entwickelten hierfür grundlegende Modelle, welche in den letzten Jahrzehnten ergänzt und erweitert wurden (vergleiche beispielsweise Park et al. [230]) und auch für die Weiterentwicklung von Metall-Keramik-Verbundwerkstoffen angewandt wurden (vergleiche beispielsweise Tayebi et al. [231]). Von den unterschiedlichen Modellen wird das Modell nach Turner und der untere Grenzwert nach Schapery in dieser Arbeit angewandt, da diese in der Literatur am erfolgreichsten in Zusammenhang mit Durchdringungsverbunden verwendet werden (vergleiche Balch et al. [142]).

Nach Scharpery lässt sich die untere Grenze des Wärmeausdehnungskoeffizienten wie folgt bestimmen (vergleiche ebenfalls Tayebi et al. [231]):

$$\alpha_{IMCC}^{uG,S}(T) = \alpha_{Al_2O_3}(\mathrm{T}) + \frac{E_{AlSi10Mg}}{E_{IMCC}^{oG,S}} \cdot \frac{\left(E_{Al_2O_3} - E_{IMCC}^{oG,S}\right) \cdot \left(\alpha_{AlSi10Mg}(T) - \alpha_{Al_2O_3}(T)\right)}{\left(E_{Al_2O_3} - E_{AlSi10Mg}\right)} \qquad (26)$$

wobei

$$E_{IMCC}^{oG,S} = E_{Al_2O_3} + \frac{c_{v,AlSi10Mg}}{\left(\frac{1}{E_{AlSi10Mg} - E_{Al_2O_3}} + \frac{c_{v,Al_2O_3}}{E_{Al_2O_3} + \frac{4}{3} \cdot G_{Al_2O_3}}\right)} \quad (27)$$

ist.

Dabei beschreibt $\alpha_{IMCC}^{uG,S}$ den Wärmeausdehnungskoeffizienten für die untere Grenze nach Schapery, die Indizes $IMCC$, $AlSi10Mg$ und Al_2O_3 den Durchdringungsverbund, die Aluminiumlegierung und die keramische Preform, $\alpha(T)$ die temperaturabhängigen Wärmeausdehnungskoeffizienten entsprechend der Indizes für die Komponenten und E den Elastizitätsmodul, ebenfalls entsprechend der Indizes für die Komponenten und den Durchdringungsverbund. $E_{IMCC}^{oG,S}$ beschreibt den E-Modul für die obere Grenze für den Durchdringungsverbund nach Schapery (abgeleitet aus der Hashin-Shtrikman Beziehung [232]), wobei hierfür zusätzlich der Volumenanteil der Komponenten c_v und der Schubmodul $G_{Al_2O_3}$ der keramischen Preform notwendig ist.

Nach Turner berechnet sich der Wärmeausdehnungskoeffizient etwas einfacher, ohne den Einbezug des Schubmoduls, für Verbundwerkstoffe (vergleiche ebenfalls Tayebi et al. [231]):

$$\alpha_{IMCC}^{Turner}(T) = \frac{\left(c_{v,Al_2O_3} \cdot \alpha_{Al_2O_3}(T) \cdot E_{Al_2O_3} + c_{v,AlSi10Mg} \cdot \alpha_{AlSi10Mg}(T) \cdot E_{AlSi10Mg}\right)}{\left(c_{v,Al_2O_3} \cdot E_{Al_2O_3} + c_{v,AlSi10Mg} \cdot E_{AlSi10Mg}\right)} \quad (28)$$

4.5.5 Bestimmung der elastischen Eigenschaften unter erhöhter Temperatur

Neben der Ultraschallphasenspektroskopie, welche durch die maximale Einsatztemperatur der Sensoren in ihrem thermischen Untersuchungsspektrum begrenzt ist, wurde die Analyse der Resonanzfrequenzdämpfung (RFDA) verwendet, um die elastischen Eigenschaften im Temperaturspektrum von 50 bis 500 °C zu untersuchen. Die Messungen wurden am Deutschen Zentrum für Luft- und Raumfahrt, Institut für Werkstoff-Forschung in Köln, Deutschland, durchgeführt. Die grundlegenden Biege- und Torsionsresonanzfrequenzen wurden bei Raum- und Hochtemperatur mit einem RFDA Professional und einem RFDA HT1600 Messgerät der Firma IMCE NV, Genk, Belgien, gemessen. Die Frequenzen wurden zur Berechnung der elastischen Eigenschaften wie Elastizitätsmodul E, Schermodul G und Querkontraktionszahl ν verwendet. E und G lassen sich aus der Probenmasse m, der Länge L, der Breite b, der Dicke d und den Grundfrequenzen für Biegung f_b und Torsion f_t berechnen. Die Korrekturfaktoren T_1 und R wurden nach der ASTM E1876-15 [233] berechnet:

$$E = 0.9465 \cdot \left(\frac{m \cdot f_b^2}{b}\right) \cdot \left(\frac{L^3}{d^3}\right) \cdot T_1 \quad (29)$$

$$G = \frac{4 \cdot L \cdot m \cdot f_t^2}{b \cdot d} R \quad (30)$$

Für ein isotropes Material kann die Poissonzahl ν aus dem Elastizitäts- und Schermodul nach Gleichung 31 ermittelt werden:

$$\nu = \frac{E}{2 \cdot G} - 1 \quad (31)$$

Die Messungen bei Raumtemperatur (RT) wurden mit einem 3 mm großen Metallprojektil mit einem Auflagerabstand von 30 mm und einer Impulsleistung von 50 % durchgeführt. Für die Hochtemperaturmessungen (HT) wurde ein 3 mm Al_2O_3-Projektil mit einem Auflagerabstand von 33 mm und einer Impulsleistung von 50 % verwendet. Um die Biege-

und Torsionsfrequenzen gleichzeitig zu bestimmen, wurden die automatische Anregungseinheit und das Mikrofon bei den RT- und HT-Messungen an diagonal gegenüberliegenden Ecken positioniert. Für das HT-Experiment wurden alle 5 K in der Heiz- und Abkühlphase und für ausgewählte Proben zusätzlich alle 60 min während der Verweilzeit Einzelmessungen durchgeführt (siehe Abbildung 4.15 a)). Die thermische Ausdehnung der Proben bei den HT-Messungen wurde bei der Berechnung nicht berücksichtigt, da der Unterschied zwischen der korrigierten und der unkorrigierten Kurve des Elastizitätsmoduls mit $< 0{,}5$ GPa zwischen allen einzelnen Messpunkten gering war. Darüber hinaus wurden Proben nach dem Profil der RFDA-Heizkurve und Haltezeit aufgeheizt und anschließend mit Druckluft und in Silikonöl abgeschreckt (siehe Abbildung 4.15 b)).

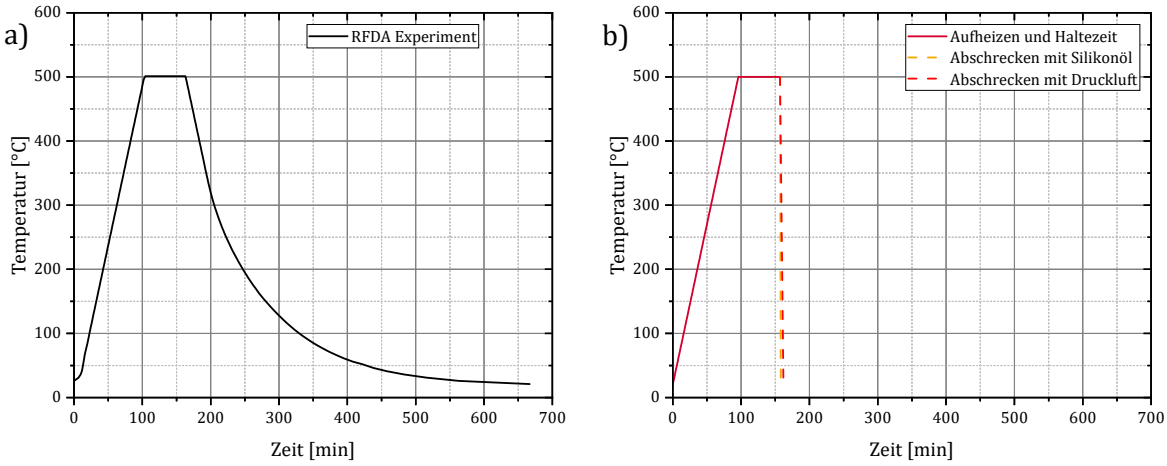


Abbildung 4.15 a) und b). a) Temperaturprofil der RFDA-Experimente mit konstanter Heizrate von 5 K/min, einer 60-minütigen Verweilzeit und einer von 5 K/min abfallende Kühlrate unterhalb von 300 °C. b) Schematische Darstellung der Abschreckversuche zur weiteren Untersuchung der E-Modulentwicklung. Die Temperatur wurde während des Abkühlens nicht gemessen. Entnommen aus [137].

4.6 Bestimmung des thermo-mechanischen Ermüdungsverhaltens

Das thermo-mechanische Ermüdungsverhalten wurde als Auftragsmessung in der Abteilung Schwingfestigkeit des Instituts für Angewandte Materialien - Werkstoffkunde, am Karlsruher Institut für Technologie durchgeführt. Hierzu wurde eine Universalprüfmaschine der Firma Zwick&Roell, Ulm, Deutschland, verwendet. Neben dem elektromechanischen Antrieb zum Aufbringen mechanischer Kräfte wurde ein induktives Heizsystem mit einem Hochfrequenzgenerator vom Typ TIG 10/300 der Firma Trumpf Hüttinger, Ditzingen, Deutschland, und der Leistung von 10 kW verwendet. Zur Temperaturmessung wurde ein Thermoelement vom Typ K (Nickel-ChromNickel) eingesetzt, das in einem Umschlingungswinkel von mindestens 180° um die Probe gelegt wurde. Ein PID-Regler vom Typ Dicon 1.000, der Firma Jumo, Fulda, Deutschland, wurde für die Temperaturregelung des dreieckförmigen Temperatur-Zeit-Verlaufs verwendet. Die Heiz- und Kühlrate betrug jeweils $10\,\frac{K}{s}$. Um die Probe beim Abkühlen innerhalb der Kühlrate zu halten, wurde eine aktive Kühlung mit Druckluft verwendet, die über ein Proportionalventil die Probe über angepasste Düsenaufsätze kühlte (siehe Abbildung 4.16).

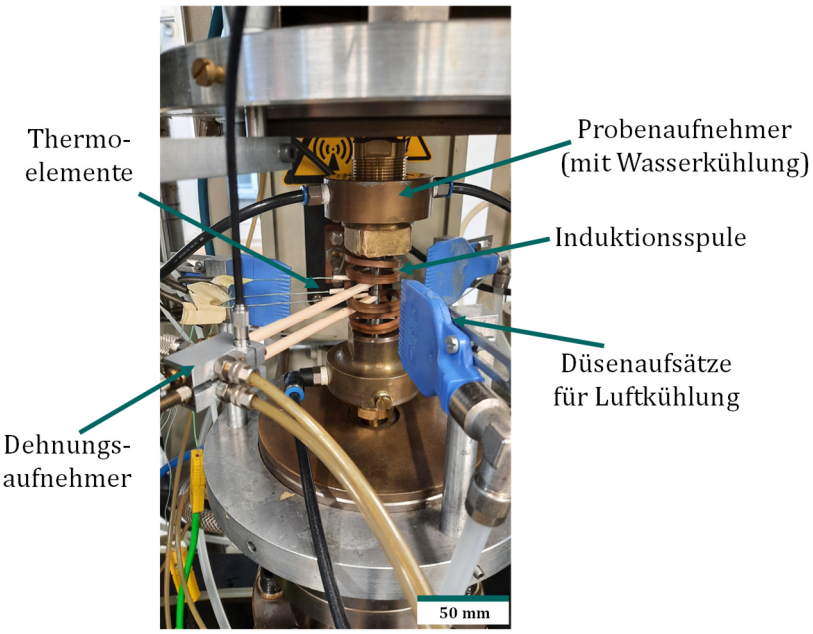


Abbildung 4.16 Foto vom Aufbau der thermo-mechanischen Ermüdungsprüfung mit eingebauter Probe.

Die Versuche an den Rundzugproben wurden totaldehnungskontrolliert gefahren, was einer vollständigen Behinderung der thermischen Dehnung entspricht (Out-of-Phase, vergleiche Kapitel 2.4.3). Die Temperatur wurde in einem Temperaturbereich zwischen 50 °C und der Maximaltemperatur zykliert, wobei für die Maximaltemperatur Temperaturen von 200 bis 400 °C gewählt wurden.

Um die thermische Dehnung für das jeweilige Zyklieren mit entsprechender Maximaltemperatur zu bestimmen, wurden in einer ersten Phase fünf Zyklen kraftkontrolliert gefahren und die Kraft bei 0 N gehalten. Die Dehnung an der Minimaltemperatur von 50 °C wurde dabei genullt und gilt als Bezugsgröße:

$$\varepsilon^{th}(50\,°C) = 0\,\% \tag{32}$$

Aus dem vierten der fünf Zyklen wurde die thermische Dehnung bei der jeweiligen Temperatur ermittelt, die als Grundlage für die anschließende Prüfung diente. Für die thermo-mechanische Prüfung wurde eine dehnungskontrollierte Versuchsführung gewählt, wobei die Totaldehnung ε_t bei 0 % gehalten wurde. Die Versuche wurden bis zu einer Grenzlastspielzahl $N_G = 5 \cdot 10^3$ oder bis zum bereits zuvor eintretenden Versagen der Probe durchgeführt. Eine schematische Darstellung der kraft- und dehnungskontrollierten Phasen ist in Abbildung 4.17 dargestellt. Die vollständige Behinderung der thermischen Dehnung entspricht in der Prüfung der thermo-mechanischen Eigenschaften der höchsten, verwendbaren Belastungsart (vergleiche „Code of Practice EUR22281EN“ oder Hahner et al. [156]). Aus den aufgenommenen Versuchsdaten können unter anderem Hystereseschleifen der einzelnen Zyklen ermittelt werden, aus denen sich die Spannungsamplitude σ_a und die Mittelspannung σ_m ablesen lassen.

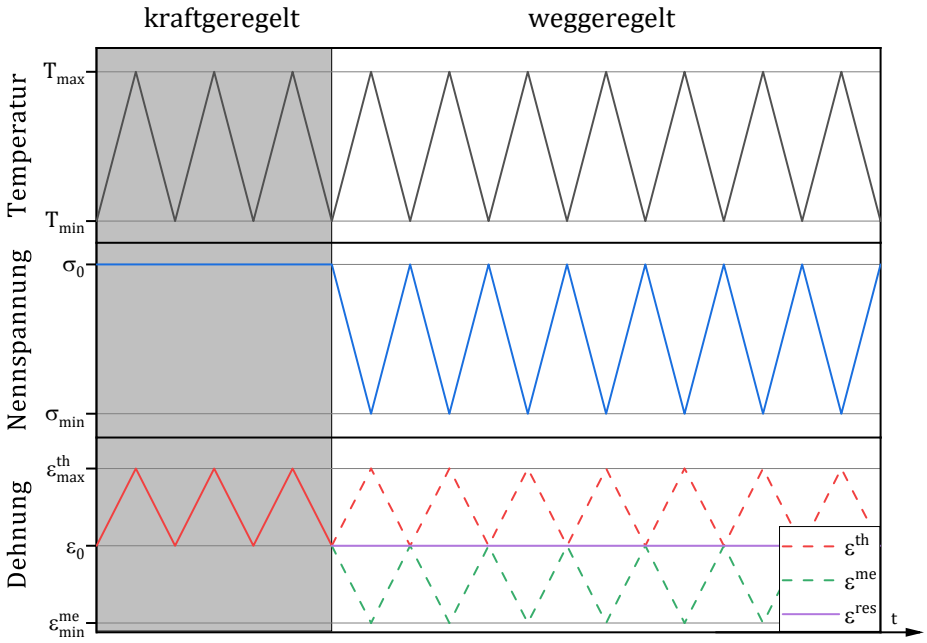


Abbildung 4.17 Schematischer Ablauf der TMF-Prüfung mit einer kraftgeregelten Vorprüfung zur Bestimmung der thermischen Dehnung und einer weggeregelten Prüfung mit Totaldehnungsbehinderung durch mechanische Kompensation der thermischen Dehnung. Nach [K4].

Um die mechanische Totaldehnungsamplitude $\varepsilon_{a,t}^{me}$ oder die plastische Dehnungsamplitude $\varepsilon_{a,p}$ zu berechnen, ist es notwendig, den Zusammenhang der Totaldehnung ε_t aus der mechanischen ε^{me} und thermischen Dehnung ε^{th} aufzustellen:

$$\varepsilon_t = \varepsilon_t^{me} + \varepsilon^{th} \tag{33}$$

Daraus ergibt sich für die mechanische Totaldehnung in Abhängigkeit der Temperatur:

$$\varepsilon_t^{me}(\mathrm{T}) = \varepsilon_t - \varepsilon^{th}(T) \tag{34}$$

Eine Darstellung zur Umrechnung des Spannungs-Temperatur-Zyklus in einen Spannungs-Dehnungs-Zyklus ist entsprechend in Abbildung 4.18 gegeben.

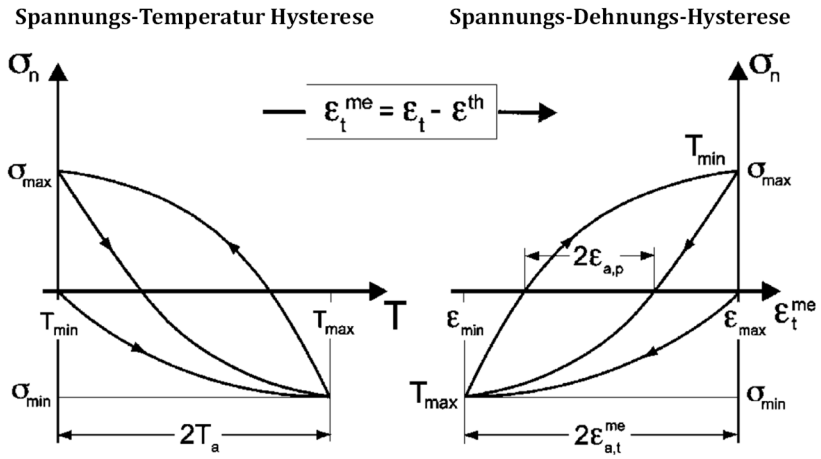


Abbildung 4.18 Grafische Darstellung der Umrechnung aus der Spannungs-Temperatur-Hysterese hin zur Spannungs-Dehnungs-Hysterese. Aus dieser können wichtige Kenngrößen, wie die mechanische Totaldehnung und die plastische Dehnungsamplitude, abgelesen werden. Aus [71].

4.7 Bestimmung des Selbstheilungspotentials

Um den Durchdringungsverbund auf sein Heilungs- bzw. Selbstheilungspotential zu untersuchen, mussten die Proben zunächst gezielt vorgeschädigt werden. Dann wurden diese Proben verschiedenen Heilungsversuchen unterzogen. Die Mikrostruktur der Proben wurde mittels Computertomographie im geschädigten Zustand und nach den Heilungsversuchen untersucht, um die Wirksamkeit der (Selbst-)Heilungsansätze zu interpretieren. Mit Hilfe der Avizo-Software wurde ein Algorithmus entwickelt, der die 3D-Visualisierung und Quantifizierung der Rissvolumina im interpenetrierenden Verbundwerkstoff ermöglicht (CT-Parameter sind in Tabelle 4.1 gegeben). Eine Übersicht des Vorgehens zum Rissabgleich ist in Abbildung 4.19 gegeben:

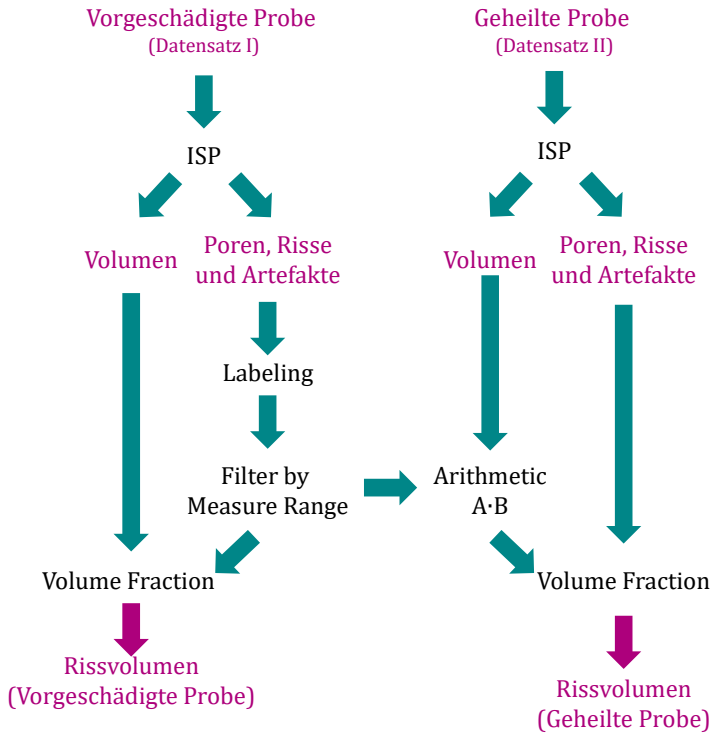


Abbildung 4.19 Schematische Darstellung der Auswerteroutine zur quantitaiven Bestimmung des Heilungserfolgs der CT-Daten mit Avizo. Module mit Eigennamen in Avizo sind in schwarz dargestellt. Ein- und Ausgabedateien wurden in lila dargestellt. Aus [234].

Zur quantitativen Bestimmung des Heilungserfolgs wurde aus verschiedenen Ansätzen in der Literatur (vergleiche beispielsweise Kessler et al. [235] oder Srivastava et al. [236]), der Ansatz nach Blaizik et al. [237] verwendet, welche das Verhältnis des Ausgangszustandes $z_{ursprünglich}$, des geschädigten Zustandes $z_{geschädigt}$ und des geheilten Zustandes $z_{geheilt}$ gegenüberstellen. Der Zustand z kann dabei auf unterschiedliche Größen übertragen werden, wie mechanische Eigenschaften (z.B. Festigkeit), mikrostrukturelle Eigenschaften (z.B. Rissvolumen) oder weitere Kenngrößen:

$$\eta(z) = \frac{z_{geheilt} - z_{geschädigt}}{z_{ursprünglich} - z_{geschädigt}} \tag{35}$$

Schließlich wurde die elastische Steifigkeit in Kompressionsrichtung mittels Ultraschallphasenspektroskopie (vergleiche Kapitel 4.3) gemessen, um die Heilungseffizienz anhand der elastischen Eigenschaften zu bestimmen.

4.7.1 Gezielte Vorschädigung der Proben

Die Proben wurden durch Druckversuche in der Universalprüfmaschine Zwick&Roell Z1464 mit einer Nenndehnungsrate von $0{,}06\frac{1}{s}$ systematisch vorgeschädigt (vergleiche Kapitel 4.4.1.1). Es wurden vier verschiedene Schädigungszustände ausgewählt, um Risse mit unterschiedlicher Dicke einzuführen. Für den ersten Schädigungszustand wurde der Versuch nach Erreichen einer Spannung von 350 MPa abgebrochen, was im Allgemeinen vor der durchschnittlichen Druckfestigkeit des Durchdringungsverbunds (> 400 MPa) liegt. Größere Vorschäden wurden durch den Abbruch des Versuchs nach Erreichen der Druckfestigkeit bei Kraftabfällen von 1, 5 und 7 %, relativ zur maximalen Kraft erzeugt.

4.7.2 (Selbst-)Heilungsansätze

Es wurden verschiedene Verfahren untersucht, um die Heilung der vorgeschädigten Probekörper zu erreichen. Da die Definition des Begriffs "Selbstheilung" die Anwendung verschiedener externer Auslöser ein-, jedoch die Zugabe von Legierungen ausschließt (vergleiche Kapitel 2.5), wird an dieser Stelle weiter in selbstheilende und heilende Behandlungen unterteilt. Für die Heilung wurde die materialeigene Legierung hinzugegeben oder niedrig schmelzende Legierungen (Lote) zum Verlöten untersucht. Eine Übersicht der Proben ist in Tabelle 4.2 gegeben:

Tabelle 4.2 Übersicht der Versuchsparameter für die Heilungs- und Selbstheilungsansätze für den Metall-Keramik-Durchdringungsverbund.

Heilungsansatz	Probenbezeichnung	Proben-geometrie	Bornitrid-Beschichtung	Gips-Einbettung	Legierungsun-terstützung	Atmosphäre	Vordruck	Maximal-druck	Maximal-temperatur
Vorversuche	P-A-1-650	Zylinder	✗	✗	✗	Luft	-	-	650
Selbstheilungs-ansatz	SH-AR-P5-60-650	Zylinder	✗	✗	✗	Argon	5	60	650
	SH-Vac-0-630	Zylinder	✗	✗	✗	Vakuum	-	-	630
	SH-N-P5-60-630	Zylinder	✗	✗	✗	Stickstoff	5	60	630
	SH-AR-P5-60-630	Zylinder	✓	✗	✗	Argon	5	60	630
	SH-AR-P10-60-700	Zylinder	✓	✓	✗	Argon	10	60	700
	SH-AR-P15-60-700	Zylinder	✓	✓	✗	Argon	15	60	700
Heilungsansatz	H-Ar-60-700	Quader mit Loch	✗	✗	✓	Argon	-	60	700
Lotunterstützter Heilungsansatz	SC-A-1-500	Zylinder	✗	✗	✓	Luft	-	-	500

Einige der zylindrischen Proben wurden vor der (Selbst-)Heilung vollständig mit Bornitrid beschichtet bzw. in Gips eingebettet. Die Oberseite der Probe wurde, wie in Abbildung 4.20 gezeigt, vom Gips unbedeckt gelassen.

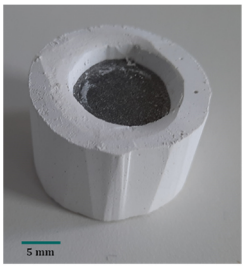


Abbildung 4.20 Foto der in Gips eingebetteten Durchdringungsverbundprobe zur Selbstheilung mit einer Öffnung nach oben.

4.7.2.1 Vorversuche und Selbstheilungsansätze

In einem Vorversuch (vergleiche Tabelle 4.2, P-A-1-650) wurde nur thermische Energie als Heilungsaktivator verwendet. Dazu wurde eine vorgeschädigte, zylindrische Probe in einem konventionellen Ofen der Firma Nabertherm, Lilienthal, Deutschland, mit $10\ \frac{K}{min}$ auf eine

maximale Temperatur von 650 °C erhitzt. Nach einer Haltezeit von 5 min wurde die Probe auf Raumtemperatur abgekühlt.

Die temperatur- und druckunterstützte Selbstheilung wurde in Kapitel 3.1.2 beschriebenen Gasdruckinfiltrationsanlage durchgeführt. Der ursprüngliche Aufbau wurde für die Zwecke der Probenheilung leicht abgeändert, wie in Abbildung 4.21 a) dargestellt ist. Die Probe wurde in einen Schmelztiegel mit kalziniertem Kaolinpulver als Trägermaterial gegeben. Zur genauen Temperaturkontrolle wurde das Thermoelement so nah wie möglich an der Probe angebracht. Ähnlich wie bei der Herstellung des Durchdringungsverbunds wurde beim Aufheizen ein Vakuum von 0,06 mbar mit einer Aufheizrate von $10\,\frac{\mathrm{K}}{\mathrm{min}}$ verwendet. Bei einer Temperatur von 550 °C, bevor die Solidustemperatur der Legierung überschritten ist, wurde ein Vordruck angelegt. Der Aufheizprozess wurde anschließend bis oberhalb der Liquidustemperatur der Legierung zu einer definierten Maximaltemperatur fortgesetzt. Anschließend wurde ein Gasdruck von bis zu 60 bar beaufschlagt. Schließlich wurde unter Beibehaltung des maximalen Drucks abgekühlt. Bei Selbstheilungsexperimenten unter Vakuum wurde kein Druck auf die Probe ausgeübt und das Vakuum wurde während des gesamten Prozesses aufrechterhalten. Atmosphäre, Temperatur und Druck wurden in verschiedenen Experimenten für in Kaolin gestellte oder in Gips eingebettete Proben variiert. Die detaillierten Versuchsbedingungen sind in Tabelle 4.2 als Übersicht zusammengestellt.

4.7.2.2 Legierungsunterstützter Heilungsansatz

Vor der temperatur- und druckunterstützten Heilung des Durchdringungsverbunds, ebenfalls in der Gasdruckinfiltrationsanlage, wurde eine ausreichende Menge der AlSi10Mg-Legierung auf die Probe im Tiegel aufgebracht (siehe Schemazeichnung in Abbildung 4.21 b)). Die Experimente zur aluminiumunterstützten Heilung wurden in der Versuchsdurchführung entsprechend der Selbstheilung durchgeführt, jedoch wurde kein Vordruck durch Gas unterhalb der Solidustemperatur beaufschlagt.

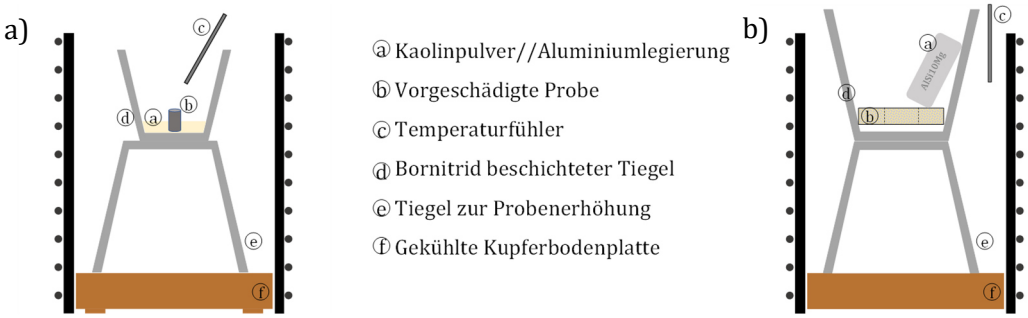


Abbildung 4.21 a) und b). a) Aufbau des Selbstheilungsansatzes in der Gasdruckinfiltrationsanlage mit angepasstem Thermoelement und Kaolin-Stützpulver um die Probe. b) Legierungsunterstützter Heilungsansatz mit der quaderförmigen Probe mit Loch und zusätzlicher Aluminiumlegierung. a) nach Schukraft et al. [174], b) nach [K6].

4.7.2.3 Lotunterstützter Heilungsansatz

Der lotunterstützte Heilungsansatz wurde neben den obenstehenden Versuchen durchgeführt, um den Einfluss der Passivierungsschicht der Legierung auf den Ausheilungserfolg zu untersuchen. Dazu wurde ein kapillargetriebenes S-ZnAl22-Lot in Drahtform vom Typ AF 665 NH Fontargen, der Firma voestalpine Böhler Welding Fontargen GmbH, Eisenberg, Deutschland, verwendet, der mit nicht-korrosivem Flussmittel gefüllt ist. Nach dem Erhitzen der Probe und des Drahtes auf die Schmelztemperatur des Lotes (420 bis 480 °C) wurde die Lotschmelze mit der gesamten Oberfläche der vorgeschädigten Probe in Kontakt gebracht, bis eine Rissfüllung beobachtet werden konnte.

5 Ergebnisse

Die Ergebnisse der Untersuchungen, welche im Rahmen dieser Arbeit erzielt wurden, werden in diesem Kapitel präsentiert. Von der mikrostrukturellen Charakterisierung der Komponenten und des Durchdringungsverbundes über die mechanische Charakterisierung und Untersuchungen des Schädigungsmechanismus sowie der thermischen und thermo-mechanischen Charakterisierung bis hin zur systematischen Untersuchung des Selbstheilungspotentials wird ein weitreichender Einblick in die werkstoffkundliche Betrachtung des Materialsystems gegeben. Phänomene, welche thematisch lokal auftreten, werden entsprechend in einem Unterkapitel des jeweiligen Themenkapitels diskutiert. Eine übergreifende Diskussion der Phänomene und Zusammenhänge findet sich im nachfolgenden Kapitel 6.

5.1 Mikrostrukturelle Charakterisierung

5.1.1 Keramische Preform

Die keramische Preform wurde hinsichtlich ihrer mikrostrukturellen Eigenschaften untersucht, um Informationen über die Porosität, Porenmorphologie sowie die keramischen Stege zu erhalten. Diese spielen einerseits bei der Infiltration der metallischen Phase in die offene Porosität zur Verbundherstellung eine wichtige Rolle, andererseits bestimmen sie die mechanischen Eigenschaften, welche eng mit dem Versagensmechanismus zusammenhängen.

In Tabelle 5.1 ist eine Übersicht der Porosität gegeben, welche aus der idealen Dichte (Literaturwerte aus [196]) und der, mittels unterschiedlicher Analysemethoden, im Experiment bestimmten Rohdichte berechnet wurde. Die optische Bestimmung der Porosität fand mittels einer Grauwertschwelle (vergleiche Kapitel 4.1) und dem Gesamtporenvolumen statt.

Tabelle 5.1 Übersicht der gemessenen und berechneten Porosität der keramischen Preform unter Berücksichtigung der jeweiligen Methode und Anzahl der Proben.

Verfahren	Einheit	Geometrisch	Archimedes	DIN 993-1	Gas-Pycnometrie	Geo-Pycnometrie	Hg-Porosimetrie	CT-Auswertung
Anzahl der gemessenen Proben	#	3	2	56	56	1	2	8
Scheinbare Dichte ρ'	g/cm³	1,01 ± 0,007	1,06 ± 0,0179	1,01 ± 0,016	-	1,04 ± 0,001	1,04 ± 0,027	**1,05**
Dichte mit geschlossener Porosität ρ^*	g/cm³			3,84 ± 0,044	4,06		3,92 ± 0,171	**3,95**
Reindichte ρ	g/cm³	3,95	3,95	3,95		3,95		3,95
Keramikgehalt	Vol.-%	**25,63**	**26,86**	**25,46**	**-**	**26,41**	**26,43**	26,46 ± 1,37
Geschlossene Porosität Π	Vol.-%			**2,68 ± 0,737**				0,1 ±0,01

Legende: gemessene Werte | Literaturwerte (Granta EduPack [196]) | **berechnete Werte**

Die ermittelte Rohdichte variiert zwischen den Methoden von 1,01 bis 1,06 $\frac{g}{cm^3}$. Dies ergibt einen berechneten Keramikgehalt von 25,5 Vol.-% bis 26,9 Vol.-%%. Durch optische Auswertung wurde mit VGStudio Max ein Keramikgehalt von 26,5 Vol.-% ermittelt, was einer berechneten Rohdichte von 1,05 $\frac{g}{cm^3}$ entspricht. Kleinere Probenausschnitte von 6,45 mm^3, die im Rahmen der gemeinsamen Veröffentlichung mit D. Horny et al. [188] untersucht wurden, weisen mit der dort verwendeten Grauwertschwelle und entsprechenden Filtern einen Keramikgehalt von 30,4 Vol.-% auf. Die Dichte mit geschlossener Porosität ρ^*, mittels Helium-Gaspycnometrie bestimmt, ergab einen Wert von 4,06 $\frac{g}{cm^3}$, was oberhalb der

theoretischen Dichte liegt ($3{,}95\,\frac{g}{cm^3}$, vergleiche Granta EduPack [196]). Die Messung nach DIN 993-1 [200] ergibt eine Dichte mit geschlossener Porosität ρ^* von $3{,}84\,\frac{g}{cm^3}$, was einer geschlossenen Porosität von 2,68 Vol.-% entspricht. Die mit VGStudio Max bestimmte geschlossene Porosität beträgt für den Keramikschaum 0,05 Vol.-%. Die Auswertung mittels CT gibt zudem eine durchschnittliche Porengröße mit einem Durchmesser von 39,4 µm und einen Median des Porendurchmessers von 34,8 µm (vergleiche Abbildung 5.1).

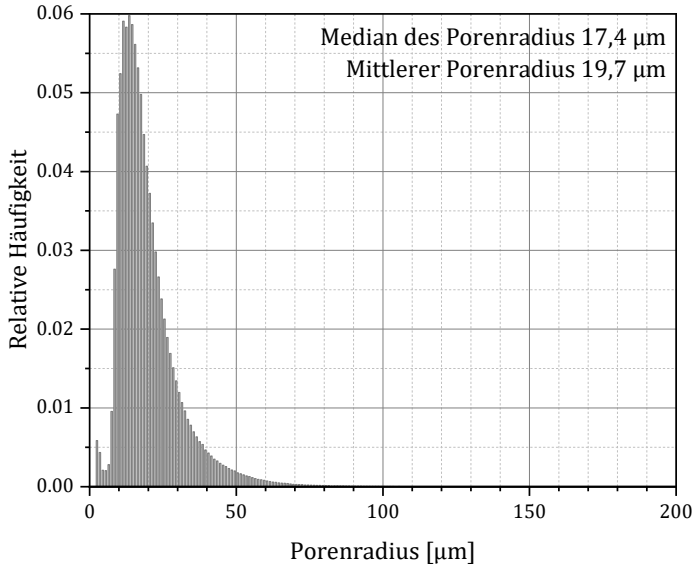


Abbildung 5.1 Porengrößenverteilung der keramischen Preform mit Angabe des Median und mittleren Porenradius.

Bei der Quecksilberporosimetrie ergibt die Auswertung eine durchschnittliche Porengröße mit einem Durchmesser von 3,71 µm und einen Median des Porendurchmessers von 25,42 µm. Im Weiteren wird für die keramische Preform eine enge Porengrößenverteilung und eine relative Dichte von 26 Vol.-% angenommen.

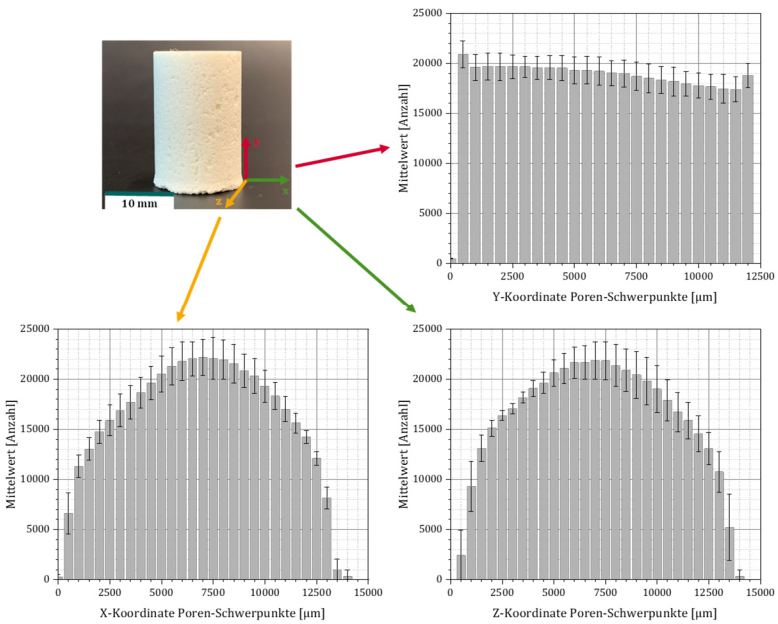


Abbildung 5.2 Abbildung einer zylindrischen Keramikschaumprobe (oben links), sowie Übersicht der Porengrößenverteilung entlang der entsprechenden Raumrichtung. Gemessen an drei verschiedenen Proben, jeweils mit Fehlerbalken. Übertragen aus [MA2].

Neben der Porosität und Porengrößenverteilung wurde die Isotropie der Porosität und deren Verteilung untersucht. Dazu wurde der Schwerpunkt der Poren über den drei Raumrichtungen aufgetragen und deren Verteilung untersucht (siehe Abbildung 5.2). Für die zylinderförmigen Proben zeigt sich ein Abfall der Häufigkeit hin zur Mantelfläche des Zylinders, wohingegen eine nahezu konstante Verteilung über die Zylinderachse auftritt. Darüber hinaus wurden die Poren in drei unterschiedliche Größenkategorien unterteilt und ein besonderes Augenmerk auf die Gruppe der größten Poren (Durchmesser > 550 µm) in der Probe gelegt. Ergebnisse der Auswertung zeigt Abbildung 5.3.

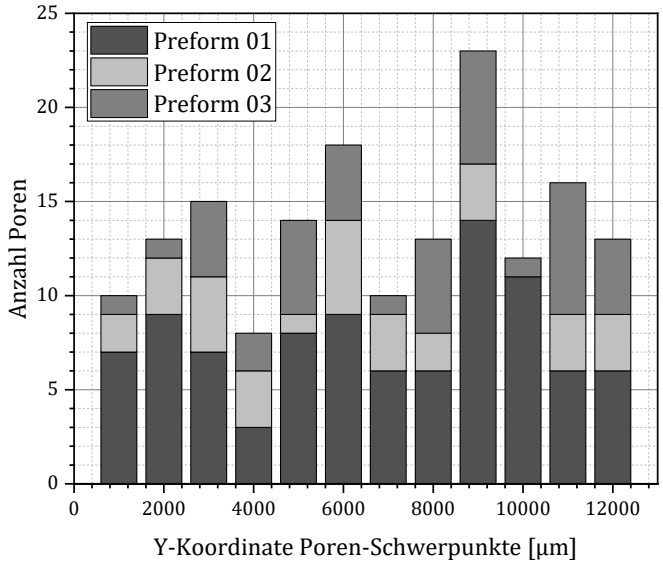


Abbildung 5.3 Verteilung der großen Poren (> 550 µm) in drei verschiedenen Preformen entlang der Y-Achse.

Die Ergebnisse der mikrostrukturellen Untersuchungen der keramischen Preform sind in Abbildung 5.4 gezeigt.

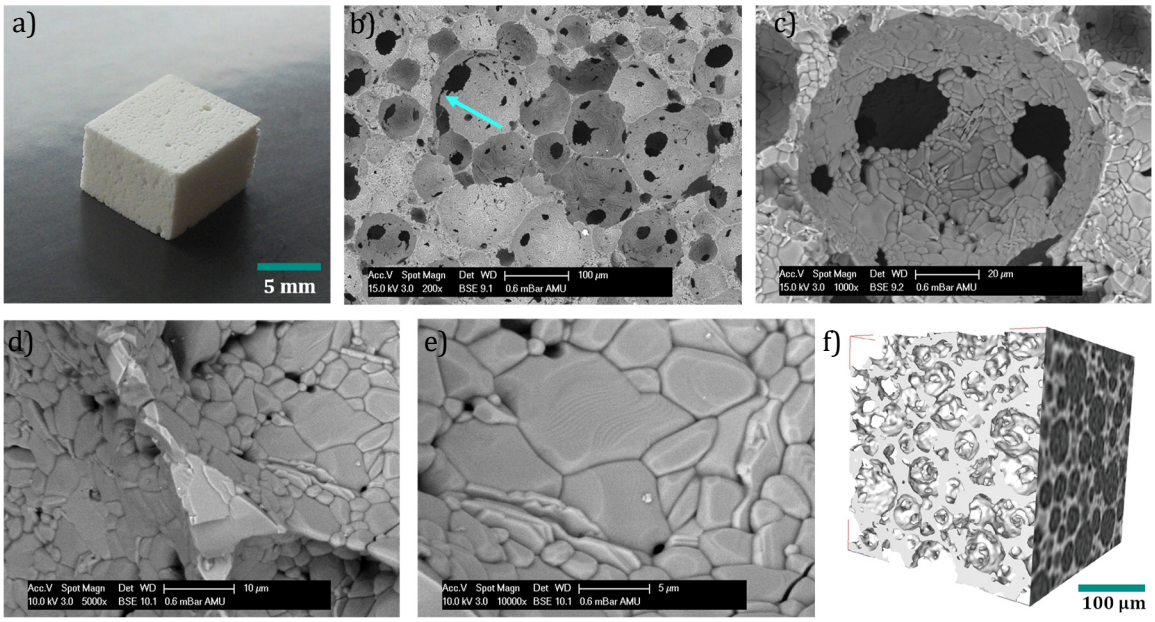
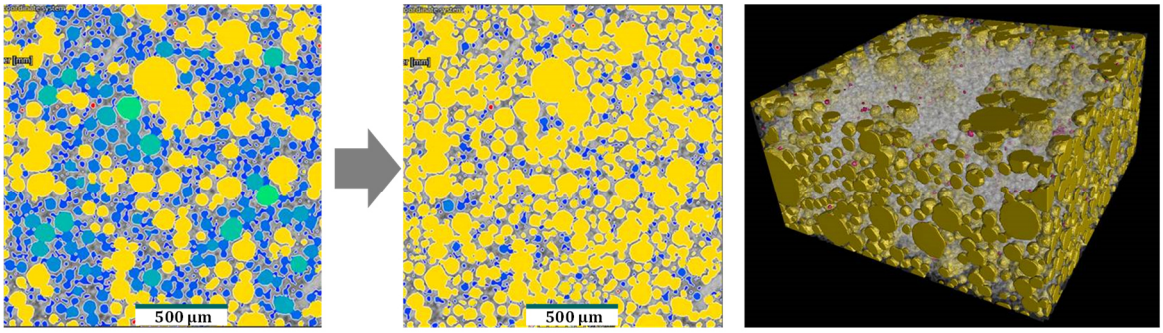


Abbildung 5.4 a) bis f). Übersicht der Mikrostruktur der keramischen Preform mit unterschiedlichen Methoden und Vergrößerungen. a) Foto, b)-e) ESEM-Aufnahmen in unterschiedlichen Vergrößerungen, Angaben der Strahlparameter und Maßbalken, jeweils im Bild. f) 3D-Rekonstruktion der Mikrostruktur aus einer CT-Aufnahme, auf der echten Würfelseite mit Schnittbild der 2D-CT Grauwertverteilung. a) aus [137], b) aus [188] und f) aus [K2].

Die links oben gezeigte, makroskopische Abbildung (siehe Abbildung 5.4 a)), zeigt das makroskopisch homogene Erscheinungsbild der keramischen Preform. Einzelne größere Poren (größer 250 µm) sind mit dem Auge erkennbar, wobei die übrige Preformoberfläche einen monolithischen Eindruck erweckt. Erst in der mikroskopischen Betrachtung (siehe Abbildung 5.4 b) - d)) wird die hohe, offene Porosität von ca. 74 Vol.-% deutlich.

Die sphärischen Poren sind von dünnen keramischen Stegen und Wänden umgeben, in denen sich Verbindungsöffnungen („Fenster“) zur benachbarten Porensphäre befinden. Die einzelnen keramischen Körner der Preform-Mikrostruktur sind klar zu erkennen und weisen von kompakten Polyederstrukturen bis hin zu plättchenförmiger Gestalt eine dichte Oberflächenstruktur auf, die nur an wenigen Stellen von intra- und intergranularer Nanoporosität unterbrochen wird. An den klaren Korngrenzstrukturen und der Kontur der einzelnen Körner lässt sich bereits die unterschiedliche räumliche Anordnung der Atome innerhalb der Körner erahnen, welche stark an eine Korundstruktur ($\alpha - Al_2O_3$) erinnert (vergleiche Komolikov et al. [238]). Wie das Bruchbild eines keramischen Steges in Abbildung 5.4 d) zeigt, ist dieser dicht gesintert und weist keine Hohlräume oder ähnliches auf, wie diese beispielsweise durch das Replikaverfahren herstellungsbedingt auftreten. In den keramischen Strukturen lassen sich herstellungsbedingte Eigenspannungsrisse erkennen, die in filigranen Wandstrukturen zu finden sind, oder sich als größeres Rissnetzwerk über mehrere sphärische Poren hinweg erstrecken (vergleiche Pfeil in Abbildung 5.4 b)).



Sättigungsdruck 0,69 bar Sättigungsdruck 1,0 bar

Abbildung 5.5 Füllsimulation mit der "Capillary Pressure Simulation" mit VGStudio Max. Links und Mitte: 2D-Schnitte mit dem Porenfüllgrad (gelb) bei 0,69 und 1,0 bar. Blaue Poren repräsentieren ungefüllte, offene Porosität. In Rosa ist geschlossene Porosität dargestellt. Rechts ist eine 3D-Darstellung während der Füllung zu sehen. In Gelb sind gefüllte Poren dargestellt, in Rosa die geschlossene Porosität.

Um ein Verständnis der Tortuosität in der keramischen Preform zu erhalten, wurde analog zum Vorgehen bei der Quecksilberporosimetrie, die Beaufschlagung der Poren mit einer schlecht benetzenden Flüssigkeit in VGStudio Max, anhand der dreidimensionalen Computertomographieaufnahmen im Modell mittels Kapillardrucksimulation durchgeführt. Abbildung 5.5 zeigt in zwei 2D-Schnitten den Fortschritt der Porenfüllung bei 0,69 und 1 bar in Gelb, wobei ungefüllte Poren in Blau dargestellt werden und geschlossene Poren rosa. Rechts in Abbildung 5.5 ist ein Zwischenstadium der Porenfüllung dreidimensional zu sehen, wobei in Gelb die bereits gefüllten Bereiche und in Rosa die nicht zugängliche, geschlossene Porosität dargestellt werden. Die Verteilung der Flüssigkeit zeigt bei 0,69 bar die Ausbreitung vornehmlich durch die großen „Fenster“ zwischen zwei sphärischen Proben in die keramische Preform hinein, wobei sich Kanäle in unterschiedliche Raumrichtungen ausbilden, die schließlich ein Netzwerk bilden, das die Preform durchdringt. Für steigende Drücke werden die umschlossenen, noch nicht gefüllten Regionen ausgehend von den bereits durchdrungenen Porenräumen schrittweise gefüllt (vergleiche Abbildung 5.5, Mitte) bis eine

vollständige Infiltration der offenen Porosität stattgefunden hat. Die geschlossene Porosität kann nicht von der Flüssigkeit erreicht werden und verbleibt als Hohlraum.

5.1.2 Aluminium-Legierung

Die Aluminium-Legierung AlSi10Mg, wurde im Anlieferungszustand (engl. as received (AR)) und im Zustand nach der Gasdruckinfiltration (engl. infiltrated (IF)), vergleiche Abbildung 3.3, sowie nach der Wärmebehandlung (T6), vergleiche Abbildung 4.10, mikrostrukturell untersucht, um Aufschluss über die Phasenzusammensetzung und die Veränderungen des Gefüges während der Verbundherstellung und der Wärmebehandlung zu gewinnen. Auf eine ausführliche Charakterisierung der Porosität wurde verzichtet, da die Ergebnisse der Porosität in der Legierung im Vergleich zur metallischen Phase im infiltrierten Durchdringungsverbund nicht korreliert werden können.

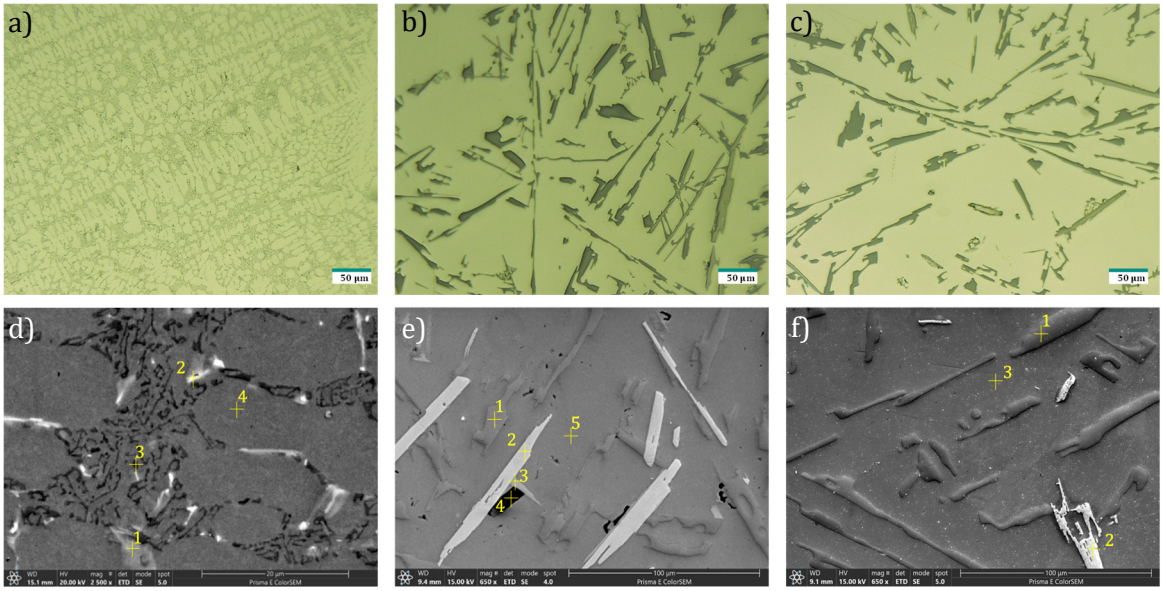


Abbildung 5.6 a) bis f). Mikroskopieaufnahmen der Mikrostruktur der Aluminiumlegierung. Oben lichtmikroskopische Aufnahmen mit 500-facher Vergrößerung, unten REM-Aufnahmen mit den Strahlparametern und dem Maßbalken in der Fußzeile. a) und d) zeigen die AR-Legierung, b) und e) die IF-Legierung und c) und f) die T6-Legierung. b) bis f) zeigen die Punkte, an denen EDX-Messungen durchgeführt wurden. a)-c) aus [BA1] und d)-f) nach [194].

Das Gefüge der Aluminiumlegierung ist in Abbildung 5.6 dargestellt. Links ist die AR-Legierung (a) und d)), in der Mitte die Mikrostruktur der IF-Legierung (b) und e)) und rechts die T6-Legierung dargestellt. Die Lichtmikroskopischen Aufnahmen oben zeigen das α-Aluminium als helle Phase und die Ausscheidungen in den dunkleren Phasen. Die Ausscheidungen sind im Anlieferungszustand sehr fein über die Probe verteilt zu erkennen und erreichen im IF- und T6-Zustand in ihrer unterschiedlichen Farbabstufung in großen Nadeln oder zusammenhängenden Strukturen Längen bis hin zum Millimeterbereich. Farblich ist in den lichtmikroskopischen Aufnahmen eine Unterscheidung in der Grauabstufung der einzelnen Ausscheidungen von hellgrau bis dunkelgrau zu erkennen. Die stark unterschiedliche Gefügestruktur der Zustände ist in den Lichtmikroskopieaufnahmen in einer 500x Vergrößerung dargestellt. Die Ergebnisse aus den REM-Untersuchungen wurden deshalb bei einer unterschiedlichen Vergrößerung aufgenommen, um die Details und Merkmale des jeweiligen Legierungszustandes besser darzustellen. Die AR-Legierung links ist bei einer 2500x Vergrößerung und die IF- und T6-Legierung in der Mitte und rechts bei einer 650x Vergrößerung dargestellt. Auch hier lässt sich durch eine Unterscheidung der Grautöne ein Unterschied in der Elementzusammensetzung der Ausscheidungen durch die unterschiedlich starke Sekundärelektronenemission erkennen.

Tabelle 5.2 Ergebnisse der EDX-Messungen als Flächenanalyse und Punktanalysen an der AlSi10Mg-Legierung im Anlieferungszustand, der in Abbildung 5.6 d) markierten Punkte. Die Massenanteile sind für ausgewählte Elemente gegeben. Nach [194].

Element in Ma.-%	Flächen-analyse	Punkt 1	Punkt 2	Punkt 3	Punkt 4
Mg	0,4	4,1	5,9	0,3	0,0
Al	86,0	75,6	71,8	65,2	97,6
Si	12,9	15,8	15,7	34,1	2,3
Mn	0,3	1,0	1,7	0,2	0,1
Fe	0,4	3,5	5,0	0,1	0,0

Tabelle 5.3 Ergebnisse der EDX-Messungen als Flächenanalyse und Punktanalysen an der AlSi10Mg-Legierung im infiltrierten Zustand, der in Abbildung 5.6 e) markierten Punkte. Die Massenanteile sind für ausgewählte Elemente gegeben. Nach [194].

Element in Ma.-%	Flächen-analyse	Punkt 1	Punkt 2	Punkt 3	Punkt 4	Punkt 5
O	0,8	0,4	1,2	1,0	29,7	0,8
Mg	0,2	0,1	0,0	16,6	0,0	0,2
Al	75,3	1,5	53,4	46,8	49,2	97,4
Si	21,7	97,6	17,8	26,4	21,0	1,6
Mn	0,4	0,0	5,0	1,7	0,0	0,0
Fe	1,6	0,1	22,6	7,5	0,0	0,0

Tabelle 5.4 Ergebnisse der EDX-Messungen als Flächenanalyse und Punktanalysen an der AlSi10Mg-Legierung im wärmebehandelten Zustand, der in Abbildung 5.6 f) markierten Punkte. Die Massenanteile sind für ausgewählte Elemente gegeben.

Element in Ma.-%	Flächen-analyse	Punkt 1	Punkt 2	Punkt 3
Mg	0,3	0,0	0,0	0,2
Al	76,7	1,0	44,6	97,2
Si	22,2	98,5	25,0	1,9
Mn	0,2	0,0	6,1	0,1
Fe	0,4	0,0	23,4	0,0

In Tabelle 5.2, Tabelle 5.3 und Tabelle 5.4 ist die Phasenzusammensetzung an den punktförmigen EDX-Messungen aufgeführt, welche in Abbildung 5.6 gezeigt wird. Das Gefüge des AR-Aluminium (Abbildung 5.6 d)) zeigt große und längliche Bereiche, die einerseits von helleren Ausscheidungen getrennt und andererseits von fein verteilten dunkleren, nadelartigen Ausscheidungen umgeben sind. Punkt 1 und Punkt 2 spiegeln die Ausscheidungen wider und sind in den Aufnahmen heller dargestellt. Diese treten in der Regel in der Nähe oder zwischen zwei α-Aluminiumbereichen auf. Sie weisen einen gewissen Anteil an magnesium-, mangan- und eisenreichen Ausscheidungen auf (siehe Tabelle 5.2). An Punkt 3 ist eine Primärsiliziumausscheidung untersucht worden, die in der gesamten Probe fein verteilt ist. Die großflächig präsente α-Aluminiumphase wurden in Punkt 4 analysiert.

Die Mikrostruktur des IF-Aluminiums weist auf vier verschiedene Ausscheidungen hin. In Abbildung 5.6 e) sind das Primärsilizium (Punkt 1) und das α-Aluminium (Punkt 5) sichtbar

(vergleiche Tabelle 5.3). Punkt 2 zeigt eine eisen- und manganreiche Ausscheidung, die zusätzlich einen deutlichen Anteil an Silizium und Aluminium enthält. Diese Ausscheidungen treten ebenfalls in Form von Nadeln auf. Eine magnesiumreiche Ausscheidung wurde an Punkt 3 festgehalten. Diese kommen nur in geringen Mengen in der Legierung und meist in verzweigter bzw. verschachtelter Form vor. Ein besonders hoher Sauerstoffgehalt wurde bei Punkt 4 in den dunklen Ausscheidungen beobachtet, die in kompakter Geometrie auftreten und nur in geringem Maß in der Legierung vorkommen

Die Mikrostruktur des T6-Aluminiums weist eine vergleichbare Mikrostruktur mit der des IF-Aluminiums auf, wobei der Ausschnitt einen Bereich mit vielen Primärsiliziumausscheidungen aufzeigt (siehe Abbildung 5.6 f) und Punkt 1). Die eisenhaltige Ausscheidung in Punkt 2 weist einen besonders hohen Eisenanteil auf, wohingegen die α-Aluminiumphase einen vergleichbaren Elementanteil mit den anderen Legierungszuständen zeigt.

Zusätzlich zur energiedispersiven Röntgenspektroskopie, wurde eine Analyse der Phasenzusammensetzung mittels Funkenspektroskopie an der Gusslegierung durchgeführt und die gemessenen Anteile der jeweiligen Elemente in Tabelle 5.5 dargestellt:

Tabelle 5.5 Ergebnisse der Funkenspektroskopie an der AlSi10Mg-Legierung im Anlieferungszustand. Die Mittelwerte und Standardabweichungen sind in Massenprozent für alle möglichen Elemente angegeben. Nach [194].

in Ma.-%	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Al
Mittelwert	10,26	0,47	0,04	0,18	0,24	0,01	0,00	0,00	0,05	88,73
Standard-abweichung	0,348	0,141	0,012	0,014	0,094	0,002	0,002	0,002	0,004	0,432

5.1.3 Metall-Keramik-Durchdringungsverbund

Zur mikrostrukturellen Charakterisierung des Metall-Keramik-Durchdringungsverbunds (vergleiche Kapitel 4.1 und 4.2) wurden, analog zur keramischen Preform, Untersuchungen der Dichte sowie Restporosität vorgenommen, die nachfolgend in Tabelle 5.6 dargestellt werden.

Tabelle 5.6 Übersicht der gemessenen und berechneten Dichte und verbleibender Porosität des Metall-Keramik-Durchdringungsverbunds unter Berücksichtigung der jeweiligen Methode und Anzahl der Proben.

Verfahren	Einheit	Geometrisch	Archimedes	Gas-Pycnometrie	CT-Auswertung
Anzahl der gemessenen Proben	#	30	3	8	3
Scheinbare Dichte ρ'	g/cm³	2,93 ± 0,038	2,95 ± 0,020	-	**2,95**
Dichte mit geschlossener Porosität ρ^*	g/cm³	-	-	2,94 ± 0,030	-
Reindichte ρ	g/cm³	**3,00**	**3,00**	**3,00**	**3,00**
Restporosität Π	%	**2,42**	**1,76**	**2,25**	1,80 ± 1,697

gemessene Werte **aus Literaturwerten erschlossen [195, 196]** **berechnete Werte**

Der Durchdringungsverbund weist unter der in Kapitel 5.1.1 gemachten Annahme von 26 Vol.-% Keramikanteil, eine ideale Dichte von 3,00 $\frac{g}{cm^3}$ auf [195, 196]. Die real gemessene Dichte variiert zwischen 2,93 und 2,95 $\frac{g}{cm^3}$, was einer berechneten Restporosität von 1,7 Vol.-

% bis 3,4 Vol.-% entspricht. In der optischen Auswertung mittels CT schwanken die Werte der Restporosität, abhängig von der Infiltrationsqualität der Proben, zwischen 0,6 und 3 %, was zu der vergleichsweise hohen Standardabweichung führt.

Die Infiltrationsqualität des Durchdringungsverbunds wurde sowohl mittels Mikroskopie an der Probenoberfläche als auch mit Computertomographie im Probeninneren untersucht. In Abbildung 5.7 ist die Mikrostruktur des Durchdringungsverbunds dargestellt und gibt Aufschluss über die Herstellungsqualität während der Gasdruckinfiltration. Die Lichtmikroskopaufnahme in Abbildung 5.7 a) zeigt ein Schliffbild des Durchdringungsverbunds, wobei die keramische Phase in dunklen Grautönen erscheint und die mit Aluminiumlegierung gefüllten sphärischen Bereiche umschließt. Der großflächige, gelblich-helle Bereich in der Aluminiumlegierung repräsentiert das α-Aluminium, die in unterschiedlichen hellgrauen Farbtönen erscheinenden Bereiche bilden die Ausscheidungen in der Aluminiumphase. Poren und Infiltrationsfehler sind in schwarz zu erkennen. Die ESEM-Bilder zeigen die Struktur in höherer Vergrößerung, wobei in dieser Darstellung die keramische Phase ebenfalls in dunkelgrau und die metallische Phase in helleren Grautönen dargestellt ist. Der vergrößerte Ausschnitt in Abbildung 5.7 d) zeigt, dass auch filigrane keramische Strukturen während des Infiltrationsprozesses erhalten geblieben sind. Sichtbar sind in diesem Ausschnitt auch vereinzelte inter- und intragranularen Poren in der keramischen Phase, die bereits beim Sintern der Keramik entstanden sind, sowie einige der keramischen Korngrenzen.

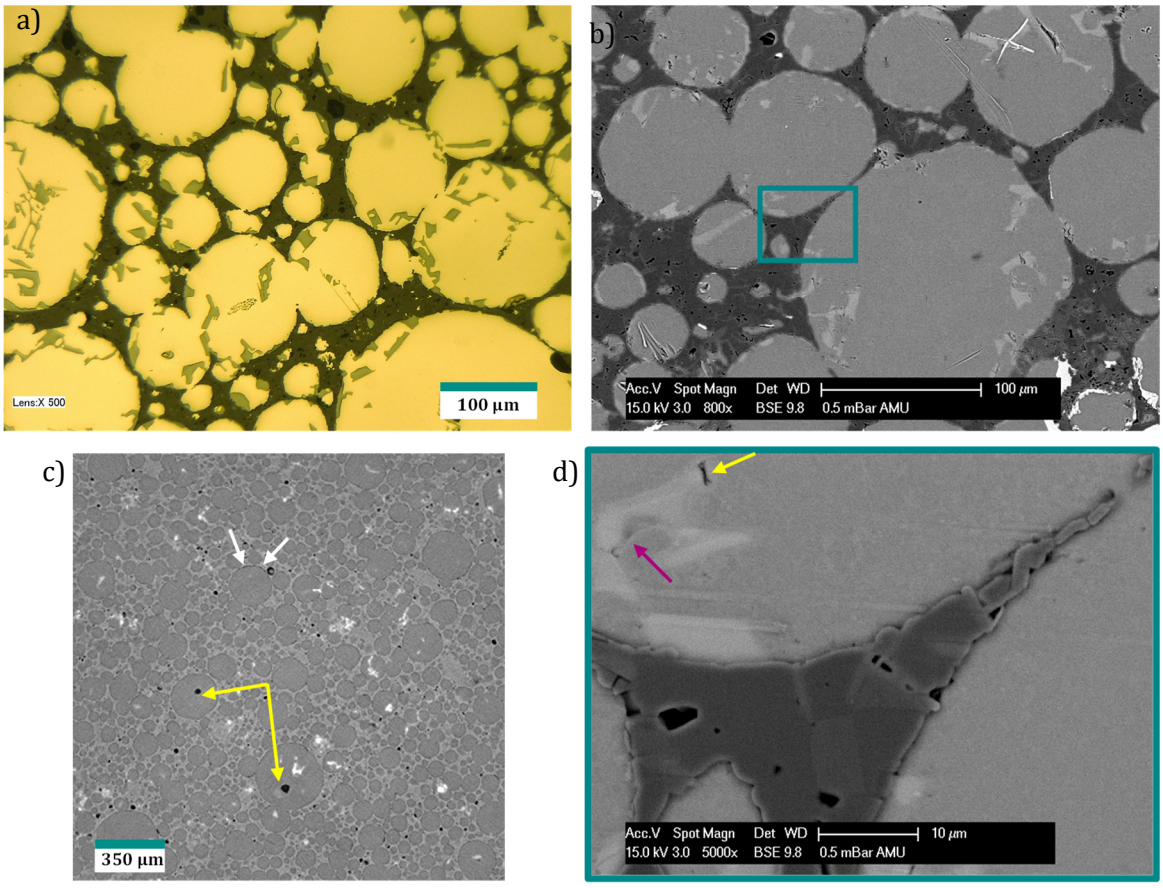


Abbildung 5.7 a) bis d). Übersicht der Mikrostruktur des Durchdringungsverbunds mit unterschiedlichen Methoden und Vergrößerungen. a) Lichtmikroskopische Aufnahme, b) und d) ESEM-Aufnahmen in unterschiedlichen Vergrößerungen, Angaben der Strahlparameter und Maßbalken, jeweils im Bild. c) 2D-Schnitt durch die innere Mikrostruktur aus einer CT-Aufnahme. b) aus [188].

Neben einer verbleibenden Restporosität in der metallischen Phase (oben links in Abbildung 5.7 d)), lässt sich ein Riss von der metallischen Ausscheidung hinein in das α-Aluminium erkennen (lilaner Pfeil), der herstellungsbedingt aufgetreten ist. Diese Vorschäden sind an wenigen Stellen im Material zu erkennen. Die Ausscheidungen weisen unterschiedliche Formen auf, wobei diese in der Mikroskopaufnahme je nach Farbton eine andere Form aufweisen. Von nadeligen Gebilden, über Anlagerungen an der Grenzfläche zur keramischen Phase, bis hin zu kubistisch verschachtelten Strukturen lassen sich Ausscheidungen erkennen. Im 2D-Schnitt aus dem Materialinneren der computertomographischen Aufnahme (Abbildung 5.7 c)) lässt sich die keramische Phase in hellem Grau erkennen, wobei die metallische Phase einen leicht dunkleren Grauton aufweist. Ausscheidungen sind aufgrund ihrer höheren Elementdichte und damit stärkeren Röntgenabsorbtion in hellem und diffusem Weiß zu erkennen, da sie Strahlartefakte in den angrenzenden Voxeln erzeugen. Poren und Infiltrationsfehler sind in Schwarz dargestellt. Auch in den Volumenschnitten der CT-Aufnahmen aus dem Inneren des Materials konnte keine infiltrationsbedingte Schädigung an der Keramik gefunden werden. Porosität lässt sich vornehmlich innerhalb der keramischen Phase finden, wo geschlossene Poren in der Aluminiumoxidphase für die Aluminiumschmelze unzugänglich sind. Darüber hinaus finden sich Lunker innerhalb größerer metallischer Bereiche (vergleiche gelbe Pfeile in Abbildung 5.7 c)) und Poren an der Grenzfläche zwischen metallischer und keramischer Phase, wo diese im 2D-Schnitt sichelförmig auftreten (vergleiche weiße Pfeile in Abbildung 5.7 c)). Diese Grenzflächenablösung im Materialinneren ist jedoch nur lokal zu erkennen und deutet nicht auf eine insgesamt schlechte Grenzflächenanbindung hin, wie auch die REM-Aufnahmen der Grenzfläche bestätigen. Infiltrationsfehler über mehrere Poren, aufgenommen mittels computertomographischer Untersuchungen, beschränkten sich aber auf lokale Bereiche innerhalb einzelner Proben. Ein solcher Fehler ist in Abbildung 5.8 dargestellt und zeigt die erstarrte metallische Schmelze vor vollständiger Infiltration der offenen Porosität. Die nicht gefüllten Poren liegen hierbei in Bereichen zwischen größeren Poren und werden von diesen wie in einem Netzwerk umgeben. Sie decken sich mit der Morphologie des lokalen Ausschnitts aus der Kapillardrucksimulation in Abbildung 5.5, Mitte.

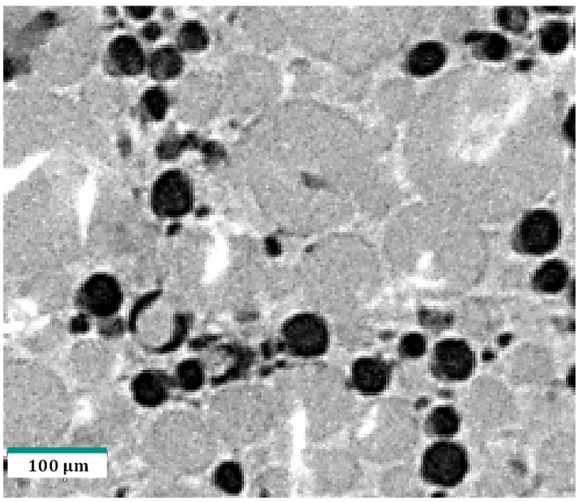


Abbildung 5.8 2D-Querschnitt im Materialinneren des Durchdringungsverbunds mit einem deutlichen Infiltrationsfehler von nicht vollständig gefüllter, offener Porosität.

EDX wurde verwendet, um die Phasenzusammensetzung im Durchdringungsverbund zu untersuchen und die intermetallischen Ausscheidungen in der Aluminiumlegierung zuzuordnen (siehe Abbildung 5.9). An einem Ausschnitt der Probenoberfläche wurde ein flächiges EDX-Mapping sowie zusätzlich einzelne Punktmessungen durchgeführt, welche im

Übersichtsbild markiert sind. Die Elementzusammensetzung wird in Tabelle 5.7 in Gewichtsprozent dargestellt. Die elementspezifischen EDX-Mappingbilder geben Aufschluss über die Lage und Zusammensetzung der Ausscheidungen. In der hier dargestellten REM-Aufnahme ist die metallische Phase in den dunklen Grautönen zu sehen und die keramische Phase in hellen Grautönen. Porosität ist in Schwarz wiedergegeben. Punkt 1 zeigt einen Bereich mit primärem Silizium in der metallischen Phase. Dieser unterscheidet sich im ESEM-Modus nur geringfügig von der α-Aluminiumphase. Punkt 2 befindet sich innerhalb einer im ESEM-Modus leicht erkennbaren Ausscheidung, der keine erkennbare Abhängigkeit von der Positionierung in der metallischen Phase aufweist. Er besteht vorwiegend aus Aluminium (62,5 Ma.-%) und Eisen (15,2 Ma.-%), enthält aber auch eine gewisse Menge an Mangan (8,8 Ma.-%) und Silizium (9,4 Ma.-%). Magnesium wurde nur in Punkt 3 in einer auffälligen Menge (6,6 Ma.-%) nachgewiesen. Darüber hinaus enthält die Ausscheidung auch Aluminium, Silizium und Eisen. Diese Ausscheidungen sind in geringen Mengen innerhalb der metallischen Phase zu finden und zeichnen sich durch ihre bereits erwähnte, verzweigte Form aus. Weitere Messungen wurden an der α-Aluminiumphase (Punkt 4) und an der keramischen Preform (Punkt 5) durchgeführt.

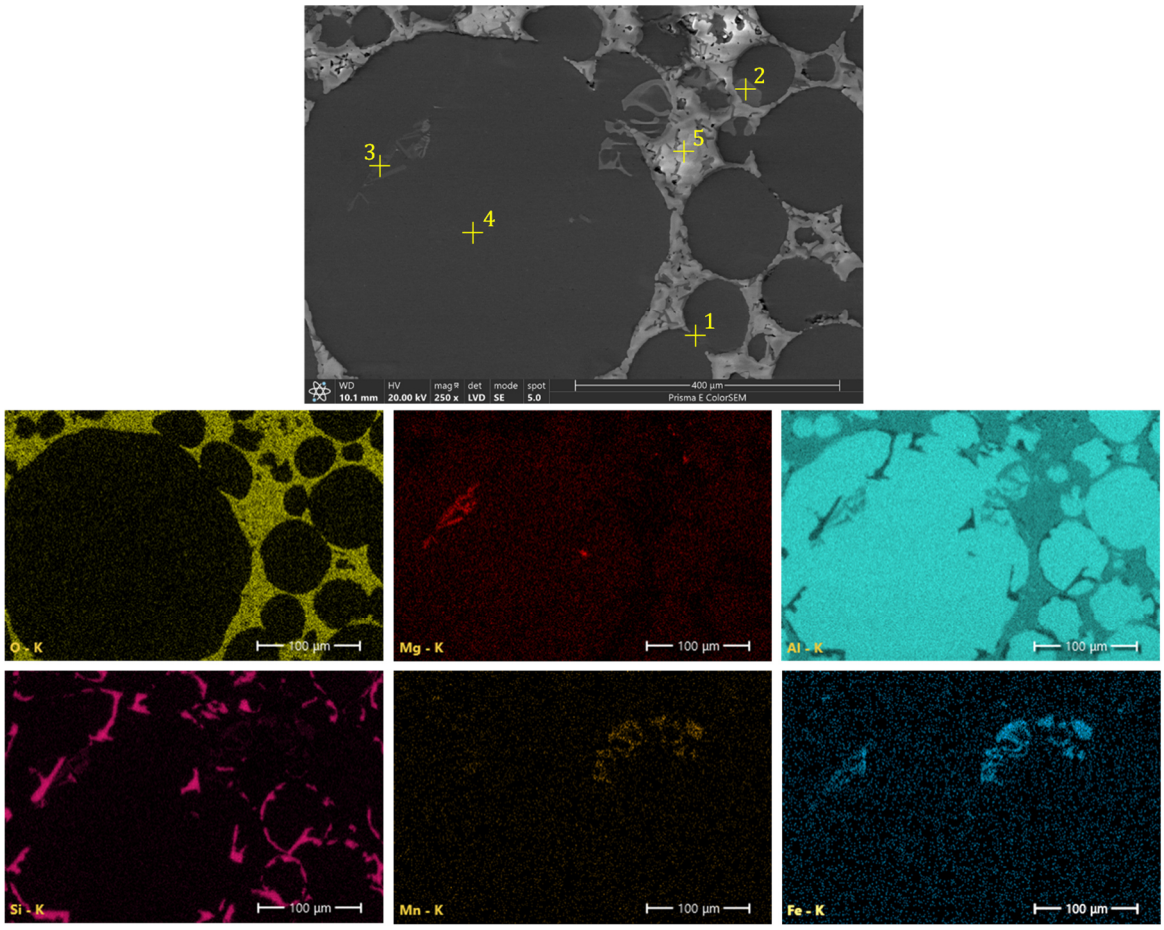


Abbildung 5.9 ESEM-Bild des Metall-Keramik-Durchdringungsverbunds (oben) und EDX-Mapping für die Elemente Sauerstoff, Magnesium, Aluminium (mitte) und Silizium, Mangan und Eisen (unten). Zur besseren Sichtbarkeit wurde die Eisenverteilung in Kontrast und Helligkeit um 40 % verstärkt. Die markierten Punkte in der ESEM-Aufnahme sind in ihrer Materialzusammensetzung in Tabelle 5.7 aufgelistet. Nach [194].

Tabelle 5.7 Ergebnisse der EDX-Messungen als Flächenanalyse und Punktanalysen am Durchdringungsverbunds aus Abbildung 5.9 im infiltrierten Zustand, der Abbildung 5.9 markierten Punkte. Die Massenanteile sind für ausgewählte Elemente gegeben. Nach [194].

Element in Ma.-%	Flächen-analyse	Punkt 1	Punkt 2	Punkt 3	Punkt 4	Punkt 5
O	16,3	4,7	4,1	3,3	5,7	40,7
Mg	0,2	0,1	0,1	6,6	0,3	0,0
Al	63,3	21,5	62,5	64,9	89,8	56,5
Si	11,5	73,6	9,4	20,2	4,1	2,6
Mn	0,0	0,0	8,8	0,5	0,1	0,1
Fe	0,1	0,1	15,2	4,5	0,0	0,2

5.1.4 Diskussion der mikrostrukturellen Charakterisierung

5.1.4.1 Keramische Preform

Über die Gesamtheit der Methodiken zur Bestimmung der scheinbaren Dichte sind in den Messungen sehr gut übereinstimmende Ergebnisse zu finden, welche in einer Bandbreite von $1{,}01 - 1{,}06 \frac{\mathrm{g}}{\mathrm{cm}^3}$ liegen. Auch die Bestimmung der Porosität mittels Computertomographie gibt für den angepassten Schwellwert eine berechnete scheinbare Dichte innerhalb der Bandbreite ($1{,}05 \frac{\mathrm{g}}{\mathrm{cm}^3}$). Die veröffentlichten Werte in Horny et al. [188] weichen im Vergleich zu dieser Messung ab, da hierbei eine andere Auswerteroutine und ein deutlich kleineres Probenvolumen (ca. 6,45 mm^3 im Vergleich zu ca. 230 mm^3) analysiert wurden. Dies zeigt unter anderem die Sensitivität der Grauwertschwelle und Anwendung von Filtern und weiteren Operatoren am Volumengehalt (vergleiche beispielsweise Kastner et al. [239, 240]). Bei der Bestimmung der geschlossenen Porosität ist nach DIN 993-1 [200] eine gewisse Abweichung zu den Werten der optischen Auswertung mittels CT zu erkennen. Durch die gute Übereinstimmung in der Gesamtporosität im Vergleich zwischen der CT-Auswertung und den anderen Methoden, lässt sich schließen, dass die schwellwertbasierte Auswertung zur Detektion der Poren richtig gewählt wurde und auch die geschlossene Porosität in der Größenordnung der Auflösbarkeit sinnvolle Werte für die keramische Preform liefert. Dies rechtfertigt ebenfalls die Auswertung mittels Quecksilberporosimetrie und Gaspynometrie. Auch wenn bei beiden Methoden Einzelwerte mit negativer geschlossener Porosität, also höherer Reindichte als der theoretischen Dichte gemessen werden, zeigen diese im Vergleich, dass es sich bei der geschlossenen Porosität nach DIN 993-1 [200] um einen überschätzten Wert handelt.

Für die Bestimmung mittels DIN 993-1 lässt sich die Abweichung in der Probengröße begründen. Die Norm schlägt für die Messung Probengeometrien mit Volumina zwischen 50 und 200 cm^3 vor, lässt jedoch unter Begründung auch Volumina außerhalb dieser Grenzen zu. Da das verwendete Messvolumen bei ausschließlich 3 cm^3 lag, ist zu schlussfolgern, dass die Unsicherheit, auch wenn die Standardabweichung bei $\pm 41{,}2$ % geschlossener Porosität liegt, tatsächlich noch größer ist und der Wert mit dieser Methode nicht endgültig bestimmt werden kann. Gründe hierfür sind einerseits die Ungenauigkeit in der Porenfüllung mit Wasser durch zusätzliche Wasserrückstände auf der Probenoberfläche oder fehlendes Wasser in den Poren im nassen Zustand (m_{nass}). Auf der anderen Seite spielt das Anhaften von Luftbläschen oder Lufteinschlüsse in der Porosität trotz anliegenden Vakuums vor und während dem Kontakt mit Wasser eine Rolle, welche das Gewicht unter Wasser (m_{uW}) beeinflussen und bei dem relativ geringen Gesamtgewicht der Probe dieses merkbar verändern können.

Wird der Mittelwert und Median für die Porengrößenverteilung zwischen der Quecksilberporosimetrie- und CT-Auswertung verglichen, fallen deutliche Unterschiede auf. Die Porengrößenverteilung in der Quecksilberporosimetrie reicht in ihrer Detektion für die gemessenen Proben von einem minimalen Durchmesser von 4,2 nm bis zu einem Durchmesser von 0,11 mm (allgemeiner Messbereich ca. 4 nm bis 0,4 mm, vergleiche DIN ISO 15901-1:2019-03 [204]). Bei der CT hingegen schränkt der Auflösungsbereich die minimale Porengröße ein und lässt ausschließlich minimale Porenäquivalentdurchmesser von wenigen Voxeln zu, was einem sinnvollen Porenäquivalentdurchmesser von 3,8 µm entspricht. Der maximale Porenäquivalentdurchmesser erstreckt sich bis zu 0,75 mm für die untersuchten Proben. Durch die unterschiedlichen Detektionsbereiche (vergleiche beispielsweise Fan et al. [241]) ergibt sich für die Quecksilberporosimetrie ein mittlerer Porendurchmesser von 3,71 µm und ein Median von 25,42 µm. Für die CT-Auswertung ergibt sich ein deutlich größerer Wert von 34,77 µm für den Mittelwert und 39,35 µm für den Median. Bei der Betrachtung der Mikrostruktur der keramischen Preform für die Anwendung der metallischen Infiltration als strukturelles Bauteil wird deutlich, dass Porositäten im Nanometerbereich für das Verständnis der Gefüge-Eigenschaftsbeziehungen eine untergeordnete Rolle spielen. Diese beschreiben eher Hohlräumen an Korngrenzen und werden bei der Beaufschlagung des hydraulischen Drucks bis zu 350 MPa durch das schlecht benetzende Quecksilber gefüllt. Deshalb wird für die weitere Betrachtung die Porosität ab dem Mikrometerbereich in den Fokus genommen und die Werte der Porengrößenverteilung aus der CT-Auswertung für die weitere Diskussion verwendet. Nichtsdestotrotz bietet die Quecksilberporosimetrie eine präzise Basis zur Bestimmung der Gesamtporosität und kann darüber hinaus Phänomene auflösen, die weit über die Grenzen der Auflösung der anderen verwendeten Porositätsbestimmungsmethoden hinaus geht. Würde an dieser Stelle tiefer in die Diskussion zwischen der Präzision der Quecksilberporosimetrie und der CT-Auswertung eingestiegen, wären Effekte wie der „Ink-Bottle-Effekt“ (vergleiche Moro et al. [242]) oder der Porengeometrie-Effekt bzw. „Snap-off“ Faktor (vergleiche Giesche [243]) bei der Quecksilberporosimetrie zu nennen, welche sich auch in der überbestimmten Skelettdichte der Auswertung zeigen. Auf der Seite der CT-Auswertung spielt neben den bereits erwähnten Grenzen der Grauwertschwelle die Trennung zusammenhängender offener Porosität eine Rolle, bei der Algorithmen zum Einsatz kommen und die eine automatische Trennung ermöglichen. Nichtsdestotrotz hat jede dieser Auswertemethoden Vor- und Nachteile in der Stabilität und Reproduzierbarkeit der Auswertung sowie in der Genauigkeit der Trennung zwischen zwei zusammenhängenden Poren. Als Beispiel soll auf der Seite der CT der Watershed-Algorithmus stellvertretend genannt werden, der in der Auswertesoftware Avizo einen vielversprechenden Ansatz bietet, jedoch bei der vollständigen und korrekten Trennung an seine Grenzen kommt (siehe Abbildung 5.10). Kleinere Poren werden mit größeren Nachbarporen zusammengefasst, während einzelne große Poren fälschlicherweise getrennt werden. Die ausgegebene Porengrößenverteilung der keramischen Preform wird durch diese Trennfehler beeinflusst.

Deshalb wurde für die Auswertung der Porengrößenverteilung mittels optischer Methoden, die Software VG Studio Max verwendet, die über eine vorprogrammierte Funktion zur Porentrennung verfügt. Vereinzelte Trennfehler in der Gesamtheit aller Poren sind auch hier zu finden. Eine ausführlichere Diskussion würde an dieser Stelle jedoch zu weit führen und kann in der Literatur für verschiedene Problemstellungen gefunden werden (vergleiche Iassonov et al. [244]).

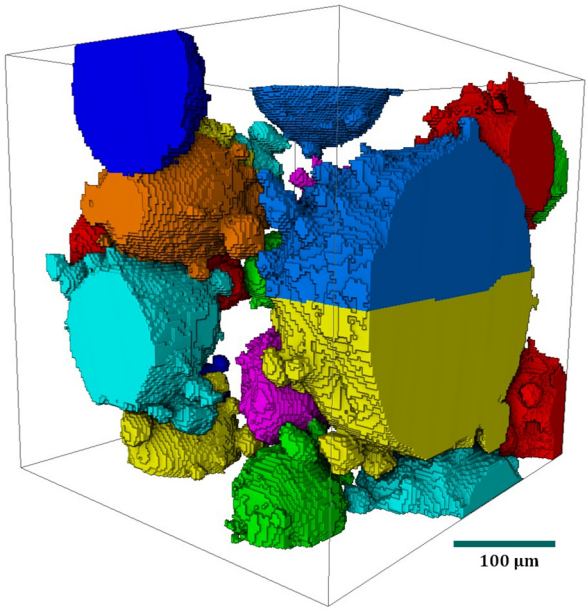


Abbildung 5.10 Lokaler Ausschnitt der Porensegmentierung offener Porosität in der keramischen Preform in Avizo mit der "Labeling"-Funktion, dem Watershedalgorithmus und der Trenneinstellung „26 Nachbarn“. Zur besseren Sichtbarkeit wurden alleinstehende Poren, die aus weniger als 25.000 zusammenhängenden Voxeln bestehen, entfernt.

Die Analyse der Porenverteilung über die zylindrischen Proben hinweg zeigt in der Auswertung mittels CT eine nahezu konstante Verteilung der Porosität entlang der Zylinderachse. Im Vergleich zur Verteilung der großen Poren in Abbildung 5.3 lässt sich eine geringe, gegenläufige Tendenz zur Gesamtporenverteilung entlang der Zylinderachse erkennen, die durch ein Aufschäumen von großen Luftblasen, ggf. auch durch Zusammenschluss während der Grünkörperbildung, stattfindet. Diese fällt aber sehr geringfügig aus und liegt im Grenzbereich der Standardabweichung. Der Abfall zur Mantelfläche (in X- und Z-Koordinatenrichtung), ist dadurch zu erklären, dass Poren durch die Oberfläche geschnitten werden und damit nicht mehr mit ihrem vollen Volumen zur Verteilung zählen, bzw. unterhalb einer gewissen Größe unberücksichtigt bleiben. Deshalb lässt sich festhalten, dass die Porenverteilung in allen Raumrichtungen nahezu ideal homogen ist und im Rahmen der Streuung ein morphologisch isotroper Zustand vorliegt. Dies bestätigt darüber hinaus, dass bei der Herstellung des Keramikschaums keine Sedimentation, Partikelausflockung oder deutliche Koaleszenzbildung stattfindet, was zu einer anisotropen Struktur und Inhomogenität der Porenverteilung führen würde (vergleiche Pokhrel et al. [245]). Eine stabilisierte Koaleszenz findet bei der Verbindung geschlossener Poren zu einem offenen Porennetzwerk statt (vergleiche Han et al. [246]). Die genauere mikroskopische Untersuchung der keramischen Preform mit Rasterelektronenmikroskopie lässt zu den bereits gewonnenen Erkenntnissen über die Mikrostruktur ein zusätzliches Verständnis über das Gefüge zu. Die Kornstruktur zeigt das im Festphasenprozess gesinterte Aluminiumoxid mit seiner charakteristischen Korundstruktur. Die thermodynamisch stabile α-Aluminiumoxidphase hat, verglichen mit den möglichen anderen Modifikationen θ- und γ-Aluminiumoxid, die höchste Dichte und deckt sich mit den gemessenen Werten im Vergleich zur theoretischen Dichte von ca. 3,95 $\frac{g}{cm^3}$ sehr gut. Das Kornwachstum findet dabei vorwiegend in einem diffusionskontrollierten Prozess statt, wodurch die raue Kornoberfläche entsteht (siehe Kornoberfläche in Abbildung 5.4 e)). Wenige Körner wachsen in einer grenzflächenkontrollierten, plattenförmigen Struktur, was in Abbildung 5.4 d) und e) zu erkennen ist. Diese ermöglichen das Überbrücken von Rissen bereits in der keramischen

Preform, aber auch im infiltrierten Zustand im Durchdringungsverbund, worauf an späterer Stelle in der Diskussion in Kapitel 6 eingegangen wird.

5.1.4.2 AlSi10Mg-Legierung

Die AlSi10Mg-Legierung bzw. EN AC-43.000 wird aufgrund ihrer guten Eigenschaften häufig in Gussanwendungen, aber auch zur additiven Fertigung eingesetzt (vergleiche Takata et al. [247] und Leon et al. [248]). Dazu zählen die guten Gusseigenschaften, ihre gute Rezyklierbarkeit (vergleiche Barile et al. [249]) und ihre Korrosions- und Seewasserbeständigkeit. Die Legierung ist bereits ausführlich in der Literatur beschrieben und erforscht. Details zum Gefüge und der Gefügeausbildung können beispielsweise in Chakraborti et al. [250] und Schürmann et al. [251] nachgelesen werden. Speziell für aluminiumreiche, ternäre Legierungen wurden im frühen 20. Jahrhundert Untersuchungen durchgeführt. Hanson et al. [252] untersuchten beispielsweise Legierungen bis zu 11 Ma.-% Silizium, Otani [253] 24 verschiedene Legierungen mit bis zu 20 Ma.-% Silizium und 15 Ma.-% Magnesium und Dix et al. [254] analysierten die aluminiumreichen Legierungen thermisch und metallographisch. Eine detaillierte Zusammenfassung der Thermodynamik der Legierung, sowie Beschreibung der Phasendiagramme ist in Petzow et al. [255] dargestellt. Anhand des Reaktions- oder Scheilschemas kann für die Legierung die Erstarrung und Umwandlung der jeweiligen Phasen in Abhängigkeit der Temperatur abgelesen werden. In Voncina et al. [256] ist von Mrvar et al. [257] für das tenäre System Al-Si-Mg ein solches Schema übernommen sowie eine Schmelzflächenprojektion aus Villars et al. [258] dargestellt. Die Erstarrungsreihenfolge der Phasen sowie Ausbildung weiterer, multidimensionaler Phasen, wird durch die Verunreinigung oder gewollte Zugabe weiterer Legierungselemente in multinären Systemen bzw. mulitdimensionalen Phasendiagrammen beliebig komplex und beeinflusst die Ausbildung des Gefüges. Cai et al. [133] identifizierten Ausscheidungen mit silbrigem Glanz und einer Morphologie ähnlich zu Primärsilizium als eisenhaltige Ausscheidungen. Diese können auch in der hier untersuchten Legierung identifiziert und durch EDX-Messungen als eisenhaltig bestätigt werden (vergleiche Tabelle 5.2, Tabelle 5.3, Tabelle 5.4 und Abbildung 5.6). Durch einen entsprechenden Mangananteil können die nadelförmigen eisenhalten Ausscheidungen (β-Al_5FeSi) gezielt verändert werden und erhalten eine kompaktere Form (α-$Al_{15}(MnFeMe)_3Si_2$, Me steht als Platzhalter für Cr oder Cu). Dies ist im Unterschied zwischen Punkt 2 und Punkt 3 in der EDX-Aufnahme (vergleiche Abbildung 5.6 e)) und der entsprechenden Tabelle 5.3 zu sehen und wird in der Literatur von Voncina et al. [256] beschrieben.

Neben der Zusammensetzung hat die Kinetik einen ausschlaggebenden Einfluss auf das Gefüge, wie im Vergleich zwischen der Legierung im Anlieferungs- und dem infiltrierten Zustand (vergleiche Abbildung 5.6) deutlich wird. Die Ausprägung des Primärsiliziums ist ein klarer Indikator, dass die in der Schmelze ablaufende Keimbildung und Kornwachstum in einer thermodynamisch gleichgewichtsnahen Abkühlung von statten geht, wie sie in der Gasdruckinfiltraiton durch deren hohe Masse und damit Wärmekapazität im Prozessraum vorherrscht (vergleiche Abbildung 3.3). Dies führt zu deutlich größeren Körnern und gröberen Gefügestrukturen als sie die mit hohen Abkühlgeschwindigkeiten erstarrte Legierung im Anlieferungszustand besitzt. Neben der Größe wird die Form der Ausscheidungen bei der höheren Abkühlgeschwindigkeit deutlich globularer und zeigt typische Merkmale der eutektischen Erstarrung und lokale Bereiche mit reinem α-Aluminium, wohingegen die Ausscheidungen in der IF-Legierung das α-Aluminium vollständig durchziehen. Zwischen der IF- und T6-Legierung lässt sich anhand der Mikrostruktur und Zusammensetzung (beispielsweise in der α-Aluminiumphase) kein merklicher Unterschied feststellen (vergleiche Tabelle 5.3, Tabelle 5.4 und Abbildung 5.6 (b), c), e) und f)).

5.1.4.3 Durchdringungsverbund

Entsprechend der keramischen Preform wurden Porositätsbestimmungen vorgenommen, aus denen mit Hilfe des bereits bekannten keramischen Phasenanteils aus Kapitel 5.1.1 die herstellungsbedingte Restporosität berechnet werden konnte (vergleiche Kapitel 4.1). Die Methoden decken sich ebenfalls für den Durchdringungsverbund und zeigen Messwerte in einem Schwankungsbereich von $\pm 0{,}35\,\%$ vom Mittelwert der Gesamtdichte. Die Schwankungen sind neben den in Kapitel 5.1.4.1 genannten Gründen auch in den Schwankungen innerhalb des Materials zu finden, was die Streuung der Messwerte innerhalb einer Methode zeigt (vergleiche Tabelle 5.6). Besonders die optische Auswertung mittels CT zeigt, dass Proben unterschiedlicher Porositäten bei gleicher Auswerteroutine zu der großen Schwankung von $\pm 1{,}7\,\%$ der Porosität führen. Die Schwankungen in der Porosität werden in der Diskussion in Kapitel 6.3.1 aufgegriffen. Aus den CT-Untersuchungen wird deutlich, dass die Poren vorwiegend an der Grenzfläche oder innerhalb großer metallischer Bereiche auftreten, was durch die Herstellung erklärt werden kann. Die Schmelze erfährt nach der Infiltration in die offene Porosität der keramischen Preform sowohl einen Volumensprung durch den Wechsel des Aggregatszustands beim Erstarren als auch eine Schwindung durch das Abkühlen und die gekoppelte Wärmeausdehnung. Diese Phänomene äußern sich in der Lunkerbildung im Inneren größerer metallischer Bereiche oder in der Porenbildung bzw. Ablösung der Grenzfläche mit der Bildung der, im 2D-Schnitt einer CT-Aufnahme, vorwiegend sichelförmigen Poren. Die REM-Aufnahmen vervollständigen das Verständnis zum mögliche Porenauftreten im Durchdringungsverbund innerhalb der keramischen Körner oder deren Korngrenzen bzw. in Zwickelbereichen, welche beim Sinterprozess entstehen. Intragranulare Porosität entsteht durch die höhere Korngrenzenmobilität, sodass die Pore im Korn zurückbleibt. Die intergranulare Porosität entsteht durch den vorzeitigen Abschluss des Sinterprozesses, bevor eine vollständige Verdichtung der Körner stattgefunden hat. Dies ist im Fall der keramischen Preform jedoch auch notwendig, um die offene Porosität und Mikrostruktur zu erhalten, ohne ein zu hohes Kompaktieren der Grünkörpermorphologie zu erzeugen. Details über die Vermeidung und Verminderung von Porosität sowie das Zusammenspiel zwischen inter- und intragranularer Porosität kann in der Literatur nachgelesen werden (vergleiche z.B. Baklouti et al. [259]).

Neben der Porenbestimmung wird anhand der mikrostrukturellen Untersuchung deutlich, dass die Infiltration der Aluminiumlegierungsschmelze erfolgreich durchgeführt werden konnte. Der Verbund weist im Prozess der Gasdruckinfiltration grundsätzlich eine gute Infiltrierbarkeit und die keramische Preform eine ausreichende Stabilität auf, um bei der Infiltration nicht beschädigt zu werden.

Die Ausbildung des metallischen Gefüges im Durchdringungsverbund ist vergleichbar mit dem Gefüge der reinen AlSi10Mg-Legierung und wurde ebenfalls mit EDX-Messungen untersucht. Die Ausbildung der intermetallischen Phasen zeigt durch die gegebene äußere Struktur der keramischen Preform eine geringere räumlichere Ausdehnung. Diese begründet sich einerseits in der räumlichen Beschränkung durch die durchdringende keramische Phase und andererseits durch die Bereitstellung der keramischen Oberfläche im festen Aggregatszustand, was eine heterogene Keimbildung ermöglicht. Hierauf wird, wie auch auf die initiierte Vorschädigung im Durchdringungsverbund durch die Herstellung in Kapitel 6 näher eingegangen.

5.2 Mechanische Charakterisierung

In diesem Kapitel wird ein Überblick über die mechanischen Eigenschaften des Durchdringungsverbunds und seiner Komponenten gegeben, um Einblicke und Verständnis über das Zusammenspiel der Phasen und ihrer jeweiligen Eigenschaften im Verbund zu

ermöglichen. Die in diesem Unterkapitel dargestellt Ergebnisse reichen von der elastischen Charakterisierung der keramischen Komponente und des Durchdringungsverbunds bis hin zu den elastisch-plastischen Eigenschaften.

5.2.1 Elastische Charakterisierung

Zur Bestimmung der elastischen Eigenschaften wurden zerstörungsfreie Prüfmethoden, wie die UPS und die RFDA, verwendet. Damit können sowohl der Elastizitäts- und Schubmodul bestimmt werden als auch die elastischen Konstanten in der Steifigkeitsmatrix, die Querkontraktionszahl und der Anisotropieindex. Darüber hinaus wurde der Elastizitätsmodul in der Zug- und Druckprüfung im elastischen Bereich ermittelt und über digitale Bildkorrelation ausgewertet. Die Ergebnisse sind nachfolgend für die keramische Preform, die AlSi10Mg-Legierung und den Durchdringungsverbund aufgeführt.

Die elastischen Konstanten und der Elastizitätsmodul wurden aus UPS-Messungen für die Komponenten und den Durchdringungsverbund entsprechend Kapitel 4.3 berechnet und bereits in Schukraft et al. [137] veröffentlicht. Eine Übersicht der Ergebnisse ist in Tabelle 2.1 mit den entsprechenden Standardabweichungen gegeben. Die Standardabweichung zwischen den Messungen wurde nach Cohen [260] berechnet. Für die keramische Preform liegt sie zwischen 0,3 % und 1 %. Die Abweichung für die Legierung liegt zwischen 0,5 % und 1,6 %. Die größte Standardabweichung wird für den Durchdringungsverbund festgestellt und liegt zwischen 0,3 % und 2,4 %. Der Anisotropieindex A_U hat den geringsten Wert für die Aluminiumlegierung und den größten für die keramische Preform. Der Durchdringungsverbund erreicht einen Wert von 0,09, wobei die Standardabweichung für den Durchdringungsverbund und die keramische Preform nahe dem eigentlichen Wert liegen.

Tabelle 5.8 Übersicht wichtiger elastischer Kenngrößen, die mittels UPS ermittelt wurden. Dargestellt für die keramischen Preform, die AlSi10Mg-Legierung und den Durchdringungsverbund, beide im infiltrierten Zustand. Bis auf die einheitenlosen Größen des Anisotropieindex A_U und der Querkontraktionszahl ν, sind alle Werte in GPa und jeweils mit Standardabweichung angegeben. Aus [137].

Material	C_{11}	C_{22}	C_{33}	C_{44}	C_{55}	C_{66}	C_{12}	C_{13}	C_{23}	E_{11}	E_{22}	E_{33}	E_{eff}	ν	A_u
Al_2O_3-Preform	27,4 ±7,1	29,0 ±1,84	29,9 ±2,80	9,1 ±1,67	8,7 ±0,19	8,6 ±0,78	8,9 ±1,65	8,4 ±3,62	9,1 ±8,33	20,7 ±2,23	24,3 ±0,35	22,4 ±1,32	20,6 ±1,71	0,27 ±0,02	0,23 ±0,18
AlSi10Mg	113,5 ±0,36	113,3 ±4,91	113,3 ±1,06	29,7 ±1,22	28,7 ±0,40	29,3 ±1,29	52,4 ±2,32	54,7 ±0,73	49,3 ±0,96	76,6 ±0,22	76,4 ±0,67	76,8 ±0,89	78,2 ±1,49	0,32 ±0,004	0,01 ±0,003
IMCC	146,9 ±2,44	144,2 ±3,12	140,9 ±6,15	42,8 ±2,66	43,3 ±2,33	42,6 ±1,48	77,2 ±7,12	72,7 ±9,48	73,6 ±2,66	110,9 ±4,76	110,2 ±4,99	110,2 ±6,20	103,9 ±5,23	0,32 ±0,01	0,09 ±0,06

Tabelle 5.9 Übersicht des E- und G-Moduls sowie der Querkontraktionszahl, die mittels RFDA ermittelt wurden. Dargestellt für die keramischen Preform, die AlSi10Mg-Legierung und den Durchdringungsverbund, beide im infiltrierten Zustand, jeweils mit Standardabweichung. Aus [137].

Probe	Biege-frequenz [Hz]	Torsions-frequenz [Hz]	E-Modul [GPa]	G-Modul [GPa]	Querkontrak-tionszahl [-]
IMCC-1	7293	24719	109,0 ± 5,5	42,7 ± 0,9	0,276
IMCC-2	3040	12198	110,7 ± 3,9	43,2 ± 0,6	0,281
AlSi10Mg	5314	17266	78,9 ± 4,2	29,8 ± 0,7	0,324
Al_2O_3-Preform	3445	10938	12,3 ± 1,9	4,7 ± 0,3	0,309

In Ergänzung dazu wurde der Elastizitätsmodul E, Schubmodul G und die Querkontraktionszahl ν mittels RFDA ermittelt. Die Ergebnisse sind mit Standardabweichung in Tabelle 5.9 aufgelistet und wurden ebenfalls in Schukraft et al. [137] veröffentlicht.

Darüber hinaus wurde der Elastizitätsmodul E abhängig von der Temperatur gemessen und ist in Abbildung 5.11 für die Aluminiumlegierung, die keramische Preform und den Durchdringungsverbund bis 500 °C dargestellt. Jeder Punkt des Diagramms steht für eine Einzelmessung in der Aufheiz- und Abkühlphase des Experiments.

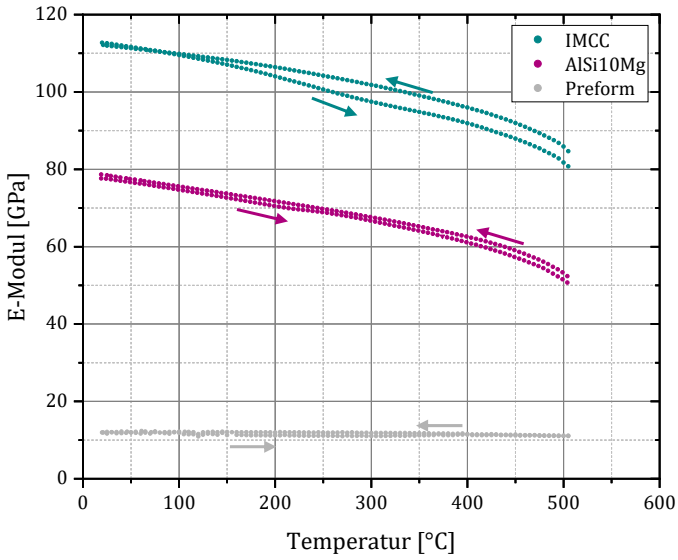


Abbildung 5.11 Abhängigkeit des Elastizitätsmoduls von der Temperatur für die beiden Komponenten keramische Preform und AlSi10Mg-Legierung und den Durchdringungsverbund im Temperaturbereich bis 500 °C. Die Haltezeit an der Maximaltemperatur während der RFDA-Messung betrug 10 min. Die Aufheizkurve liegt bei Aufspaltung der Kurven unter der Abkühlkurve. Aus Schukraft et al. [137].

Die keramische Preform zeigt keine wesentliche Temperaturabhängigkeit und verhält sich im gemessenen Temperaturbereich konstant (12,0 GPa bei 20 °C, 11,0 GPa bei 500 °C). Die AlSi10Mg-Legierung weist bei 20 °C einen Elastizitätsmodul von 77,7 GPa auf, der mit steigender Temperatur abnimmt. Bei 500 °C beträgt der Elastizitätsmodul 51,6 GPa, was eine Verringerung von etwa 34 % bedeutet. Der Elastizitätsmodul des Durchdringungsverbunds ist mit einem Wert von 112,7 GPa im Vergleich zu seinen Einzelkomponenten deutlich höher. Bei 500 °C sinkt der Elastizitätsmodul um 27 % auf 82,4 GPa. Nach Erreichen der maximalen Prüftemperatur und während der Verweilzeit steigt der Elastizitätsmodul des Durchdringungsverbunds um 4,1 GPa, was zu einer Hysterese zwischen der Aufheiz- und Abkühlkurve führt. Diese Hysterese schließt sich bei etwa 100 °C. Es ist erwähnenswert, dass die Elastizitätsmodule vor und nach dem HT-Experiment vergleichbare Werte ($\pm$1 GPa) für den Durchdringungsverbund und seine einzelnen Komponenten aufweisen.

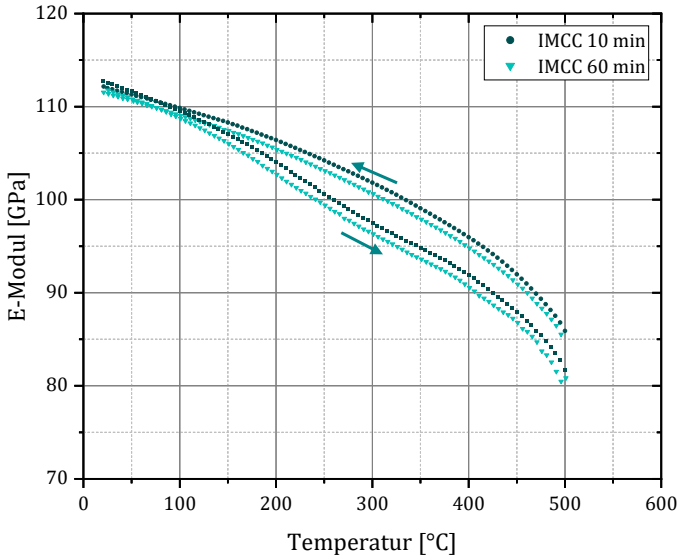


Abbildung 5.12 Abhängigkeit des Elastizitätsmoduls von der Temperatur und der Haltezeit bei der Maximaltemperatur für den Durchdringungsverbund im Temperaturbereich bis 500 °C. Aus Schukraft et al. [137].

Um den Einfluss der Haltezeit bei der Maximaltemperatur auf den E-Modul zu überprüfen, wurden zusätzlich Versuche mit variierender Haltezeit durchgeführt. Der Unterschied zwischen 10 und 60 min Haltezeit wird in Abbildung 5.12 dargestellt. Eine minimale Abweichung des Elastizitätsmoduls von 1 GPa bei 20 °C ist erkennbar und bleibt während des gesamten Experiments nahezu konstant. Beide Diagramme zeigen den gleichen Kurvenverlauf. Der Anstieg des Elastizitätsmoduls bei maximaler Prüftemperatur und während der Verweilzeit war bei den untersuchten Proben leicht unterschiedlich. Der Elastizitätsmodul stieg um 4,1 GPa bei 10 min Verweilzeit und um 5,6 GPa bei 60 min Verweilzeit. Nach dem Temperaturzyklus war der E-Modul mit dem Ausgangswert vergleichbar und weist nur eine sehr geringe Verringerung auf ($< 0{,}6$ GPa).

Um ein tieferes Verständnis der Hysterese zwischen Aufheiz- und Abkühlkurve bei den elastischen Eigenschaften des Durchdringungsverbunds zu erhalten, wurde der Zyklus auch zu geringeren Maximaltemperaturen gefahren und ist in Abbildung 5.13 a) dargestellt. Da die Abkühlgeschwindigkeiten von den vorgegebenen $5\,\frac{\mathrm{K}}{\mathrm{min}}$ ab einer gewissen Temperatur nicht mehr eingehalten werden konnten, ist zur Nachvollziehbarkeit das Temperaturprofil des Zyklus in Abbildung 5.13 b) gegeben. Alle gemessenen Durchdringungsverbundproben zeigen eine Abnahme des Elastizitätsmoduls mit steigender Temperatur (vergleiche Abbildung 5.13 a)). Der Verlauf der Aufheiz- und Abkühlkurve der Probe mit einer Maximaltemperatur von 260 °C ist nahezu identisch. Ab einer Maximaltemperatur von 285 °C ist ein kleiner Hystereseeffekt zu beobachten. Der E-Modul steigt nach Erreichen der Maximaltemperatur leicht an. Bei steigender Maximaltemperatur (360 und 460 °C) wird der Hystereseeffekt ebenfalls stärker ausgeprägt. Nach der 10-minütigen Verweilzeit steigt der E-Modul bei allen Proben mit sinkender Prüftemperatur wieder an. Im Bereich von 100 bis 140 °C kreuzen sich die Abkühlkurven mit den Aufheizkurven. Von da an zeigt der E-Modul in der Abkühlkurve niedrigere Werte als beim Aufheizen. Der E-Modul zu Beginn und am Ende des Hochtemperaturexperiments ist vergleichbar, tendiert aber zu einer leichten Abnahme < 1 GPa. Wie bereits erwähnt, handelt es sich bei den Hochtemperaturexperimenten um Vergleichsmessungen an derselben Probe, sodass kleinere Unterschiede in den Elastizitätskonstanten auftreten, als die Standardabweichung erwarten lassen würde.

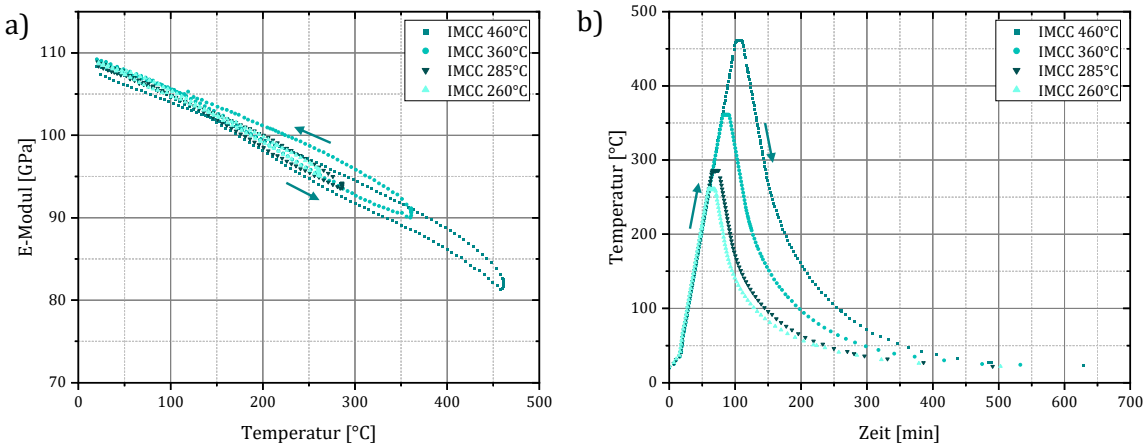


Abbildung 5.13 a) und b). Vergleich der E-Modulentwicklung mit der Temperatur mittels RFDA für die Variation der Maximaltemperatur für den Durchdringungsverbund im infiltrierten Zustand. a) E-Modulverlauf über der Temperatur. b) Temperaturverlauf über der Zeit, mit einer Haltezeit von 10 min an der Maximaltemperatur. Aus Schukraft et al. [137].

Zur Bestimmung des Einflusses der Infiltrationsqualität auf die elastischen Eigenschaften, wurden bewusst Proben verwendet, welche eine erhöhte Restporosität nach der Infiltration aufweisen, um einen Zusammenhang zwischen der Rohdichte und dem E-Modul herzustellen. Die Ergebnisse sind in Abbildung 5.14 dargestellt. Der Graph zeigt, dass eine hohe Rohdichte zu einem hohen E-Modul führt und eine niedrigere Rohdichte zu einem niedrigeren E-Modul. Ausschließlich vier der in diesem Zusammenhang untersuchten Proben passen nicht zu der ansonsten linearen Korrelation und sind in türkisblau markiert. Darüber hinaus wurde umfassend die Position der Probenentnahme aus dem infiltrierten Gussblock und die jeweilige Infiltrationscharge während dieser Arbeit mitdokumentiert, um eine mögliche Korrelation zwischen der Probenposition und den mechanischen Eigenschaften festzustellen. Hierbei ergab sich jedoch für die Druckversuche und die elastischen Kenngrößen keine zuweisbare Korrelation außerhalb der Standardabweichung, weshalb auf die Darstellung dieser Ergebnisse verzichtet wurde.

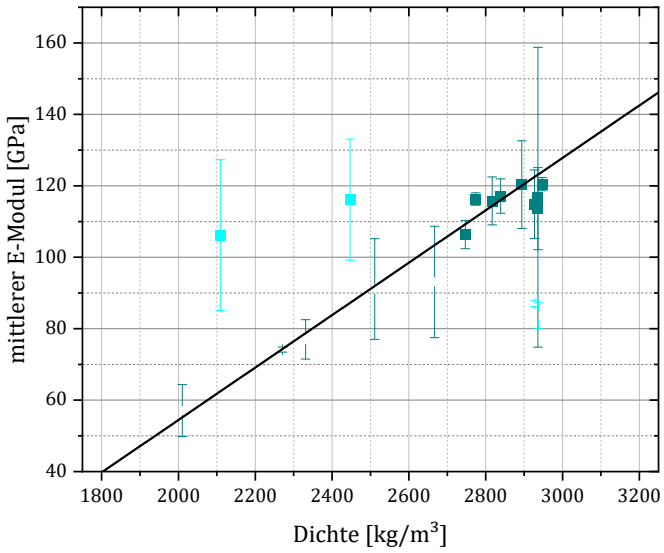


Abbildung 5.14 Abhängigkeit des E-Moduls von der Dichte für Durchdringungsverbundproben unterschiedlicher Dichten, jeweils mit Standardabweichung. Ausreißer sind türkis markiert, aus [LP1].

5.2.2 Elastisch-plastische Charakterisierung

Für die elastisch-plastische Charakterisierung wurde der Durchdringungsverbund und seine Komponenten unter uniaxialer Druck- und Zugbelastung bis zum Versagen getestet. Anhand von Spannungs-Dehnungsdiagrammen wird die technische Spannung σ über der technischen Dehnung ε aufgetragen und relevante Kenngrößen daran ermittelt, um den Einfluss des Zusammenwirkens der keramischen und metallischen Phase im Durchdringungsverbund im Vergleich zu ihren Komponenten zu ermitteln. In den nachfolgenden Unterkapiteln werden die Ergebnisse der Charakterisierung unter uniaxialer Druckspannung und uniaxialer Zugspannung aufgezeigt.

5.2.2.1 Uniaxiale Druckspannung

Das Spannungs-Stauchungs-Diagramm in Abbildung 5.15 zeigt repräsentative Kurven für die keramische Preform, die AlSi10Mg-Legierung im infiltrierten Zustand (IF) und für den Durchdringungsverbund. Die Dehnung der keramischen Preform wurde aus der Querhauptverschiebung berechnet, die Dehnung für die AlSi10Mg-Legierung und den Durchdringungsverbund wurden, wie in Kapitel 4.4 beschrieben, mittels DIC bestimmt. Der Anlauf der Kurven wurde entsprechend korrigiert.

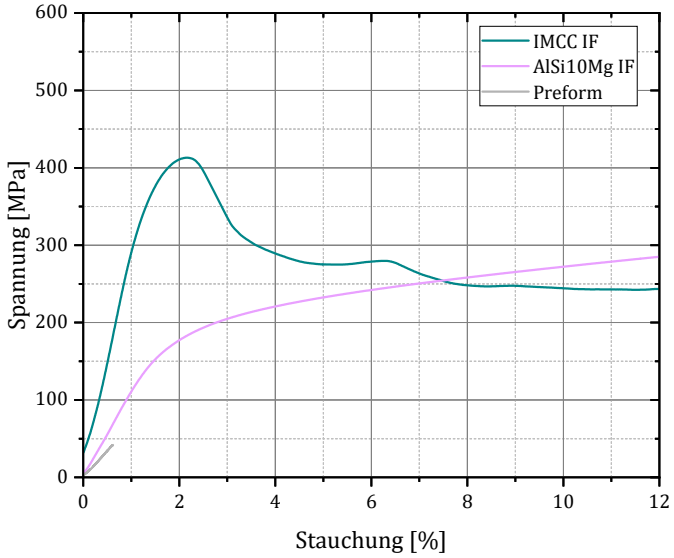


Abbildung 5.15 Spannungs-Stauchungs-Diagramm mit repräsentativen Kurven unter quasistatischem Druck, durchgeführt bei einer Stauchrate von 10^{-3} 1/s. Werte teilweise aus [75].

Die keramische Preform zeigt einen linearen Verlauf bis zum Bruch. Die Aluminiumlegierung weist einen linear-elastischen Bereich auf, der nach Einsetzen der plastischen Deformation abknickt und für den repräsentativen Kurvenverlauf ab ca. 3,5 % bis zum Aufzeichnungsende bei 12 % Stauchung, deutlich abflacht. Der Durchdringungsverbund verhält sich nach einem deutlich steileren, linear-elastischen Bereich ebenfalls plastisch, erreicht jedoch ein Spannungsmaximum, etwas oberhalb von 2 % Stauchung und fällt dann auf einen Plateaubereich unterhalb von 300 MPa ab, welcher im aufgezeichneten Verlauf bis 12 % Stauchung ein lokales Maximum aufweist, mit einem weiteren, doch deutlich geringeren anschließenden Spannungsabfall. Darüber hinaus fällt das unterschiedliche Einsetzen des plastischen Materialverhaltens, bzw. des Versagens im Fall für die keramische Preform auf. Hierfür wurde eine ausführlichere Auswertung durchgeführt, welche im Nachfolgenden vorgestellt wird.

Die technische Stauchgrenze $\sigma_{0,2,d}$, bei der eine plastische Stauchung von 0,2 % erreicht wurde, ist nur für die Aluminiumlegierung und den Durchdringungsverbund ausgewertet

worden, da die Bruchstauchung der Keramik einen plastischen Stauchungsanteil von 0,2 % nicht überschreitet. Für die keramische Preform wurde deshalb eine separate Auswertung der Bruchwahrscheinlichkeit nach Weibull durchgeführt, die sich in Abbildung 5.16 wiederfindet. Die charakteristischen Kenngrößen sind im linearen Fit der logarithmisch bzw. doppellogarithmisch dargestellten Diagrammachsen angegeben. Die Steigung m beträgt 13,7, die Bruchwahrscheinlichkeit σ_0 beträgt ca. 43,2 MPa.

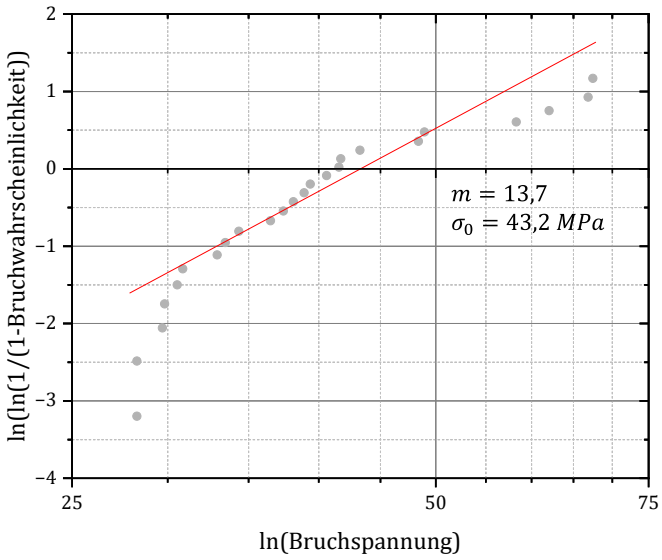


Abbildung 5.16 Bruchwahrscheinlichkeit der keramischen Preform, getestet an zylindrischen Proben nach Weibull. Werte aus [BA2]

Für die Aluminiumlegierung und den Durchdringungsverbund sind neben der Stauchgrenze weitere Kenngrößen, jeweils dort wo eine statistische Auswertung der Daten möglich war, mit Standardabweichung ausgewertet worden und in Tabelle 5.10 aufgelistet. Da die Materialien unter Druck unterschiedliches Verhalten aufweisen, lässt sich die Druckfestigkeit, gerade bei der duktilen Aluminiumlegierung ohne lokales Maximum, nur per Definition am Auswertungsende bestimmen (da die technische Dehnung durch die realen Querschnittsvergrößerung immer weiter ansteigt). Deshalb wurde auf eine Angabe der Druckfestigkeit verzichtet. Die Aufzeichnung der Daten wurde, wie in Abbildung 5.15 gezeigt, bis zu 12 % Stauchung dargestellt.

Tabelle 5.10 Übersicht der mechanischen Kenngrößen für die keramische Preform, die AlSi10Mg-Legierung (AR, IF und T6) und den Durchdringungsverbund (IF und T6) mit Standardabweichung unter quasistatischem Druck. Es wurde keine Festigkeit für die duktilen Materialien ohne Rissbildung bestimmt.

	technische Stauchgrenze $\sigma_{0,2,d}$ in [MPa]		**Druckfestigkeit** in [MPa]	
Al_2O_3-Preform	entspricht Festigkeit		41,3	± 11,4
AlSi10Mg AR	224	-	-	-
AlSi10Mg IF	198	-	-	-
AlSi10Mg T6	322	± 7,9	-	-
IMCC IF	364	± 36,2	384	± 37,8
IMCC T6	498	± 19,0	571	± 6,5

Da der Einfluss der Abkühlgeschwindigkeit, sowie der „thermischen Historie“ bei der AlSi10Mg-Legierung eine wichtige Rolle, auch in Bezug auf die mechanischen Eigenschaften spielt und Ausscheidungshärtung durch Wärmebehandlung die mechanischen Eigenschaften beeinflusst, wurde in nachfolgender Abbildung 5.17 dieser Einfluss an der Legierung im Anlieferungszustand (AR), im infiltrierten Zustand (IF) und im Zustand nach der Wärmebehandlung (T6), sowie für den Durchdringungsverbund im infiltrierten Zustand (IF) und nach der Wärmebehandlung (T6) untersucht. In Tabelle 5.10 wurden zudem die Unterschiede der mechanischen Kenngrößen der beiden Materialien für unterschiedliche Zustände gegenübergestellt. Auffällig ist, dass die Standardabweichung für den T6-Zustand an der Streckgrenze und bei der Druckfestigkeit geringer wird, obwohl beide Werte absolut zunehmen. Dies bedeutet eine prozentuale Verringerung der Streuung von 9,8 auf 1,2 %.

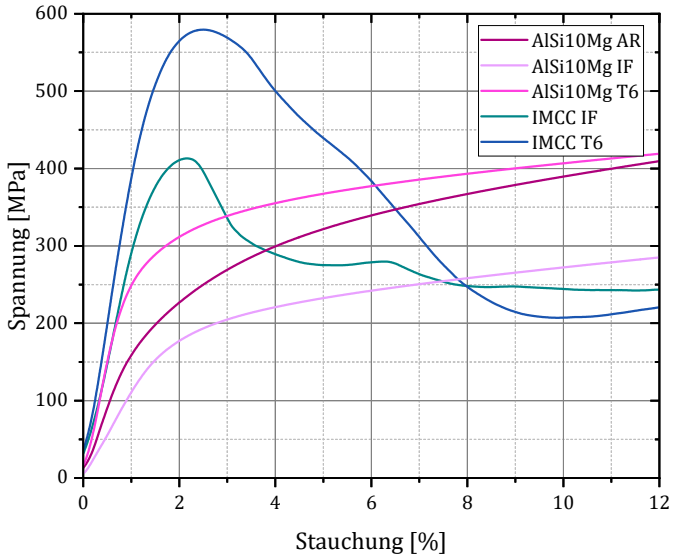


Abbildung 5.17 Spannungs-Stauchungs-Diagramm mit repräsentativen Kurven der AlSi10Mg-Legierung (AR, IF und T6), sowie des Durchdringungsverbunds (IF und T6) unter quasistatischem Druck, durchgeführt bei einer Stauchrate von 10^{-3} 1/s und DIC-Dehnungsbestimmung. Werte aus [BA1].

5.2.2.2 Uniaxiale Zugspannungen

Das Spannungs-Dehnungs-Diagramm in Abbildung 5.18 zeigt den repräsentativen, technischen Spannungs-Dehnungs-Verlauf für zwei Flachzugproben aus der AR-Aluminiumlegierung und des IF-Durchdringungsverbunds. Für die Zugversuche am Durchdringungsverbund wurde eine Glättung nach der LOESS-Methode durchgeführt (vergleiche Cleveland [261]). Neben dem unterschiedlichen Einsetzen der Plastifizierung, beim Durchdringungsverbund zwischen 0 und 20 MPa, bei der Aluminiumlegierung bis zu 100 MPa, zeigt die Streuung der Werte den Unterschied zwischen dem Durchdringungsverbund und der Aluminiumlegierung deutlich. Tabelle 5.11 gibt eine Übersicht über die Zusammenfassung der Kenngrößen aus den Zugversuchen. Da die Zug- und Bruchfestigkeiten für beide Materialien identisch sind, wird nur die Zugfestigkeit und Bruchdehnung in Tabelle 5.11 angegeben. Proben, die außerhalb des Zugbereichs gebrochen sind, wurden für ungültig erklärt und wurden nicht mit in die Diagramme aufgenommen.

Die Zugfestigkeit des Durchdringungsverbunds liegt zwischen 55 und 153 MPa, mit einem Mittelwert von 106 MPa und einer Standardabweichung von $\pm$38 MPa. Die Bruchdehnung schwankt zwischen 0,09 und 0,38 % und hat einen Mittelwert von 0,22 %, wobei die höhere Zugfestigkeit mit einer höheren Bruchdehnung korreliert. Ein Einschnüren der Probe im Bruchbereich konnte nicht festgestellt werden. Das Festhalten der lokalen Probenentnahme aus der jeweiligen Infiltrationscharge zeigte über die reinen mechanischen Kenndaten

hinaus, dass Durchdringungsverbundproben, welche im unteren Teil eines Gussblocks entnommen wurden, eine höhere Zugfestigkeit aufweisen (143 MPa), als Proben, welche aus dem oberen Teil des Gussblocks entnommen wurden (76 MPa). Die Zugfestigkeit der Aluminiumlegierung beträgt 283 MPa bei einer Bruchdehnung von ca. 7,2 %.

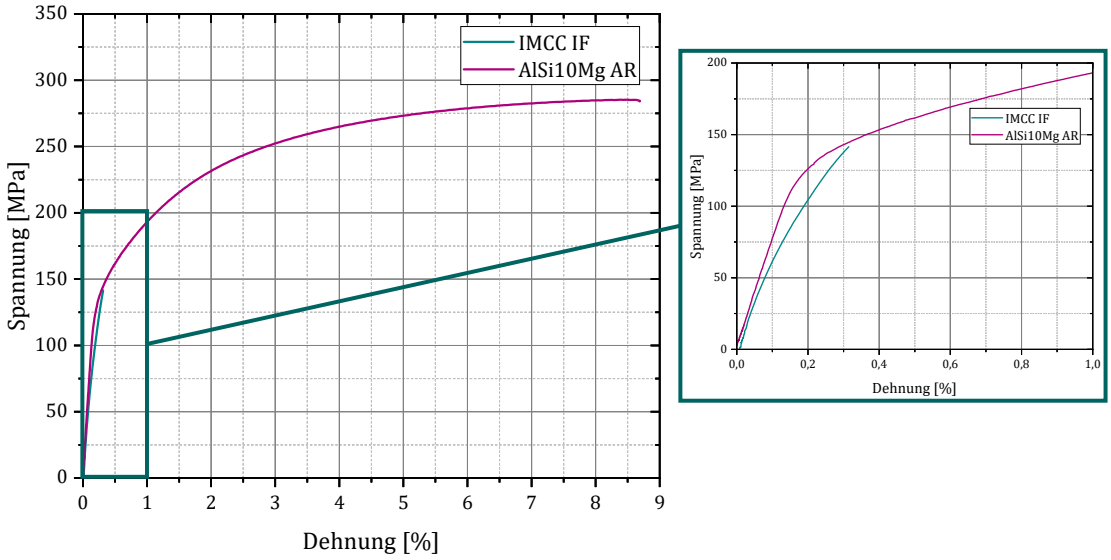


Abbildung 5.18 Spannungs-Dehnungs-Diagramm mit repräsentativen Kurven der AlSi10Mg-Legierung (AR) und des Durchdringungsverbunds (IF) unter quasistatischem Zug, mit Vergrößerung kleiner Dehnungen. Werte aus [BA3].

Tabelle 5.11 Übersicht der mechanischen Kenngrößen für die AR-AlSi10Mg-Legierung und den IF-Durchdringungsverbund mit Standardabweichung unter quasistatischem Zug.

	technische Streckgrenze $\sigma_{0,2}$ in [MPa]		**Zugfestigkeit** in [MPa]		**Bruchdehnung** in [%]	
AR-AlSi10Mg	153	± 5,9	283	± 5,7	7,21	± 1,781
IF-IMCC	siehe Zugfestigkeit		106	± 38,2	0,22	± 0,098

In Ergänzung dazu wurden Zugversuche an kleinen Flachzugproben im in-situ-REM Zug-/Druck-Modul durchgeführt (vergleiche Abbildung 3.7 und Beschreibung in Kapitel 4.4.1.2), welche den Vergleich zwischen den unterschiedlichen Gefügezuständen für die Aluminiumlegierung und den Durchdringungsverbund vervollständigen. In Abbildung 5.19 sind die Verläufe der repräsentativen Kurven für beide Materialien im infiltrierten und wärmebehandelten Zustand dargestellt. In Abbildung 5.20 sind die jeweiligen Gefügezustände innerhalb der Materialien gegenübergestellt (siehe Abbildung a) und b)) und die beiden Materialien bei entsprechenden Gefügezuständen (siehe Abbildung c) und d)).

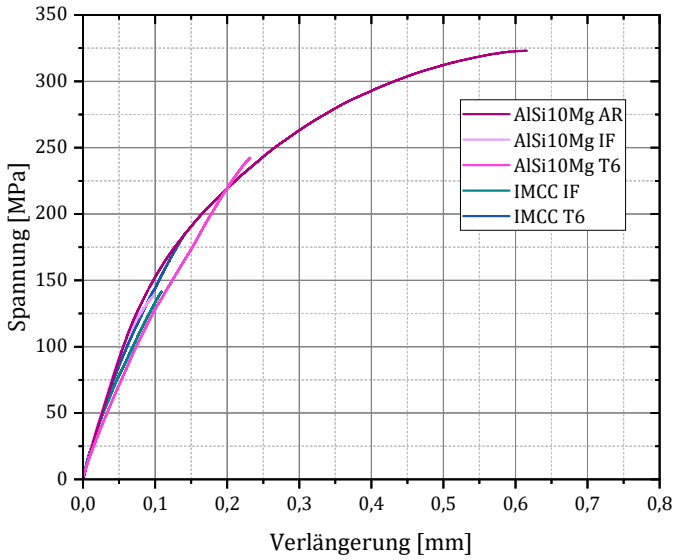


Abbildung 5.19 Spannungs-Verlängerungs-Diagramm mit repräsentativen Kurven der AlSi10Mg-Legierung (AR, IF und T6) und des Durchdringungsverbunds (IF und T6) unter quasistatischem Zug an gekerbten Proben (deshalb ist die Dehnung in mm und nicht in % gegeben). Werte teilweise aus [194].

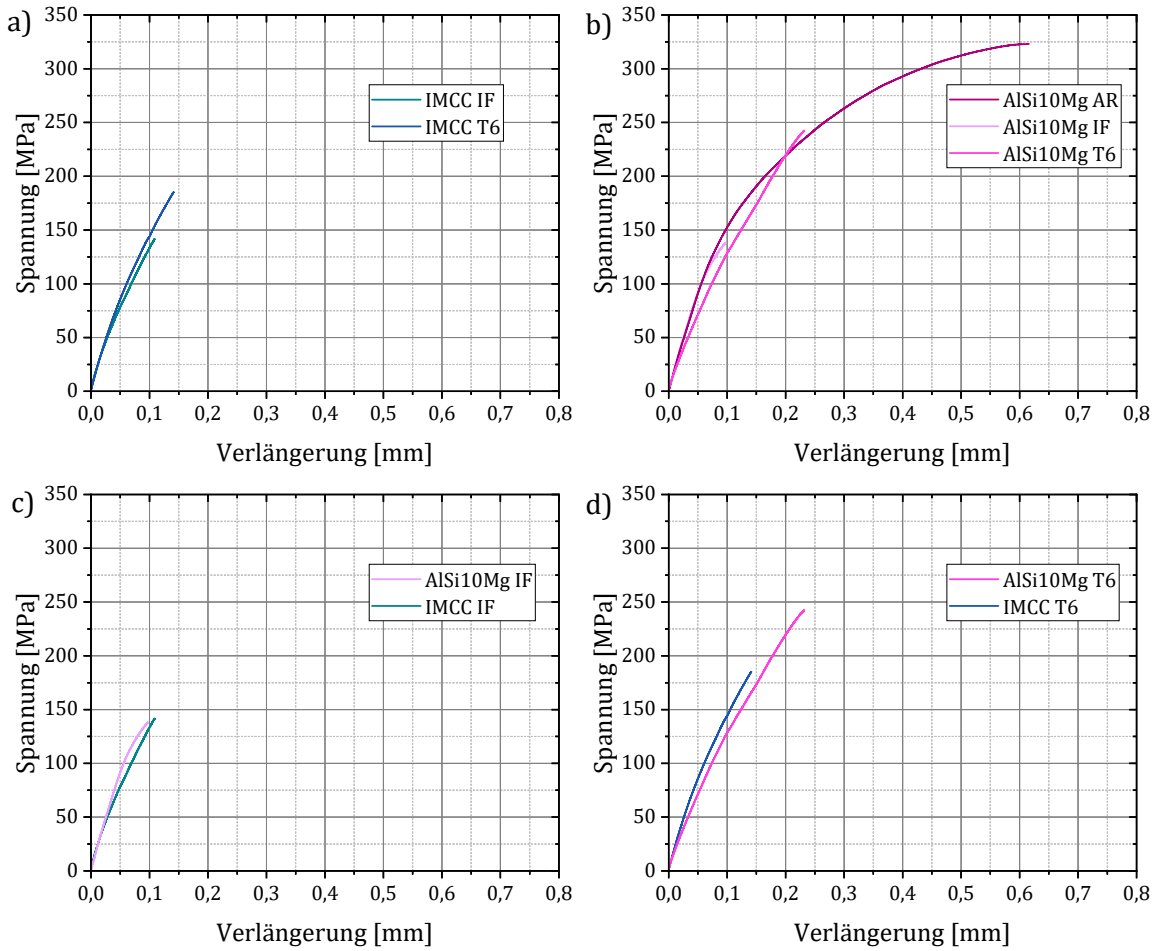


Abbildung 5.20 a) bis d). Spannungs-Verlängerungs-Diagramm mit repräsentativen Kurven. a) Gegenüberstellung der Gefügezustände des Durchdringungsverbunds (IF und T6). b) Gegenüberstellung der Gefügezustände der AlSi10Mg-Legierung (AR, IF und T6). c) Gegenüberstellung der AlSi10Mg-Legierung und des Durchdringungsverbunds im infiltrierten Zustand (IF). d) Gegenüberstellung der AlSi10Mg-Legierung und des Durchdringungsverbunds im wärmebehandelten Zustand (T6). Werte teilweise aus [194].

Für die gekerbten Flachzugproben ist es durch den fehlenden Prüfbereich konstanten Querschnitts nicht möglich, die prozentuale Dehnungen aussagekräftig auszuwerten. In Tabelle 5.12 wurde ausschließlich die Zugfestigkeit dargestellt, welche sich bezogen auf den kleinsten Querschnitt in der Kerbe berechnet.

Tabelle 5.12 Übersicht der Zugfestigkeit für die AlSi10Mg-Legierung (AR, IF und T6) und den Durchdringungsverbund (IF und T6) mit Standardabweichung unter quasistatischem Zug mit gekerbten Proben.

	Zugfestigkeit in [MPa]	
AlSi10Mg AR	326	± 3,3
AlSi10Mg IF	137	± 3,3
AlSi10Mg T6	217	± 39,5
IMCC IF	127	± 9,3
IMCC T6	175	± 10,1

5.2.3 Diskussion der mechanischen Charakterisierung

5.2.3.1 Elastischen Charakterisierung

Bei Raumtemperatur zeigen die Messungen des Elastizitätsmoduls eine sehr gute Übereinstimmung zwischen der Ultraschall-Phasenspektroskopie und der Analyse der Resonanzfrequenzdämpfung für den Durchdringungsverbund und die AlSi10Mg-Legierung. Außerdem zeigt der niedrige Anisotropieindex, dass eine nahezu perfekte Isotropie (Anisotropieindex = 0, vergleiche Soyarslan et al. [217, 262]) festgestellt wurde. Im Vergleich zu früheren Studien mit kleineren Proben und leicht abweichenden Verarbeitungsparametern zeigen die Werte geringe Unterschiede im Bereich von weniger als 5 % [188]. Die Werte der keramischen Preform unterscheiden sich in einem deutlich höheren Maß. Die Streuung der Steifigkeit und des Elastizitätsmoduls zwischen den Proben führt zudem zu einem großen Anisotropieindex. Eine Abweichung ist in der numerischen Modellierung des Elastizitätsmoduls im Vergleich zu den gemessenen Werten mittels UPS bei Horny et al. sichtbar [188].

Die elastischen Eigenschaften beider Durchdringungsverbundproben sind in Bezug auf den Elastizitäts- und Schermodul sowie die Poissonzahl für RFDA-Messung ähnlich. Der Unterschied bei den Biege- und Torsionsfrequenzen in der RFDA-Messung ist auf die unterschiedlichen Probenabmessungen zurückzuführen. Die Standardabweichung der berechneten elastischen Eigenschaften, insbesondere des Elastizitätsmoduls, ist verhältnismäßig hoch, da die Genauigkeit des berechneten Elastizitätsmoduls hauptsächlich von der Genauigkeit der Probendicke abhängt (siehe Gleichung 29). Sie könnte durch eine automatisierte Herstellung der Proben verringert werden. Die Standardabweichung bezieht sich auf den absoluten Wert des E- und G-Moduls. Bei vergleichenden RFDA-Messungen derselben Probe wurden deutlich kleinere Standardabweichungen gemessen. Die Differenz zwischen den Methoden UPS und RFDA lag im gleichen Bereich. Gründe sind in der hohen Dämpfungseigenschaft des hochporösen Keramikschaums zu finden, die zu Resonanz und hoher Absorption und damit zu einem stark verrauschten Signal führt, was die Auswertung erschwert. Durch den bei der UPS-Methode durchgeführten Frequenzsweep können diese Resonanzfrequenzen zwar in einem gewissen Bereich kompensiert werden, dennoch war die Bestimmung der Steigung für den Keramikschaum schwieriger als für die deutlich weniger poröse Legierung und den Durchdringungsverbund. Daneben können lokale Unterschiede im Gefüge und nicht sichtbare Vorschädigungen in den Proben während der Präparation und des Transports ein weiterer Grund für geringe Unterschiede sein. Die sehr hohe Isotropie des Durchdringungsverbunds unterstreicht auch die hohe Isotropie des Keramikschaums, da das

Signal im Verbundwerkstoff wesentlich einfacher zu messen ist und kein signifikanter anisotroper Einfluss durch die keramische Preform auftrat (vergleiche Roy et al. [144] zum Einfluss der Preform auf die elastische Anisotropie in Verbundwerkstoffen). Wie der Vergleich mit produktspezifischen Datenblättern der Aluminiumlegierung (vergleiche [195, 263]) zeigt, wird in der Regel eine Schwankungsbreite des Elastizitätsmoduls von ca. 5 - 10 % beobachtet, was zeigt, dass die exakte Bestimmung der elastischen Eigenschaften, selbst in einem industriellen und reproduzierbaren Prozess, Abweichungen im Bereich der hier gemessenen Materialien aufweist. Der frequenzbasierte Ansatz mit UPS und RFDA zeigt daher im Vergleich zu anderen Bestimmungsmethoden für elastische Konstanten sowohl reproduzierbare als auch präzise Ergebnisse (vergleiche Radovic et al. [264] und Castillo-Hernandez et al. [141]).

Bis auf die markierten Ausreißer in Abbildung 5.14 korreliert der E-Modul sehr gut in einem linearen Zusammenhang mit der Materialdichte. Die Unterschiedlichkeit in den Fehlerbalken für die untersuchten Proben lässt sich für die meisten Proben mit der proben- und methodenbedingten Streuung im Rahmen der genannten 5 - 10 % erklären. Darüber hinaus wurden für diesen Zusammenhang Proben aus einer Infiltrationscharge ausgewählt, die eine hohe Schwankung in ihrer Einzelprobendichte aufwiesen. Neben unvollständiger Infiltration, welche maßgeblich zu den erzeugten Dichteunterschieden führte, ist auch eine lokale Abweichung der Phasenanteile Grund für die besonders hohen Streuungen und Abweichungen des linearen Zusammenhangs zwischen E-Modul und Probendichte. Ist die keramische Phase in einer Raumrichtung besonders konzentriert angeordnet, führt dies zu einer Steifigkeitszunahme in dieser Raumrichtung und – bei gleichbleibendem keramischen Phasenanteil – gleichzeitig zu einem Abfall der Steifigkeit in die anderen Raumrichtungen. Dies erklärt beispielsweise die deutlich überhöhte Streuung der Probe bei einer Dichte von $2{,}95\,\frac{g}{cm^3}$. Konzentriert sich eine der Phasen in der Probe, so hat dies einen deutlich größeren Einfluss auf die Gesamtsteifigkeit der Probe, wie es für einen überhöhten keramischen Anteil beispielsweise für die Ausreißer oberhalb der Geraden in Abbildung 5.14 der Fall ist. Zur Sicherstellung der Probenqualität wurde deshalb im Allgemeinen die Restporosität der Durchdringungsverbundproben über Dichtemessungen vorab der Versuche kontrolliert, um herstellungsbedingte Schwankungen in der Beobachtung mechanischer, thermischer und thermo-mechanischer Phänomene bestmöglich auszuschließen.

Zur Einordung der elastischen Eigenschaften dient ein Vergleich mit anderen keramischen Preformen und Durchdringungsverbunden, sowie die Einordnung im Vergleich zu analytischen Modellen. Auf der Basis der experimentellen Charakterisierung und der daraus abgeleiteten mechanischen Materialkenndaten konnte zudem von D. Horny ein numerisches Modell der keramischen Preform und des Durchdringungsverbunds aufgesetzt werden, das in Horny et al. [188] vorgestellt wurde. Hierbei wird deutlich, dass die keramische Preform im Vergleich mit analytischen Modellen von Voigt [265], Reuss [266], Hill [267]und dem Modell nach Hashin-Shtrikman (in den oberen und unteren Grenzen) [268] zwischen der unteren Grenze des Hashin-Shtrikman Modells und dem Hill-Modell liegt (siehe Abbildung 5.21 a)). Abhängig von der beobachteten Volumenelementgröße und dem keramischen Phasenanteil (im Bereich von ca. 20 Vol.-% bis 35 Vol.-%), lassen sich die Unterschiede im E-Modul beobachten. Darüber hinaus lassen sich Werte mit einem weiter streuenden keramischen Phasenanteil finden, welche den Bereich erweitern und die Eingrenzung der analytischen Modelle von Hill und Hashin-Shtrikman bestätigen.

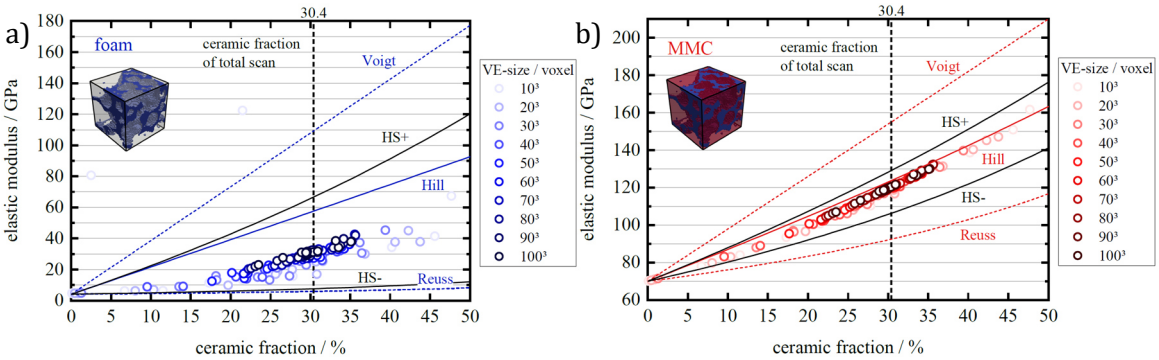


Abbildung 5.21 a) und b). Effektiver E-Modul in Abhängigkeit des keramischen Phasenanteils und der Volumenelementgröße (VE). a) Für die keramische Preform und b) für den Metall-Keramik-Durchdringungsverbund, jeweils im Abgleich mit analytischen Modellen. Aus [188].

Einzelne Proben, besonders für kleine Volumenelementgrößen, zeigen Ausreißer im E-Modul, welche auf dieselben lokal konzentrierten keramischen Bereiche innerhalb der Probe zurückzuführen sind, wie sie makroskopisch in vereinzelten Probeausreißern in Abbildung 5.14 zu finden sind. Der Durchdringungsverbund folgt für die elastischen Eigenschaften deutlich dem Hill-Modell (vergleiche Abbildung 5.21 b)), wobei in guter Übereinstimmung mit dem Experiment die Streuungen im E-Modul für den Durchdringungsverbund deutlich geringer sind (vergleiche Tabelle 5.8 und die vertikalen Streuung in Abbildung 5.21 b) im Vergleich zu Abbildung 5.21 a)). Kota et al. [58] stellten eine große Übersicht mit diversen experimentellen Untersuchungen in Abbildung 30 ihrer Veröffentlichung zusammen, wobei die aufgelisteten keramischen Preformen im Bereich von $70 - 80$ % Porosität und die nahezu isotropen keramischen Preformen im gesamten Porositätsspektrum im Bereich der oberen und unteren Grenze des Hashin-Shtrikman Modells lagen. Dies deckt sich sehr gut mit den Beobachtungen an der hier untersuchten keramischen Preform und ist eine weitere Bestätigung für deren hohe Homogenität. Denn, je geringer die Abweichungen der elastischen Eigenschaften in den unterschiedlichen Raumrichtungen sind, desto kompakter liegen die Werte gleichen keramischen Phasenanteils beieinander. Für das analytische Modell für offenporige Schäume mit schlanken Stegstrukturen nach Gibson [84] und Ashby [269]:

$$E^* = \xi \cdot \left(\frac{\rho'_{Al_2O_3}}{\rho_{Al_2O_3}}\right)^2 \cdot E_{Al_2O_3} \tag{36}$$

E^* ist dabei der resultierende E-Modul für die offenporige Schaumstruktur mit schlanken Stegen, während $\rho'_{Al_2O_3}$ und $\rho_{Al_2O_3}$ die scheinbare und theoretische Dichte des Stegmaterials, in diesem Fall also Aluminiumoxid, repräsentieren. $E_{Al_2O_3}$ ist der E-Modul von dicht gesintertem Aluminiumoxid und ξ beschreibt die Schaumkonstante der Preform. Mit einem E-Modul für Aluminiumoxids von 406 GPa [196] und der bereits in Kapitel 4.1 und 5.1.1 genannten Dichten, ergibt sich für die keramische Preform mit dem in Tabelle 5.8 bestimmten E-Modul E^* dieser eine Schaumkonstante ξ von 0,68.

Für den Durchdringungsverbund finden sich in der Literatur keine Werte, welche sich in den Phasenanteilen der Komponenten des hier untersuchten Durchdringungsverbund decken. Auch die Materialzusammensetzung variiert oft, was einen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften haben kann. Am ähnlichsten zum hier untersuchten Durchdringungsverbund sind die Veröffentlichungen von Peng et al. [270], welche einen E-Modul von 110 GPa für ihren Durchdringungsverbund mit ca. 22,5 % keramischem Phasenanteil und der Aluminiumlegierung 6061 ermittelten. Roy et al. [271] und Moon et al. [272] untersuchten Durchdringungsverbunde mit höheren keramischen Phasenanteilen von ca. 35 %, deren

keramische Preformen über Platzhalterverfahren hergestellt und anschließend mit der eutektischen AlSi12-Legierung infiltriert wurden und die E-Moduln von 140 – 156, bzw. 135 GPa aufweisen. Im elastischen Bereich sind die Eigenschaften des Durchdringungsverbunds sehr nahe am Hill-Modell und damit mit einem homogenen partikelverstärkten MMC vergleichbar.

Bei den Hochtemperaturmessungen zeigen die AlSi10Mg-Legierung und die keramische Preform keinen signifikanten Unterschied zwischen der Heiz- und Abkühlkurve (Hysterese). Daher werden die einzelnen Komponenten des Durchdringungsverbunds bei den Hysteresephänomenen nicht berücksichtigt. Nach Erreichen der Verweilzeit bei maximaler Prüftemperatur beginnt der Elastizitätsmodul des Durchdringungsverbunds zu steigen. Dieser Verstärkungseffekt wird bei Prüftemperaturen von 285, 360, 460 und 500 °C beobachtet, aber nicht bei 260 °C (siehe Abbildung 5.13 a)), und ist bei höheren Prüftemperaturen (360, 460 und 500 °C) stärker ausgeprägt. Eine signifikante Abhängigkeit von der Verweilzeit bei 500 °C kann nicht festgestellt werden (siehe Abbildung 5.12 b)). Neben dem Anstieg des Elastizitätsmoduls während der Verweilzeit, wird ein zusätzlicher Anstieg bzw. Abfall während der Erwärmung bzw. Abkühlung vermutet. Diese Effekte sind jedoch in den Messkurven aufgrund der Überlagerung mit der temperaturabhängigen Zunahme bzw. Abnahme des Elastizitätsmoduls kaum sichtbar. Daher ist der Effekt in Abbildung 5.22 schematisch dargestellt. Die gesamte Aufheiz- und Abkühlkurve der elastischen Messung (E_{gesamt}) lässt sich in einen thermischen Teil ($E_{thermisch}$), der auf der physikalischen Ausdehnung homogener Materialien beruht, und einen Hysterese-Teil ($E_{hysteresisch}$) aufspalten, der aus der Differenz zwischen der gesamten elastischen Kurve und der thermischen Abschwächung mit steigender Temperatur ersichtlich wird.

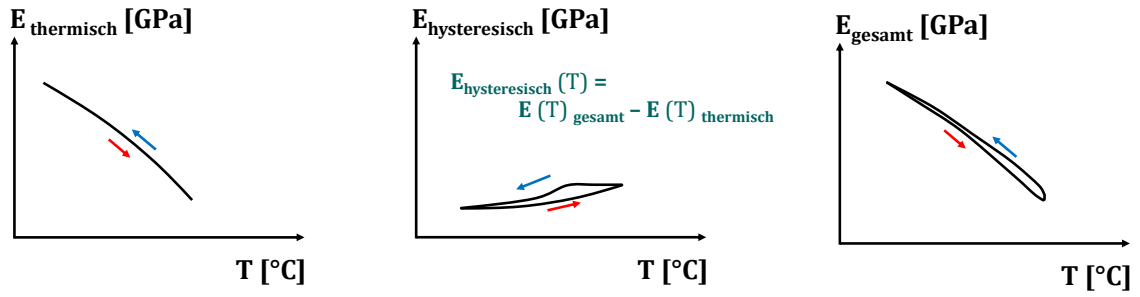


Abbildung 5.22 Schematisches, temperaturabhängiges Verhalten des E-Moduls für Durchdringungsverbunde von den jeweiligen Anteilen: thermisch (links), hysteresisch (Mitte) und die daraus resultierende Kurve (rechts). Aus Schukraft et al. [137].

Zwei mögliche Erklärungen für das Hystereseverhalten werden von Skirl et al. [61] gegeben. Nach der ersten Erklärung bilden sich beim Abkühlen durch Überschreiten der Kavitationsspannung Poren. Diese Poren schließen sich beim Aufheizen durch die Ausdehnung des Metalls wieder. Die Poren führen zu einer Volumendifferenz, die wiederum Spannungen und damit die Hysterese verursacht. Auch Balch et al. [142] führen das Hystereseverhalten des Wärmeausdehnungskoeffizienten (CTE) auf das Vorhandensein von Mikroporen an der Grenzfläche zwischen Metall und Keramik zurück. Die zweite Erklärung von Skirl et al. beschreibt, dass während des Aufheizens und Abkühlens ein Intrusions- bzw. Extrusionsprozess stattfindet, bei dem die metallische Phase durch Kanäle an die Oberfläche und zurück in die Probe fließt. Dieser Prozess erzeugt Zugspannungen beim Abkühlen und Druckspannungen beim Erhitzen in der Metallphase. Die Hysterese wird durch die Umkehrung der Spannung hervorgerufen. Auch eine Kombination aus beiden Prozessen ist möglich (vergleiche Skirl et al. [61] und Hoffman et al. [139]). Die zweite Erklärung von Skirl

et al. ist für den hier untersuchte IMCC aufgrund der Restporosität und des signifikanten Unterschieds im Metall- bzw. Keramikgehalt des Verbunds (Metallgehalt bei Skirl et al. liegen zwischen 13 Vol.-% und 40 Vol.-% gegenüber 74 Vol.-% im IMCC) möglicherweise weniger relevant, wird jedoch in der Diskussion in Kapitel 6.3 aufgegriffen.

Wiederholte Messungen des IMCC bei hohen Temperaturen zeigten eine Abnahme des Elastizitätsmoduls bei Raumtemperatur. Roy et al. [144] führen den niedrigeren Elastizitätsmodul auf eine Abnahme der Eigenspannung im Verbundwerkstoff infolge der Hochtemperaturbehandlung zurück. Ein anderer Erklärungsansatz ist, dass der niedrigere Elastizitätsmodul auf eine zunehmende Schädigung (Defektakkumulation) der Probe durch die Temperaturwechselbeanspruchung hinweist. Auch dies wird in der Diskussion in Kapitel 6.3 aufgegriffen und vertieft.

Die Abschreckversuche von 500 °C mit Druckluft und Silikonöl führten nicht zu einem höheren E-Modul bei Raumtemperatur. Die Hypothese, dass der Zustand bei hohen Temperaturen mit dem erhöhten Elastizitätsmodul (Hysterese) „eingefroren“ werden kann, bestätigt sich somit nicht. Stattdessen führte das Abschrecken zu einer geringen Abnahme des Elastizitätsmoduls bei Raumtemperatur, worauf in der Diskussion in Kapitel 6.3.3 näher eingegangen wird.

5.2.3.2 Elastisch-plastische Charakterisierung

Für die unter Druck getesteten Proben wurden in Abbildung 5.15 und Abbildung 5.17 nur repräsentative Kurven angegeben und in Tabelle 5.10 die Statistik der Streuung, da das im elastischen Bereich geschilderte Problem zu einer Wertestreuung im elastischen Bereich und damit Verschiebung der Kurven führt. Da ausschließlich eine Korrektur des elastischen Anteils der Dehnung über den gesamten Prüfverlauf dieses Problem beheben würde, wurde bewusst darauf verzichtet. Eine genauere Ausführung der Thematik in Bezug auf den Durchdringungsverbund findet sich in Kapitel 5.4.2 und hängt mit der Änderung der elastischen Eigenschaften während der Schädigung zusammen.

Der Keramikschaum zeigt ein lineares Verhalten bis zum Versagen. Mit einer mittleren Festigkeit von ca. 41 MPa und der Streuung von ± 11 MPa, versagt die keramische Preform in einem Sprödversagen mit einer typischen Streuung, wie es auch für monolithische Keramiken üblich ist. Die Versagenswahrscheinlichkeit von 63 % entsprechend Weibull liegt bei $\sigma_0 = 43{,}2$ MPa. Die Streuung der Werte ist dabei etwas breiter als für monolithische Keramiken (vergleiche Gorjan et al. [273]) und die keramische Preform hat einen Weibullmodul von 13,7.

Die IF-Aluminiumlegierung zeigt einen sehr flachen Kurvenanstieg bei fortschreitender plastischer Dehnung. Im Vergleich dazu setzt das Abflachen der plastischen Stauchung für die AR-Aluminiumlegierung deutlich später ein und zeigt, auch im Vergleich zur T6-Legierung, die größte Steigung. Dies deutet auf die höchste Verfestigung hin. Ursachen darin lassen sich in der sehr feinen Mikrostruktur und der damit zusammenhängenden Versetzungsverfestigung finden, die durch die Kaltumformung, besonders bei feinkörnigen Mikrostrukturen, an den Korngrenzen auftreten kann. Die T6-Legierung verhält sich bezüglich ihrer Plastifizierung ähnlich zur IF-Legierung, was möglicherweise mit der Mikrostruktur der Primärausscheidungen zusammenhängt und in Kapitel 6.3.2 diskutiert wird.

Der Durchdringungsverbund zeigt einen deutlich steileren Anstieg in der Spannungs-Stauchungs-Kurve, was sich mit den Ergebnissen der elastischen Untersuchungen in Kapitel 5.2.1 deckt. Dies führt zu einem späteren Einsetzen der Plastizität im Vergleich zur Aluminiumlegierung, wie die Stauchgrenzen von ca. 364 im Vergleich zu 198 MPa für den IF-

Zustand, bzw. ca. 498 zu 225 MPa für den T6-Zustand zeigen. Durch die T6-Wärmebehandlung kann für den Durchdringungsverbund somit das Spannungsmaximum deutlich erhöht werden – im Mittel von ca. 384 auf ca. 571 MPa. Der erneute Anstieg eines lokalen Spannungsmaximums, welches in der repräsentativen Kurve bei ca. 6,5 % Stauchung auftritt, lässt sich durch die abscherenden Probenhälften erklären, welche sich an Teilen der keramischen Phase verhaken und so zu einem erneuten Spannungsanstieg führen. Brechen diese Verhakungen, kommt es zu einem lokalen Spannungsabfall und das Abscheren der noch zusammenhängenden metallischen Phase wird auf einem niedrigeren Spannungsniveau fortgeführt.

Das unterschiedliche Einsetzen der Plastifizierung unter Druck (vergleiche Abbildung 5.15) wird zwischen keramischer Preform und Durchdringungsverbund deutlich. Da die keramische Preform spröde versagt, hat diese, wie auch monolithische Keramiken, ein dehnungsgesteuertes Versagen. Trotz der anzunehmend überschätzten Stauchung der keramischen Prefrom durch die Ermittlung der Stauchung mittels Querhauptverschiebung, in welche unter anderem die elastische Stauchung des Prüfaufbaus mit einfließt, zeigt diese im Diagramm im Vergleich mit dem Durchdringungsverbund eine geringere Bruchfestigkeit. Dies lässt darauf schließen, dass ein Mechanismus im Durchdringungsverbund die Rissinitiierung in der keramischen Phase verzögert. In detaillierten Untersuchungen des Schädigungsmechanismus wird näher darauf eingegangen (siehe Kapitel 5.4).

Für die großen Zugproben (vergleiche Abbildung 3.6) zeigt die AR-Aluminiumlegierung unter Zug eine deutlich höhere Zugfestigkeit von ca. 283 MPa im Vergleich zum Durchdringungsverbund mit ca. 106 MPa. Hierbei erreicht die Aluminiumlegierung eine Bruchdehnung von ca. 7,2 % und der Durchdringungsverbund eine Bruchdehnung von ca. 0,22 %. Die Bruchspannung, welche in beiden Fällen der Zugfestigkeit entspricht, hat für die Aluminiumlegierung im Anlieferungszustand eine geringe Streuung mit einer Standardabweichung von ca. $\pm$5,7 MPa, was etwa 2 % des Mittelwertes entspricht. Der IF-Durchdringungsverbund hat eine Standardabweichung von $\pm$38,2 MPa, was etwa 36 % des Mittelwertes entspricht. Bei der Bruchdehnung ist die Abweichung vom Mittelwert mit 40 % beim Durchdringungsverbund knapp doppelt so hoch wie bei der Aluminiumlegierung mit ca. 24 %. Für die Untersuchungen der kleinen Zugproben (vergleiche Abbildung 3.7), welche im in-situ-REM-Versuchsaufbau getestet wurden, konnte die Dehnung nicht ausgewertet werden, da die Probengeometrie hier keinen linearen Prüfbereich aufweist und damit die Längenänderung nicht auf die Ausgangslänge des Prüfbereichs bezogen werden kann. Die Ursachen für die Unterschiede in der Zugfestigkeit sind in der Mikrostruktur zu suchen, welche bei der AR-Legierung eine hohe Homogenität mit einem feinen Gefüge der intermetallischen Ausscheidungen hat (vergleiche Abbildung 5.6). Aber auch der Einfluss der keramischen Phase muss dafür weiter in Betracht gezogen werden und wird sowohl in Kapitel 5.4.1 als auch 6.3.3 näher betrachtet und diskutiert.

Die im Zuglastrahmen geprüften Proben zeigen im Vergleich, dass das AR-Aluminium die höchste Bruchdehnung aufweist, während das IF-Aluminium die geringste Bruchdehnung besitzt. Im Vergleich zu den Zugversuchen in der Universalprüfmaschine lassen sich Abweichungen in den Absolutwerten aufgrund der Prüfgeometrie und Vorrichtung finden. Im Vergleich zwischen dem IF-Durchdringungsverbund und der IF-Aluminiumlegierung hat die Legierung eine nahezu gleichgroße Bruchdehnung (soweit diese aus dem systematischen Fehler qualitativ verglichen werden kann), aber eine höhere Zugfestigkeit. Durch die Wärmebehandlung und damit einhergehende Ausscheidungshärtung, erhält die Aluminiumlegierung eine Bruchdehnungserhöhung um über 100 %, wohingegen die Bruchdehnung des Durchdringungsverbunds durch die keramische Phase beschränkt bleibt

und sich ausschließlich eine geringe Bruchdehnungserhöhung zeigt. Auch hier steigt die Bruchspannung durch die Wärmebehandlung, im Mittel bis auf 175 MPa, wohingegen die Aluminiumlegierung ca. 215 MPa erreicht. Die Streuung der Werte nimmt für die Legierung durch die Infiltration und nach der Wärmebehandlung zu, was auch für den Durchdringungsverbund für die T6-Wärmebehandlung im Vergleich zum IF-Zustand zu beobachten ist. Gründe dafür können für die Legierung in der Veränderung der Mikrostruktur gefunden werden, welche eine deutliche Vergröberung der Mikrostruktur erfährt (vergleiche Abbildung 5.6). Für den wärmebehandelten Zustand liegt die Ursache in der Ausbildung des kritischen Versagensursprungs, welcher durch die insgesamt erhöhte Belastbarkeit an bereits vor der Wärmebehandlung vorhandenen, aber auch durch die Wärmebehandlung eingebrachten Fehlstellen im Material eine größere Streuung erfährt.

Im Vergleich zwischen Zug- und Druckkurven lässt sich feststellen, dass der Durchdringungsverbund keine Symmetrie in Zug und Druckrichtung aufzeigt. Unter Zug tritt ein verfrühtes Einsetzen plastischer Verformung und Schädigungsbildung im Sinne der Rissbildung auf. Weitere Details zu den Mechanismen werden in Kapitel 5.4 diskutiert.

5.3 Thermische Charakterisierung

Neben der mechanischen Charakterisierung wurden verschiedene thermische Eigenschaften am Durchdringungsverbund und seinen Komponenten untersucht, die im Folgenden vorgestellt werden. Dazu zählen die Bestimmung der Wärmekapazität, Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit, der Wärmeausdehnungskoeffizient und die temperaturabhängigen, elastischen Eigenschaften.

Teile der Ergebnisse in diesem Unterkapitel sind im Rahmen der Masterarbeit von Frederik Siegmund entstanden [MA1] und in die Vervollständigung der Ergebnisse wie auch in die dazugehörige Diskussion eingeflossen. Ein Großteil der Ergebnisse wurde in den Veröffentlichungen Schukraft et al. [137] und Schukraft et al. [138] publiziert, wobei Ergänzungen durch zusätzliche Messdaten und Auswertungen in dieses Kapitel einfließen.

5.3.1 Wärmekapazität

Die durchschnittliche spezifische Wärmekapazität aus den DSC-Messungen ist in Abbildung 5.23 a) dargestellt. Die Werte steigen von $826\,\frac{\mathrm{J}}{\mathrm{kg{\cdot}K}}$ bei 10 °C auf einen Wert von $931\,\frac{\mathrm{J}}{\mathrm{kg{\cdot}K}}$ bei 110 °C. Die Standardabweichung über den gesamten Temperaturbereich liegt bei ca. $50\,\frac{\mathrm{J}}{\mathrm{kg{\cdot}K}}$. Zum Vergleich sind die spezifischen Wärmekapazitäten der Aluminiumlegierung und der keramischen Preform dargestellt. Die Wärmekapazität der Aluminiumlegierung ist bei 20 °C deutlich höher als die des Durchdringungsverbunds. Bei höheren Temperaturen erreichen beide Materialien ähnliche Werte und die Standardabweichungen überschneiden sich. Die spezifische Wärmekapazität der keramischen Preform liegt deutlich unter der des Durchdringungsverbunds, steigt aber steiler an als die der anderen beiden Materialien. Die Standardabweichung ist in beiden Fällen deutlich kleiner als die des IMCC. Bei der keramischen Preform steigt die Abweichung mit zunehmender Temperatur deutlich an. Bei Raumtemperatur liegt die spezifische Wärmekapazität des Durchdringungsverbunds bei $839\,\frac{\mathrm{J}}{\mathrm{kg{\cdot}K}}$, die der Legierung bei $888\,\frac{\mathrm{J}}{\mathrm{kg{\cdot}K}}$ und die des Schaums bei $720\,\frac{\mathrm{J}}{\mathrm{kg{\cdot}K}}$. Zusammen mit den Werten bei 100 °C sind die Werte in Tabelle 5.13 aufgeführt.

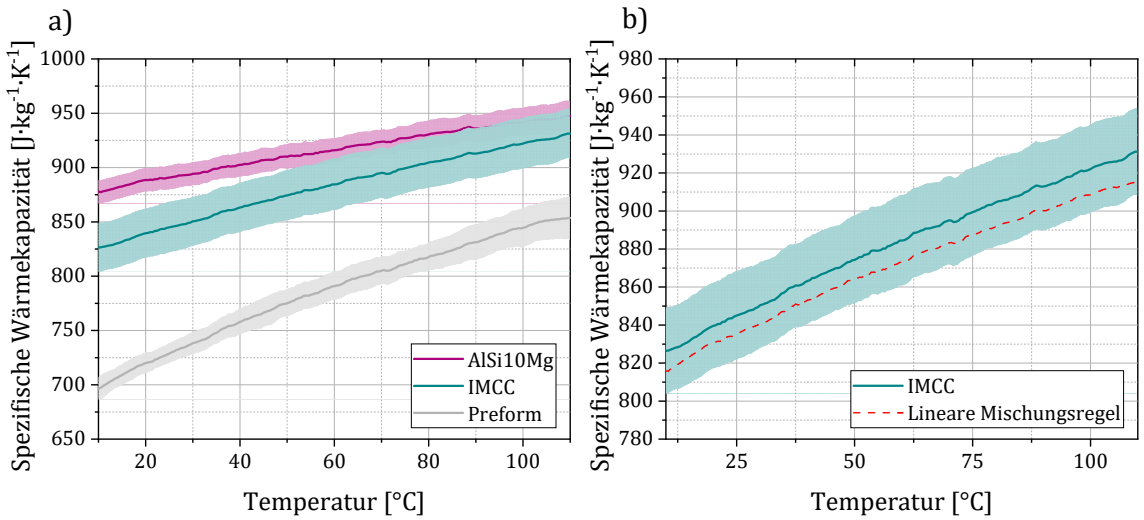


Abbildung 5.23 a) und b). a) Übersicht der Wärmekapazität der keramischen Preform, der AlSi10Mg-Legierung und des Durchdringungsverbunds im Temperaturbereich zwischen 20 und 100 °C. b) Vergleich der Temperaturabhängigen Wärmekapazität des Durchdringungsverbunds mit der Mischungsregel. Aus [138].

In Abbildung 5.23 b) werden die gemessenen Werte des Durchdringungsverbunds mit den berechneten Werten verglichen, welche sich aus der linearen Mischungsregel der beiden Ausgangsmaterialien ergeben und die in nachfolgender Gleichung dargestellt ist:

$$C_{p,\,IMCC} = C_{p,AlSi10Mg} \cdot c_{AlSi10Mg} + C_{p,Al_2O_3} \cdot c_{Al_2O_3} \tag{37}$$

Dabei ist $C_{p,\,IMCC}$ die spezifische Wärmekapazität des Durchdringungsverbunds und $C_{p,AlSi10Mg}$ und C_{p,Al_2O_3} sind die der Aluminiumlegierung und der keramischen Preform. $c_{AlSi10Mg}$ und $c_{Al_2O_3}$ sind die Massenanteile der Aluminiumlegierung und der keramischen Preform. Die berechneten Werte für $C_{p,\,IMCC}$ sind niedriger und reichen von 816 $\frac{J}{kg \cdot K}$ bei 10 °C bis 917 $\frac{J}{kg \cdot K}$ bei 110 °C. Mit steigender Temperatur nimmt die Abweichung von den gemessenen Daten leicht zu. Die Werte nach der linearen Mischungsregel sind bis zu 1,5 % niedriger als die gemessenen Werte. Um den Anteil in Gewichtsprozent zu bestimmen, wurden die Werte in Volumenprozent mit den Dichten von Aluminiumlegierung und keramischer Preform berechnet. Für AlSi10Mg ergibt sich bei einer Dichte von 2,67 $\frac{g}{cm^3}$ [195] ein Anteil von 65,8 Ma.-% und für Al_2O_3 bei einer Dichte von 3,95 $\frac{g}{cm^3}$ [196] ein Anteil von 34,2 Ma.-%.

5.3.2 Wärmeleitfähigkeit

Die Qualität des Kurvenfit aus den Rohdaten der LFA-Analyse sind in den meisten Fällen sehr gut und liefern qualitativ hochwertige Ergebnisse für die Aluminiumlegierung und den Durchdringungsverbund. Aufgrund der hohen Porosität, rauen Oberfläche und geringen Wärmeleitfähigkeit des Aluminiumoxids konnte die keramische Preform nicht sinnvoll gemessen werden. Abbildung 5.24 zeigt die gemessenen Rohdaten und die automatisiert angelegte Fitkurve in der Messsoftware AproSoft LFE v.1.0.6. Die größten Abweichungen im oberen Bereich traten bei den Durchdringungsverbundproben bei Raumtemperatur auf. Dies spiegelt sich auch in der Standardabweichung der Temperaturleitfähigkeit wider. Die Werte für die Temperaturleitfähigkeit und die Wärmeleitfähigkeit sind in Tabelle 5.13 aufgeführt. Beide Leitfähigkeiten nehmen mit steigender Temperatur zu.

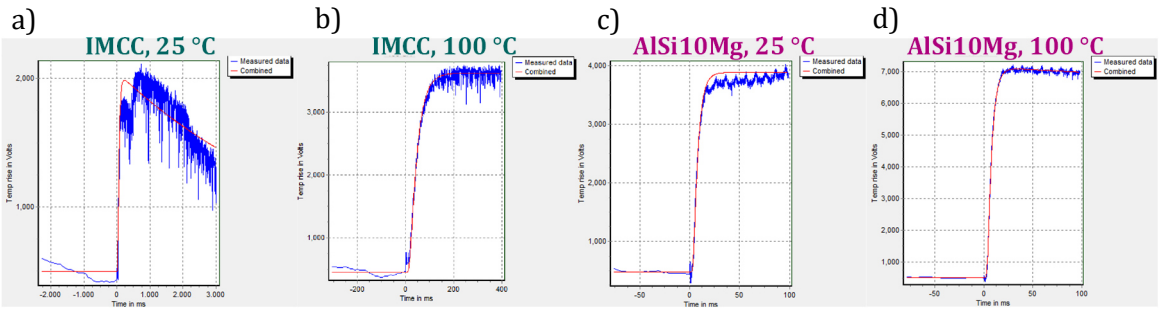


Abbildung 5.24 a) bis d). Übersicht der Software internen Fitkurven zur Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit (Temperaturanstieg, gemessen in Volt, über der Zeit in ms), aus der sich die Wärmeleitfähigkeit berechnen lässt. Links für den Durchdringungsverbund a)-b), rechts für die AlSi10Mg-Legierung c)-d). Jeweils für 25 und 100 °C. In Blau sind die Messpunkte gegeben, in Rot der Kurvenfit.

Die Temperaturleitfähigkeit des Durchdringungsverbunds nimmt bei einer Erwärmung von 20 °C auf 100 °C um 8 % zu. In demselben Temperaturbereich beträgt der Anstieg der Temperaturleitfähigkeit der Legierung nur 6 %. Wird die Temperaturleitfähigkeit bei Raumtemperatur verglichen, so ist der Wert der Aluminiumlegierung etwa doppelt so hoch wie der des Durchdringungsverbunds. Die Wärmeleitfähigkeit des Durchdringungsverbunds im Vergleich zur Aluminiumlegierung beträgt 61 % bei Raumtemperatur und 64 % bei 100 °C.

Tabelle 5.13 Übersicht der wichtigen thermischen Parameter und deren Änderung mit der Temperatur: Temperaturleitfähigkeit, Wärmekapazität und Wärmeleitfähigkeit. Aus [138].

Material	Temperatur [°C]	a [$cm^2 s^{-1}$]		C_P [$J\ kg^{-1}\ K^{-1}$]	λ [$W\ m^{-1}\ K^{-1}$]
IMCC	20	0,317	± 0,007	839	78
	100	0,343	± 0,015	922	93
AlSi10Mg	20	0,539	± 0,006	888	128
	100	0,573	± 0,004	942	145

5.3.3 Wärmeausdehnungskoeffizient

Das thermische Verhalten des Durchdringungsverbunds und seiner Komponenten, der AlSi10Mg-Legierung und der Aluminiumoxid-Preform, ist in Abbildung 5.25 dargestellt. Hierbei sind deutliche Unterschiede zwischen dem ersten und zweiten Heizzyklus zu sehen, weshalb nicht nur der erste, sondern auch der zweite Zyklus für alle drei Materialien in Abbildung 5.25 dargestellt und verglichen wird. Die keramische Preform hat den niedrigsten CTE in einem Bereich zwischen $6{,}3 \cdot 10^{-6}$ und $8{,}5 \cdot 10^{-6}\ \frac{1}{K}$ (vergleiche Schukraft et al. [137]). Die Aufheiz- und Abkühlkurven liegen sehr eng beieinander und sind innerhalb der Standardabweichung der Messung für beide Zyklen identisch zueinander. Demgegenüber hat die Aluminiumlegierung den höchsten CTE im Diagramm, der zwischen $2{,}15 \cdot 10^{-5}$ und $3{,}52 \cdot 10^{-5}\ \frac{1}{K}$ liegt. Für den ersten Zyklus zeigt die Aluminiumlegierung oberhalb von 200 °C einen peakartigen Anstieg des CTEs. Dieser erreicht sein Maximum etwa bei 250 °C und sinkt auf das Niveau vor dem Peak bei etwa 300 °C ab. Bei höheren Temperaturen liegt die Kurve zwischen $2{,}39 \cdot 10^{-5}$ (bei 400 °C) und $2{,}29 \cdot 10^{-5}\ \frac{1}{K}$ (bei 500 °C). Der zweite Aufheizzyklus der Aluminiumlegierung ist wesentlich gleichmäßiger und liegt nur zwischen $2{,}18 \cdot 10^{-5}$ und $2{,}66 \cdot 10^{-5}\ \frac{1}{K}$. Bei höheren Temperaturen liegt er oberhalb der Kurve des ersten Zyklus. Mit Ausnahme des Bereichs um die Maximaltemperatur ist die CTE-Abkühlkurve der Aluminiumlegierung der Erwärmungskurve sehr ähnlich und verläuft zwischen 175 und

425 °C etwas unterhalb der Erwärmungskurve, aber noch innerhalb der Standardabweichung. Der CTE des Durchdringungsverbunds liegt im Bereich von $7{,}3 \cdot 10^{-6}$ und $2{,}4 \cdot 10^{-5}\,\frac{1}{\mathrm{K}}$, wobei im ersten Zyklus ein steiler Anstieg zu verzeichnen ist, zwischen 200 und 300 °C, mit einem Maximalwert bei 250 °C. Im zweiten Zyklus ist ein leichter Anstieg von $1{,}4 \cdot 10^{-5}$ auf $1{,}8 \cdot 10^{-5}\,\frac{1}{\mathrm{K}}$ zu verzeichnen. Ab 300 °C setzt ein starker Rückgang des CTE auf Werte unter $1{,}0 \cdot 10^{-5}\,\frac{1}{\mathrm{K}}$ für den ersten und zweiten Zyklus ein. Der Endwert für den ersten Zyklus bei 500 °C liegt unter dem CTE der keramischen Vorform. Der CTE der Abkühlkurve des Durchdringungsverbunds ist bei Temperaturen nahe 500 °C doppelt so hoch wie der CTE der Aufheizkurve und verläuft relativ waagerecht mit leicht negativer Steigung (er sinkt von etwa $1{,}5 \cdot 10^{-5}$ (bei 400 °C) auf $1{,}3 \cdot 10^{-5}\,\frac{1}{\mathrm{K}}$ (bei 300 °C)). Im Bereich von 300 °C bis hin zu 200 °C ist ein Anstieg des CTEs zu beobachten. Von diesem lokalen Maximum aus sinkt der Wert bis auf $1{,}2 \cdot 10^{-5}\,\frac{1}{\mathrm{K}}$ für Temperaturen unter 100 °C.

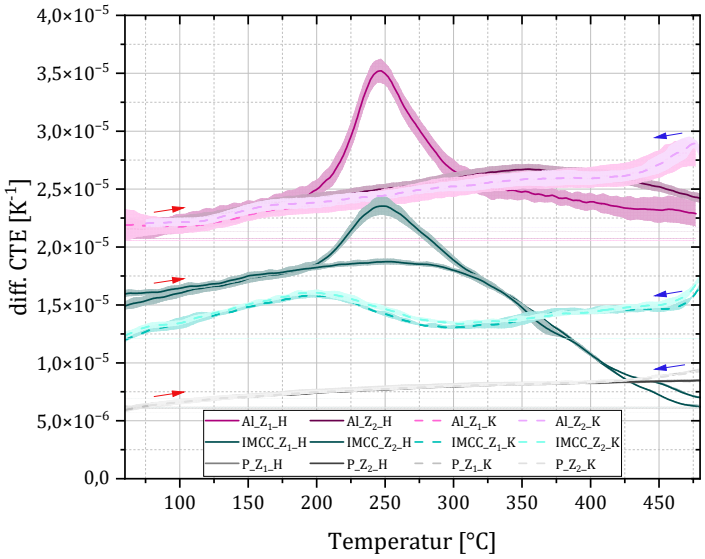


Abbildung 5.25 Verlauf der mittleren CTE-Kurven mit Standardabweichung über der Temperatur für den Durchdringungsverbund und seine Komponenten (P: keramische Preform, Al: AlSi10Mg-Legierung). Abgebildet sind zwei (Z_1 und Z_2) Heiz- (H) und Kühlzyklen (K) für jedes Material. Mit roten und blauen Pfeilen ist der Kurvenbeginn für den Heiz- bzw. Kühlabschnitt markiert. Nach [138].

Um neben den Dilatometrie-Experimenten zur thermischen Ausdehnung auch mikrostrukturelle Phänomene näher zu untersuchen, auf welche in Kapitel 5.4 näher eingegangen wird, wurden in-situ-Experimente mit einem Heiztisch in einem Druck-/Zugmodul in der Vakuumkammer eines Rasterelektronenmikroskops durchgeführt. Bilder der Durchdringungsverbund-Oberfläche wurden bei verschiedenen Vergrößerungen und Regionen auf der Probenoberfläche und bei verschiedenen Temperaturschritten in einem kraftgesteuerten Experiment aufgenommen, sodass der Linearencoder am Querhaupt des Moduls zur Verfolgung der thermischen Ausdehnung verwendet werden könnte. Um die Genauigkeit bei der Ermittlung der Probenausdehnung zu verbessern, wurde eine digitale Bildkorrelation mit den aufgenommenen Bildern durchgeführt. Für alle REM-Bilder wurde das Facettenmuster auf der natürlichen Mikrostruktur des Durchdringungsverbundes angewendet und die optische Dehnung wurde über den gesamten ersten Heiz- und Kühlzyklus ausgewertet, wobei die Dehnungswerte aus dem arithmetischen Mittel der gesamten analysierten Oberfläche als auch mit Hilfe eines optischen Extensiometer zwischen zwei Messpunkten ausgegeben wurde.

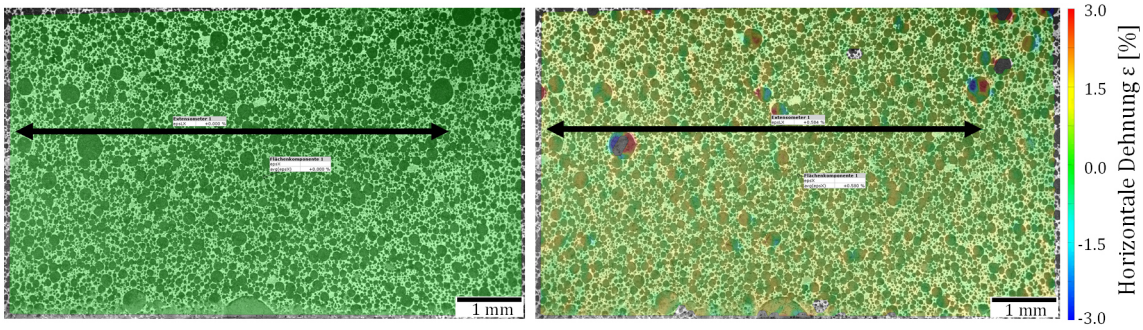


Abbildung 5.26 Digitale Bildkorrelation, basierend auf dem Muster der natürlichen Mikrostruktur des Durchdringungsverbunds während des ersten Zyklus des in-situ-Heizexperiments in der in-situ-REM Vorrichtung. Links bei Raumtemperatur, rechts bei 500 °C, mit optischem Extensiometer (schwarzer Doppelpfeil). Aus [138].

Abbildung 5.26 zeigt den Ausgangszustand der eingebauten Probe bei Raumtemperatur und bei 500 °C. Die Dehnung nimmt homogen mit der Temperatur über den gesamten erwärmten Bereich zu und der arithmetische Mittelwert stimmt mit dem Dehnungswert des optischen Extensiometers überein. Bei einigen Erwärmungsschritten konnten lokale Facetten nicht mit dem Anfangsschritt korreliert werden und bildeten eine Lücke auf der Dehnungsfläche. Größere Bereiche der Metallphase sind aufgrund ihrer homogenen Grauwerte schwer zu korrelieren und können daher zu Fehlberechnungen und dem Auftreten von Dehnungs-Bipolen führen, wie sie bei 500 °C in Abbildung 5.26 sichtbar sind. Bei dieser maximalen Untersuchungstemperatur erreicht die Dehnung an der Oberfläche 0,580 % für die Oberflächenanalyse und 0,584 % für das optische Extensiometer. Die CTE-Werte der DIC-Auswertung liegen im Bereich von $6{,}5 \cdot 10^{-6}$ bis $1{,}9 \cdot 10^{-5}\,\frac{1}{\mathrm{K}}$ und damit im Bereich der Dilatometerexperimente, obwohl sie nicht empfindlich genug sind, um die Kurve des Dilatometers vollständig darzustellen. Für den ersten Abkühlungszyklus wurden kleinere Schritte zwischen 300 und 175 °C (vergleiche Abbildung 4.13 a)) verwendet, um die mikrostrukturellen Phänomene in dem Bereich zu untersuchen, der für die Dilatometerexperimente von Interesse ist und in dem ein lokaler Anstieg des differentiellen CTE stattfindet. Weder in den DIC-Untersuchungen noch in den Gefügebildern konnte ein spezieller Hinweis zur Erklärung oder eine auffällige Abnormität vom Rest der Kühlstrecke gefunden werden, weshalb hierzu keine weiteren Ergebnisse gezeigt werden.

In Abbildung 5.27 ist ein Vergleich zwischen den Modellen von Turner und Schapery mit den Zyklen 1 und 2 gegeben. Die analytischen Modelle (beschrieben in Kapitel 4.5.4) zeigen einen deutlich flacheren Kurvenverlauf und keinen markanten Abfall in der CTE-Kurve oberhalb von 300 °C, wie er im experimentellen Kurvenverlauf zu sehen ist.

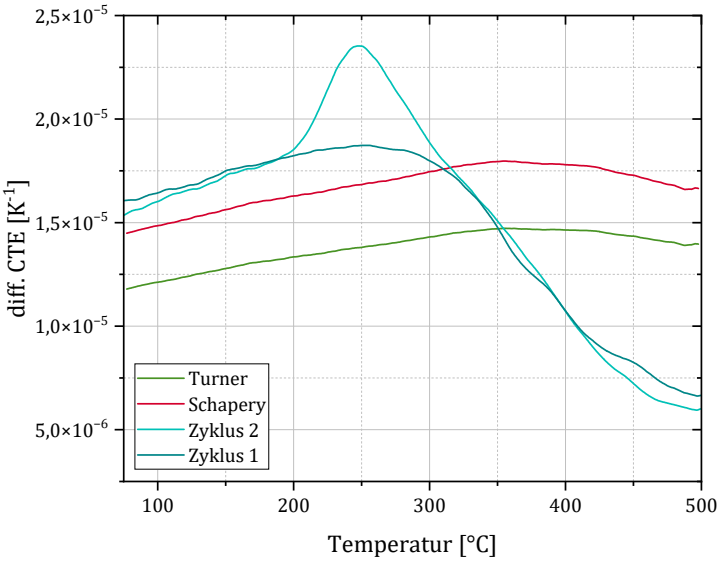


Abbildung 5.27 Mittlerer CTE der ersten beiden Aufheizzyklen für den Durchdringungsverbund, verglichen mit den analytischen Modellen nach Turner und Schapery. Basierend auf Auswertungen von [MA1].

5.3.4 Diskussion der thermischen Charakterisierung

Die Messung der spezifischen Wärmekapazität für die Einzelkomponenten des Durchdringungsverbunds liegen im angegebenen Temperaturbereich im Spektrum der angegebenen Werte der Literatur (vergleiche AlSi10Mg $944 - 982 \frac{\mathrm{J}}{\mathrm{kg \cdot K}}$ [195] und Al_2O_3 $784 - 816 \frac{\mathrm{J}}{\mathrm{kg \cdot K}}$ [196]). Da die Proben aufgrund der Vorgabe für die Messmethodik nur eine sehr geringe Masse von ca. 25 mg hatten, sind Schwankungen in den Anteilen von keramischer und metallischer Phase nicht ausgeschlossen und erklären die höheren Schwankungen des Durchdringungsverbunds im Vergleich zu den beiden Ausgangsmaterialien, welche eine deutlich geringere Standardabweichung aufweisen. Untersuchungen von Horny et al. [188] konnten in Abhängigkeit der untersuchten Volumenelementgröße für den Durchdringungsverbund und seine Mikrostruktur die Streuung der Anteile zwischen keramischer und metallischer Phase zeigen. Das untersuchte Volumen von ca. 8,3 mm^3 ist deutlich größer als das maximal untersuchte Volumen in Horny et al. [188], das bei 0,02 mm^3 noch eine Streuung von bis zu ± 5 Vol.-% aufwies. Dennoch ist davon auszugehen, dass auch bei größeren Volumina noch eine Schwankung auftritt, welche die größere Streuung der Wärmekapazität des Durchdringungsverbunds im Vergleich zu den Komponenten erklärt. Im Vergleich zur Mischungsregel (vergleiche Abbildung 5.23) weist der Verbundwerkstoff eine übereinstimmende Kurve im Bereich der Standardabweichung auf. Dies zeigt, dass die interpenetrierende Mikrostruktur keinen Einfluss auf die Wärmekapazität hat und diese ausschließlich von den Mengenanteilen der einzelnen Phasen im Durchdringungsverbund bestimmt wird. Voraussetzung dafür ist, dass die Wärme mit einer größeren Geschwindigkeit im Durchdringungsverbund verteilt werden kann, als diese im Rahmen der Heizrate ($10 \frac{\mathrm{K}}{\mathrm{min}}$) zugeführt wird, sodass sich eine homogene Verteilung einstellt.

Hierfür ist die Wärmeleitfähigkeit eine wichtige Grundvoraussetzung. Die Wärmeleitfähigkeit des Durchdringungsverbunds unterliegt durch die keramische Phase einer stärkeren Reduktion als die spezifische Wärmekapazität. Im Vergleich zur linearen Mischungsregel, berechnet auf der Basis der Aluminiumlegierung und dem Literaturwert von Aluminiumoxid ($28{,}5 \frac{W}{m \cdot K}$, nach [196]), ergibt sich für den Durchdringungsverbund eine Wärmeleitfähigkeit von $93{,}8 \frac{W}{m \cdot K}$ bei Raumtemperatur. Für 100 °C überschreitet der Wert nach der linearen

Mischungsregel $100\,\frac{W}{m \cdot K}$ und erreicht $106\,\frac{W}{m \cdot K}$. Damit liegt die lineare Mischungsregel deutlich über den experimentell gemessenen Werten des Durchdringungsverbunds. Gründe dafür sind in der Mikrostruktur der kugelförmigen Metallphase zu finden, die nur in einem kleinen Querschnitt miteinander verbunden sind. Die Wärmeleitfähigkeit des Verbundwerkstoffs reduziert sich im Vergleich zur Aluminiumlegierung bei 20 °C um 39 % und bei 100 °C um 36 %. Die Wärmeleitfähigkeit des Metall-Keramik-Durchdringungsverbunds hat damit bei Raumtemperatur einen vergleichbaren Wert, wie Bronze oder Wolframcarbid [274, 275].

Wie die Ergebnisse in Abbildung 5.25 zeigen, hat die keramische Preform den niedrigsten CTE mit einem nahezu linearen Verhalten und identischem Verhalten beim Aufheizen und Abkühlen im untersuchten Temperaturbereich. Die AlSi10Mg-Legierung hingegen zeigt einen starken Unterschied zwischen dem ersten und zweiten Heizzyklus zwischen 200 und 300 °C. Dies lässt die Schlussfolgerung zu, dass der Einfluss des lokalen Maximums in der CTE-Kurve des Durchdringungsverbunds durch die metallische Phase hervorgerufen wird, wenn auch bereits aus der Literatur bekannt ist, dass bei der Herstellung zusätzliche Eigenspannungen in Metall-Keramik-Durchdringungsverbunden entstehen, welche im ersten Heizzyklus deutlich reduziert werden [18]. Andere Autoren, die Metall-Keramik-Verbundwerkstoffe oder sogar Durchdringungsverbunde diesbezüglich untersuchten, werteten nur das Dehnungs-Temperatur-Diagramm aus (vergleiche Balch et al. [142]) oder untersuchten Systeme mit reinem Aluminium (vergleiche Skirl et al. [61]), welches dieses Phänomen nicht aufzeigt bzw. berücksichtigten die CTE-Kurve des ersten Zyklus nicht (vergleiche Roy et al. [144]). Huber et al. [143] untersuchten zwei Verbundwerkstoffe mit reinem Aluminium sowie einen Durchdringungsverbund mit der Aluminiumlegierung AlSi7Mg. Für das reine Aluminium fanden sie eine CTE-Kurve im ersten Aufheizzyklus ohne lokales Maximum und beobachteten für die AlSi7Mg-Legierung ein lokales Maximum. In ihrer Diskussion verweisen sie auf Studien, in denen AlSi7 ohne Magnesium-Zulegierung untersucht wurde und stellten fest, dass der geringe Magnesiumanteil (0,5 %) keinen Einfluss auf den Peak hat, da dieser auch bei AlSi7 auftritt [276]. Sie folgerten in ihrer Diskussion, dass das Phänomen seinen Ursprung in der T4-Behandlung der AlSi7(Mg)-Legierung hat und die langsame Aufheizrate von $5\,\frac{\mathrm{K}}{\mathrm{min}}$ das abgeschreckte und übersättigte Si in eine thermodynamisch stabile Lösung bringt und den Peak verursacht (vergleiche Lasagni et al. [277]). Für die folgenden Zyklen folgerten sie, dass die Aufheiz- und Abkühlrate zu gering ist, um eine Übersättigung zu erzeugen und der Peak daher nicht mehr auftritt. In dem hier untersuchten Materialsystem mit der AlSi10Mg-Legierung liegt die Abkühlrate während der Herstellung im Bereich oder unterhalb von $10\,\frac{\mathrm{K}}{\mathrm{min}}$ (vergleiche Kapitel 3.1.2 zur Herstellung, 5.1.2 und 5.1.3 für die Mikrostruktur), was dazu führen sollte, dass der Peak im ersten Zyklus nicht beobachtet wird. Nichtsdestotrotz lässt sich ein Peak im ersten Zyklus beobachten und es bedarf daher einer Aufklärung für dieses Phänomen:

Um die AlSi10Mg-Legierung und den Durchdringungsverbund bei vergleichbarem Gefügezustand zu untersuchen, wurden Proben aus einem Gussblock nach der Infiltration aus der Legierung und der infiltrierten keramischen Preform herausgeschnitten. Beim Abkühlprozess der flüssigen Legierung entstehen durch die Erstarrung bis zur eutektischen Temperatur verschiedene Ausscheidungen (vergleiche Mrvar et al. [257] in Voncina et al. [256]). Diese bilden in der metallischen Phase einen "Verbund" mit unterschiedlichem CTE, Elastizitätsmodul und Streck- und Zugfestigkeit aus – für die AlSi10Mg-Legierung in gleicher Weise wie für die AlSi7- und AlSi7Mg-Legierung. Dabei treten Eigenspannungen auf (vergleiche Sharma et al. [146], Agrawal et al. [278] und Hoffman et al. [139]), welche in den zugeschnittenen Proben zu einer ungleichmäßigen Eigenspannungsverteilung führen. Aus

Gründen der Homogenisierung mit der treibenden Kraft, mechanische Verzerrungsenergie abzubauen, werden Eigenspannungen im Verbundwerkstoff und der Aluminiumlegierung im ersten Zyklus ab einer Aktivierungstemperatur von ca. 200 °C abgebaut und führen zu einer vorübergehenden Erhöhung des CTE. Das Reinaluminium hingegen bildet keine Ausscheidungen und zeigt daher kein peakartiges Verhalten im ersten Heizzyklus, wie es von Skirl et al. [61] und Huber et al. [143] für den Verbund mit Reinaluminium beobachtet wird. In der Schlussfolgerung dieser Argumentation kann festgestellt werden, dass die Aktivierungstemperatur für innere Prozesse in der Metallphase (des Verbundwerkstoffs) im Bereich von ca. 200 °C liegt, wie Abbildung 5.25 mit dem Beginn der inneren Aktivitäten zeigt.

Für den weiteren Verlauf der CTE-Kurve geben Huber et al. [143] die Wiederauflösung von bis zu 0,8 % Si im α-Aluminium als Grund für die CTE-Abnahme ab 300 °C an, da sich das Atomvolumen durch das substituierte Si im Al-Gitter verringert. Diese Abnahme ist für den ersten Zyklus der AlSi10Mg-Proben sichtbar, für den zweiten Zyklus ab etwa 360 °C. Für den Durchdringungsverbund ist eine Abnahme in den ersten Zyklen ab 300 °C zu beobachten, bei den weiteren Zyklen verschiebt sie sich zu höheren Temperaturen. Die Löslichkeit von Si im α-Aluminium ist sicherlich einer von mehreren Prozessen, die bei erhöhten Temperaturen im Durchdringungsverbund ablaufen. Daneben finden jedoch auch andere, dominantere Prozesse statt, wie Veränderungen der Eigenspannung und Porosität [61], Kriechen, plastische Verformung und Rissbildung sowie Grenzflächenablösung.

Bei ca. 400 °C verliert die metallische Phase ihre Festigkeit durch weitere Erweichung und die keramische Phase dominiert eindeutig den CTE im Verbundwerkstoff. Der CTE des Durchdringungsverbunds erreicht schließlich Werte unterhalb der keramischen Preform. Dies lässt sich durch den hohen Porositätsgehalt der keramischen Preform (74 %) und die im Durchdringungsverbund vorliegende Querdehnungsbehinderung der metallischen Phase für die keramischen Stege erklären. Im Vergleich zu den luftgefüllten Poren in der keramischen Preform führt dies zu einer weiteren Einschränkung der Ausdehnung. Der CTE des Durchdringungsverbunds erreicht deshalb Werte im Bereich von monolithischem Aluminiumoxid, von $7 \cdot 10^{-6} \frac{1}{\mathrm{K}}$ (vergleiche Literaturwerte [196], bzw. gemessene Werte in diesem Zusammenhang von Hoffman et al. [139]). Ein Anstieg des CTE-Wertes im Bereich der Maximaltemperatur des Experiments ist bei allen drei untersuchten Materialien und auch bei den Ergebnissen anderer Studien, die mit demselben Dilatometertyp gemessen wurden, zu beobachten (vergleiche Skirl et al. [61]). Daher ist es naheliegend, dass dieser Effekt mit dem Prüfstand zusammenhängt und kein Materialeffekt ist, weshalb er nicht weiter betrachtet wird.

Bei der Abkühlung kommt es zu entgegengesetzten Effekten wie bei der Erwärmung. Die erweichte metallische Phase, die bei geschlossener Grenzflächenablösung vollständig mit der Keramik verbunden ist, baut innere Zugspannungen auf und erhöht den CTE beim Abkühlen. Die Abkühlkurve liegt ab 350 °C unter der Heizkurve, hat aber ein lokales Maximum bei 200 °C. Der Wert des Maximums ist gleich dem Raumtemperatur-CTE der Heizkurve. Eine eindeutige Erklärung für dieses Phänomen konnte bisher nicht gefunden werden.

Für die keramische Preform gibt es keine Änderungen zwischen den Zyklen und so verläuft der zweite Zyklus identisch zum ersten. Der zweite Zyklus der Aluminiumlegierungskurve zeigt den charakteristischen Peak des ersten Zyklus nicht mehr, was unterstützend zur eben geführten Argumentation darauf hindeutet, dass es sich dabei um ein Phänomen der Eigenspannungen handelt, das herstellungsbedingt in die Legierung eingetragen wurde. Der Verlauf der Kurve weicht für weitere Zyklen teilweise von den Literaturwerten ab, wie sie beispielsweise von Jiang et al. [279] für die Legierung vorgestellt werden. Eine bessere

Übereinstimmung der Daten findet sich mit den Messergebnissen von Gumbleton et al. [280] für den Bereich bis 177 °C. Analog zur Aluminiumlegierung bildet sich der charakteristische Peak des ersten Zyklus im Durchdringungsverbund im zweiten Zyklus nicht mehr aus und der übrige Kurvenverlauf deckt sich bis über 400 °C mit der Heiz- und Kühlkurve des ersten Zyklus. Darüber hinaus ist ein leichter Anstieg des CTE zu beobachten, welcher sich in der Heizkurve deutlicher niederschlägt als in der Kühlkurve. Eine detaillierte Erklärung wird in der Diskussion in Kapitel 5.4.5.4 bzw. 6.3.3 in Kombination mit der Betrachtung der Mikrostruktur gegeben.

Neben den Dilatometrie-Experimenten wird in diesem Kapitel auch die DIC-Auswertung der in-situ-REM Versuche diskutiert. Bei der Berechnung der Oberflächendehnung bildeten sich lokal Bipole, wie in Abbildung 5.26 auf der rechten Seite zu sehen ist. Zur Berechnung der Dehnung benötigt die Software GOM-Correlate benachbarte Facetten, um die Dehnung der beobachteten Facette zu berechnen. Wenn benachbarte Facetten aufgrund des fehlenden Kontrasts in metallischen Bereichen fehlen, können sich Dehnungsbipole bilden. Diese Anomalie tritt nur lokal und in Einzelbildern auf und verschwindet meist direkt wieder im nächsten Bild. Es handelt sich daher nicht um ein Materialphänomen, sondern um eine Erscheinung, die durch die Berechnungsmethode der DIC-Software bedingt ist. Wie der Vergleich der Dehnungswerte der Oberflächenanalyse und des optischen Extensiometers zeigt, heben sich die Bipole (gebildet aus einem lokalen positiven Dehnungsbereich und einem negativen Zwilling) gegenseitig auf und beeinflussen den Mittelwert der Dehnungsauswertung über den gesamten beobachten Bereich kaum. Der Einfluss der Empfindlichkeit der ersten Ableitung (differentieller Wärmeausdehnungskoeffizient) weicht stattdessen von der CTE-Kurve ab, die im Dilatometerexperiment gemessen wurde. In Verbindung mit der Unsicherheit der Temperatur an der untersuchten Probenoberfläche während der in-situ-REM-Experimente zeigen die Endergebnisse der DIC, dass der CTE nicht so empfindlich gemessen werden kann wie mit dem Dilatometeraufbau. Nichtsdestotrotz bietet diese Methode, den CTE anhand der Mikrostruktur des Durchdringungsverbunds an der Probenoberfläche im Rahmen eines in-situ-REM-Experiments auszuwerten, ein vielversprechendes Potential mit Optimierungsmöglichkeiten, welches eine direkte Aufschlüsselung und Zuordnung von mikrostrukturellen Phänomenen mit dem Kurvenverlauf zulassen könnte. Mögliche Verbesserungen könnten mit einem trainierten KI-Algorithmus und einer DIC-Software erreicht werden, die speziell für REM- oder Mikroskopie-Graustufenbilder entwickelt wurde.

Im Vergleich zu den experimentellen Daten werden auch analytische Modelle und deren Aussagekraft zur Vorhersage des CTE-Verlaufs diskutiert:

Im Abgleich mit der Mischungsregel – welche basierend auf den Volumenanteilen und dem CTE der Komponenten, ohne die Berücksichtigung von mikrostruktureller Anordnung oder Wechselwirkungen, wie Grenzflächeneigenschaften, eine CTE-Vorhersage gibt – sollte ein Wert von $1{,}8 \cdot 10^{-5}\,\frac{1}{\mathrm{K}}$ erreicht werden. Wird der experimentelle Wert mit der Mischungsregel der metallischen Legierung und eines Aluminiumoxid-Bulkmaterials [196] bei Raumtemperatur verglichen, so zeigt der getestete Durchdringungsverbund einen noch niedrigeren Wert. Die Erklärung dafür liegt in der interpenetrierenden Struktur, da die Ausdehnung der metallischen Phase durch die Keramik eingeschränkt wird. Daneben kann auch die innere Zugspannung in der metallischen Phase, wie von Delannay [27] beschrieben, die Ausdehnung der Aluminiumlegierung verringern.

Andere Modelle, die von Turner [227], Kerner [228] oder Schapery [229] aufgestellt wurden und für Partikelverbunde entwickelt wurden, berücksichtigen im Vergleich zur

Mischungsregel – zumindest teilweise – mikrostrukturelle Anordnungen und Wechselwirkungen. Turner geht von einer starken Grenzfläche und einer homogenen Dehnung innerhalb des Verbunds aus, Kerner von einer starken Grenzfläche für eine eingeschlossene Kugel in einer anderen, mit elastisch deformierenden Phasen. Schapery erweiterte die Modelle auf lineare viskoelastische Materialien [281] und erweiterte später sein Modell auf eine obere und untere Grenze für die volumetrische und lineare thermische Ausdehnung, basierend auf Energieprinzipien [229] und diskutierte die Ausweitung auf nichtlineare Materialien [282]. Die Übereinstimmung der analytischen Modelle von Turner, Kerner und Schapery wird in der Literatur bereits von Huber et al. [143], Hoffman et al. [139] und Skirl et al. [61] diskutiert. Huber et al. finden eine gute Korrelation mit dem Turner-Modell bis zu 200°C für den Aufheizprozess ihres Verbundwerkstoffs, aber aufgrund der plastischen Verformung gibt es keine gültige Korrelation mehr bei höheren Temperaturen. Dies bestärkt zudem die oben gezogene Schlussfolgerung, dass das peakartige Verhalten des ersten Zyklus mit der Aktivierung von innerem Spannungsabbau zusammenhängt und oberhalb dieser Temperatur nichtlineare Prozesse in der Metallphase aktiviert werden.

Nach Balch et al. [142] macht deshalb für Durchdringungsverbunde ausschließlich ein Vergleich mit den Modellen nach Turner und der unteren Grenze von Schapery Sinn (vergleiche Kapitel 4.5.4). Die Modelle zeigen im Vergleich zu dem hier untersuchten Durchdringungsverbund mit einem hohen metallischen Anteil nur eine bedingte Vorhersagekraft. Das Modell nach Schapery liegt hierbei deutlich näher an der tatsächlichen CTE-Kurve und kann die Verlaufstendenz der Kurve, gut vergleichbar mit dem Turnermodell, bis ca. 225 °C abbilden. Im Vergleich zu der Aussage von Balch et al. kann dies darin begründet sein, dass bei deren Untersuchung ein höherer keramischer Anteil von $42 - 50$ Vol.-% zum Einsatz kommt. Die Aussage mit Huber et al. deckt sich insofern, dass ab dem Einsetzen nichtlinearer Prozesse in der metallischen Phase keine Abbildbarkeit der komplexen dreidimensionalen Mikrostruktur des Durchdringungsverbunds mehr möglich ist, da diese Phänomene nicht in der analytischen Beschreibung als Wechselwirkung berücksichtigt sind. Hoffman und Skirl machen das komplexere Gefüge, die Zeitabhängigkeit aufgrund hoher Eigenspannungen und das ungleiche Verhalten der linear-elastischen Keramik und des viskoplastischen Metalls für die Diskrepanz zwischen den analytischen Modellen und ihren Ergebnissen verantwortlich. Die Abweichung des hier untersuchten Werkstoffsystems von den Modellen ist aufgrund des geringeren Keramikanteils im IMCC noch höher. Die Ergebnisse der hier gezeigten Untersuchungen bestätigen deshalb die Argumentation in der Literatur.

5.4 Charakterisierung des Schädigungsverhaltens

In diesem Unterkapitel wird auf die Ergebnisse der Schädigungscharakterisierung eingegangen. Dabei liegt der Fokus auf der mikrostrukturellen Veränderung und den dahinter liegenden Mechanismen, welche durch äußere quasistatische oder zyklische mechanische oder thermische Belastung sowie deren Kombination im Materialsystem hervorgerufen werden.

5.4.1 Quasistatische Schädigung unter Zug und Druck

Im ersten Abschnitt des Unterkapitels wird auf das Versagen unter quasistatischer mechanischer Belastung eingegangen, welche uniaxial unter Zug oder Druck ins Materialsystem eingebracht wird. Der Fokus liegt auf der Auswertung der Schädigungsmechanismen im Durchdringungsverbund. Nichtsdestotrotz spielt das Verständnis über die Schädigung in der keramischen Preform ebenfalls eine wichtige Rolle, weshalb das Versagen der keramischen Preform unter Druck mit in diesen Ergebnisteil einfließt. Für eine Schädigungsdokumentation unter Zug in der keramischen Preform reicht

die zeitliche Auflösung keiner der verwendeten Methoden aus, welche bereits für den Durchdringungsverbund an ihre Grenzen kommen. Deshalb wird im Folgenden vorwiegend auf die Schädigung unter Druck eingegangen.

5.4.1.1 In-situ-Druckversuche

Die Ergebnisse der **2D in-situ-Untersuchungen** mittels Universalprüfmaschine und Lichtmikroskopie sind in Abbildung 5.28 am Durchdringungsverbund dargestellt. Neben dem Spannungs-Stauchungs-Diagramm mit den Laststufen der mikroskopischen Untersuchung ist auch die Lastrichtung zu sehen. Die lila Pfeile in den mikroskopischen Aufnahmen weisen auf die Entstehung neuer Schädigung in der entsprechenden Laststufe hin. Auf der gegenüberliegenden Probenseite zur mikroskopischen Untersuchung wurden DIC-Auswertung durchgeführt. Die Verteilung der lokalen Stauchung ist entsprechend in der Skala über das Speckle-Pattern der Probe gelegt, siehe Abbildung 5.28. Die Untersuchungen wurden in Schukraft et al. [95] veröffentlicht. Die unterschiedlichen Belastungsstufen des Versuchs bei längeren Unterbrechungen hinsichtlich Mikroskopieuntersuchungen und Bildaufnahmen sind als Belastungsschritte mit einem lokalen Rückgang der Spannung in der Kurve zu erkennen. Nach Erreichen der Maximalspannung ist ein deutlicher Abfall in der Spannungs-Stauchungskurve zu verzeichnen. Dennoch fällt die Spannung nicht schlagartig ab, wie es bei keramischen Werkstoffen oder Verbundwerkstoffen mit vollständig sprödem Verhalten üblich ist (vergleiche Lankford [283]). Die Daten der digitalen Bildkorrelation (DIC) zeigen die Entwicklung der Stauchung auf der mit Specklemustern bedeckten Oberfläche der Probe. Im elastischen Bereich ist ein homogener Anstieg der Stauchung zu erkennen (Abbildung 5.28, oben rechts), gefolgt von einer Stauchungskonzentration in der Mitte der Probenoberfläche, parallel zur Kraftrichtung. Bei weiterem Anstieg der Spannung konzentriert sich die Stauchung im schwächsten Bereich der Probe und bildet Linien im Winkel von 45° zur Kraftrichtung. In diesen Bereichen kann ein weiterer Anstieg der Stauchung bis zum Versagen der Probe festgestellt werden, eingeleitet durch Risse und gefolgt von einer Scherung der Probenhälften zueinander. Die Probe schert nicht vollständig in ihren Bruchhälften voneinander ab, sodass auch nach dem Ausbau der Probe aus der Prüfvorrichtung eine fest zusammenhängende Probe erhalten bleibt.

Die mikroskopische Oberflächenuntersuchung wurde auf der entsprechenden gegenüberliegenden Oberflächenseite der DIC-Untersuchungen durchgeführt (vergleiche Abbildung 4.6). Die Ergebnisse sind für einen Ausschnitt in Abbildung 5.28, unten für die Laststufen 340, 360, 380 MPa und am Ende der Prüfung, vor der Entlastung der Probe, dargestellt. Eine plastische Verformung in der metallischen Phase ist bei 340 MPa zu erkennen und wird bei 360 MPa deutlicher. Ab dieser Belastungsstufe wird ein Risswachstum an der Oberfläche sichtbar (vergleiche Abbildung 5.28). Ein sich verbindendes Rissnetzwerk entsteht in der keramischen Phase zwischen den metallischen Bereichen. Im Endstadium ist ein makroskopischer Riss sichtbar, der sowohl durch die keramische und die metallische Phase läuft als auch die Phasengrenze trennt, wie in der unteren rechten Ecke des Bildausschnittes zu erkennen ist.

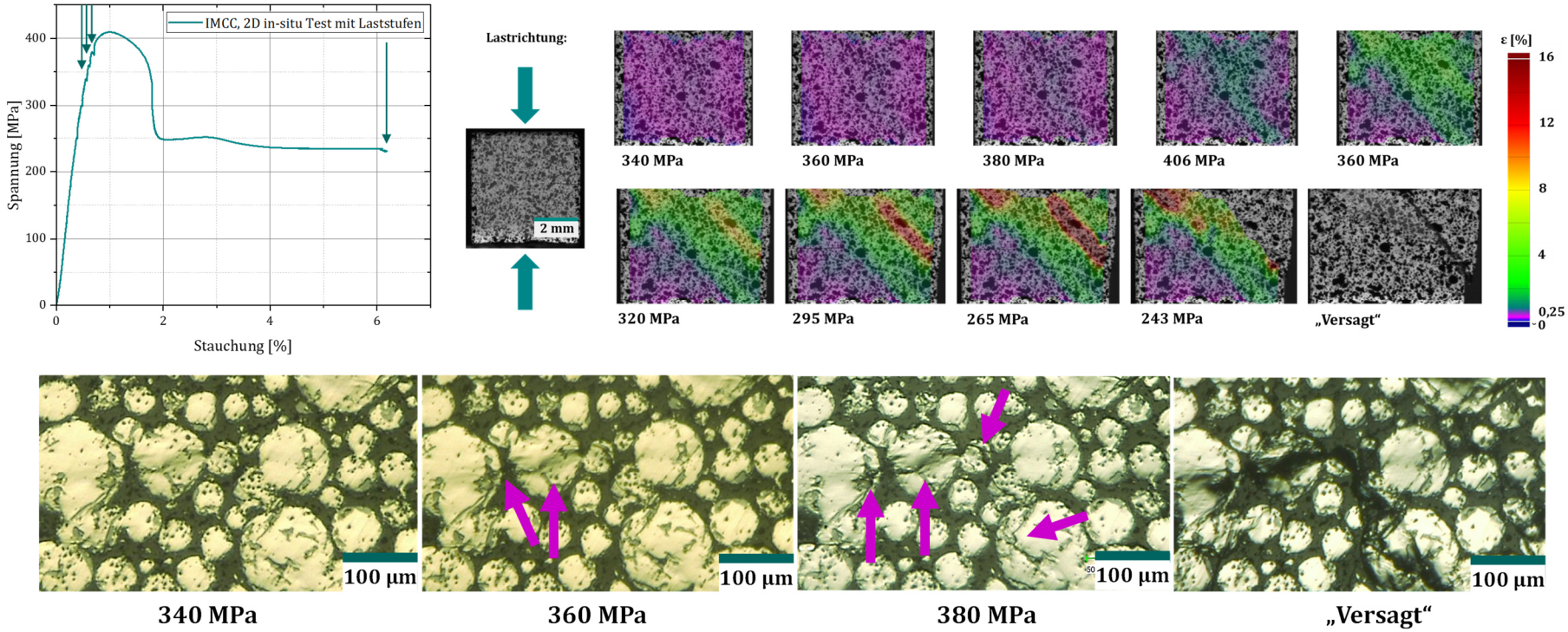


Abbildung 5.28 Ergebniszusammenstellung der 2D in-situ-Versuche in der Universalprüfmaschine mit Spannungs-Stauchungs-Diagramm, DIC-Auswertung (oben rechts) und mikroskopischen Aufnahmen (unten), aus [95].

In der **dreidimensionalen Charakterisierung des Schädigungsmechanismus** werden sowohl die keramische Preform als auch der Durchdringungsverbund untersucht. Die Ergebnisse der **keramischen Preform** wurden in Schukraft et al. [82] veröffentlicht und sind nachfolgend dargestellt. Wie Abbildung 5.29 zeigt, können Rissbildung und -wachstum mit der in-situ-CT-Analyse detektiert werden. Die Breite der Risse liegt für die keramische Preform nahe an der räumlichen Auflösung. Die 2D-Schnitte der Mikrostruktur zeigen das Keramikschaumskelett in Hellgrau und seine offene Porosität, sowie den Hintergrund in Dunkelgrau bzw. Schwarz. In einigen Bereichen des Probenvolumens sind fertigungs- oder präparationsbedingte Vorschädigungen sichtbar, die im mit der Vorkraft beaufschlagten Bildausschnitt in Abbildung 5.29 mit einem lila Stern hervorgehoben sind. Die Vorschädigungen im gezeigten Bildausschnitt wachsen unter der beaufschlagten Last nicht weiter. Sie bleiben stabil und sind nicht Teil des endgültigen makroskopischen Risses, wie der Laststufenausschnitt nach dem Versagen zeigt. An anderen Stellen tritt die Schädigung bereits bei niedrigen Belastungsspannungen von 9 MPa auf, wie der entsprechende Bildausschnitt in Abbildung 5.29 zeigt. Die wachsenden Risse befinden sich in Belastungsrichtung in der Nähe der Unter- und Oberseite der Poren. Mit zunehmender Belastung treten nicht nur am oberen und unteren Ende der Poren Risse auf, sondern auch an anderen Stellen in den keramischen Stegen (siehe Abbildung 5.29, bei 19 MPa). Wenn das Maximum der erträglichen Spannung der Probe erreicht ist, bildet sich ein makroskopischer Riss in der Probe und der plötzliche Spannungsabfall wird im Spannungs-Stauchungs-Diagramm oben rechts in Abbildung 5.29 sichtbar. Die Risse in der keramischen Phase vereinigen sich und die Probe versagt katastrophal. Da die prozentuale Probenstauchung mit dem verwendeten in-situ-Prüfaufbau nicht genau bestimmt werden konnte, wird die Stauchung, gemessen durch den Schrittmotor des Aufbaus und die entsprechende Untersetzung, in mm angegeben.

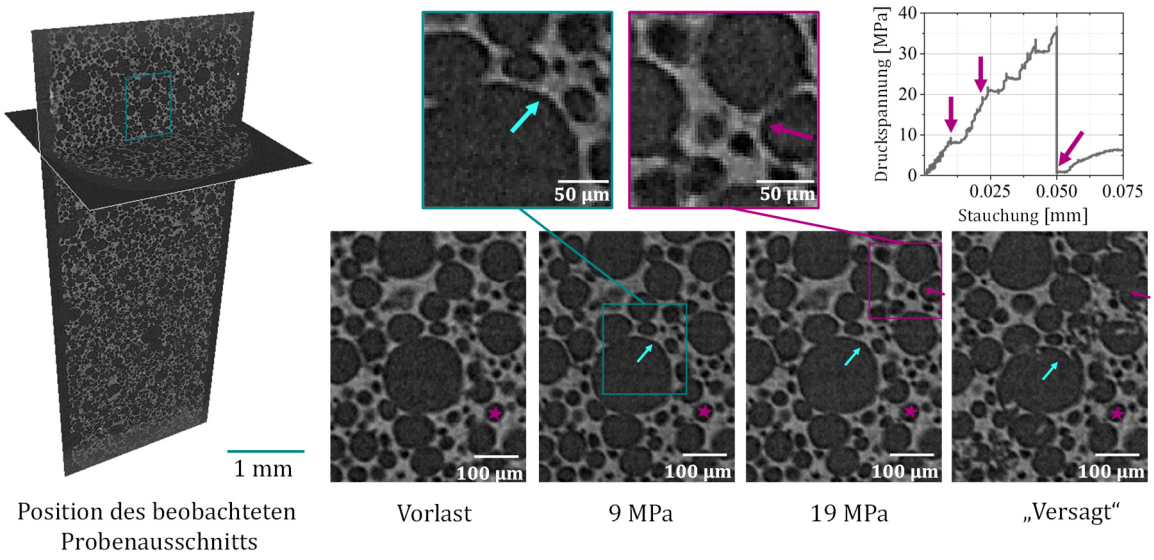


Abbildung 5.29 Ergebnisse der in-situ-Druckprüfung der keramischen Preform mit Spannungs-Stauchungs-Diagramm, aus [95].

Die Ergebnisse der dreidimensionalen Charakterisierung des Schädigungsmechanismus am **Durchdringungsbund** dieser Arbeit wurden in Schukraft et al. [82] und Schukraft et al. [95] veröffentlicht. In Abbildung 5.30 ist das makroskopische dreidimensionale Risswachstum im Inneren der Probe dargestellt. Bei "Laststufe 5" (für das entsprechende Spannungs-Stauchungsdiagramm vergleiche Abbildung 5.31) ist zu erkennen, dass in den Bildern eine geringe Menge an Porosität sichtbar ist, dargestellt durch die meist kugelförmigen Punkte. Daüber hinaus bilden sich Risse im gesamten Probenausschnitt von Interesse (ROI)

(vergleiche "Laststufe 5 und 6"). Im weiteren Verlauf des Druckversuchs vereinigen sich die Risse lokal und bilden Risscluster, wie die verschiedenfarbigen Risscluster in "Laststufe 7" zeigen.

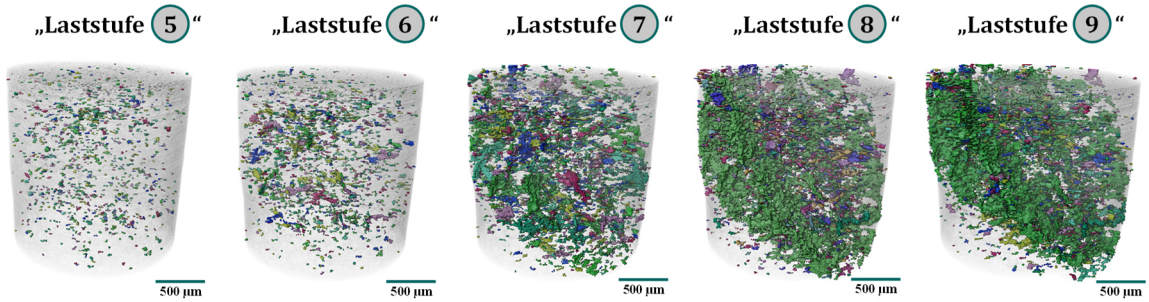


Abbildung 5.30 3D-Auswertung des Risswachstums im Inneren des Durchdringungsverbunds unter Druckbelastung. Die Lastrichtung ist vertikal in der gezeigten Bildserie und das entsprechende Diagramm, dem die Laststufen entnommen sind, findet sich in Abbildung 5.31. Entnommen aus Schukraft et al. [95].

Die hinsichtlich des Versagensmechanismus bevorzugten Risscluster wachsen, während die anderen ihre Größe beibehalten oder zu schrumpfen scheinen bzw. zusammengeschoben werden und sich ein makroskopischer Riss über den gesamten Probendurchmesser in einer Scherebene von 45° zur Belastungsrichtung bildet ("Laststufe 8 und 9").

Zur quantitativen Analyse wurden verschiedene Merkmale der Risse aus den CT-Daten ausgewertet. Die Anzahl der detektierten Risse und das Rissvolumen des größten Risses in jedem Belastungsschritt, jeweils bezogen auf das Volumen des größten Risses in " Laststufe 9" (vergleiche Abbildung 5.30), wurden als repräsentative Parameter quantitativ ausgewertet und verglichen. Die über die gesamte untersuchte ROI verteilten Risse sind in "Laststufe 5" sehr klein. Verglichen mit dem makroskopischen Riss in "Laststufe 9" hat der größte Riss in "Laststufe 5" ein relatives Volumen von 0,08 %. Die Gesamtzahl der Risse beträgt in diesem Belastungsschritt etwa 1.750. In "Laststufe 6" hat der größte Riss ein Volumen von 0,44 % im Vergleich zum Rissvolumen von "Laststufe 9" und die Anzahl der Risse steigt auf etwa 2.650. In "Laststufe 7" beträgt das relative Volumen des größten Risses 4,3 %, während die Anzahl der Risse 3.900 erreicht. In "Laststufe 8" ist der makroskopische Riss deutlich sichtbar, misst 90 % des Rissvolumens in "Laststufe 9" und die Anzahl der Risse pendelt sich bei etwa 4.000 ein. Zur Veranschaulichung sind die quantitativen Ergebnisse in Tabelle 5.14 aufgeführt.

Tabelle 5.14 Quantitative Auswertung des Risswachstums im Durchdringungsverbund unter quasistatischem Druck, bezogen auf Abbildung 5.30 und die Laststufen aus Abbildung 5.31. Aus Schukraft et al. [95].

Laststufe		**5**	**6**	**7**	**8**	**9**
Relatives Volumen des größten Risses	%	0,08	0,44	4,3	90	100
Anzahl an Rissen	#	1742	2634	3902	3945	4219

Um nähere Informationen über die Rissentstehung zu erhalten, muss neben dem Auswertealgorithmus ein Blick tiefer in das Material und über die Grenze dessen hinaus, was mit der automatisierten Auswertung möglich ist, geworfen werden (weitere Ansätze zur Auswertung sowie deren Effizienz sind in der Veröffentlichung Schukraft et al. [96] zu finden). Eine manuelle Analyse im Inneren des Materials wurde vorgenommen, um die Wirkungsmechanismen und das Versagen des Durchdringungsverbunds zu verstehen. Dazu

wurde ein 2D-Ausschnitt senkrecht zur Belastungsrichtung, wie in Abbildung 5.31 zu sehen ist, und ein 2D-Ausschnitt parallel zur Belastungsrichtung untersucht (Abbildung 5.32).

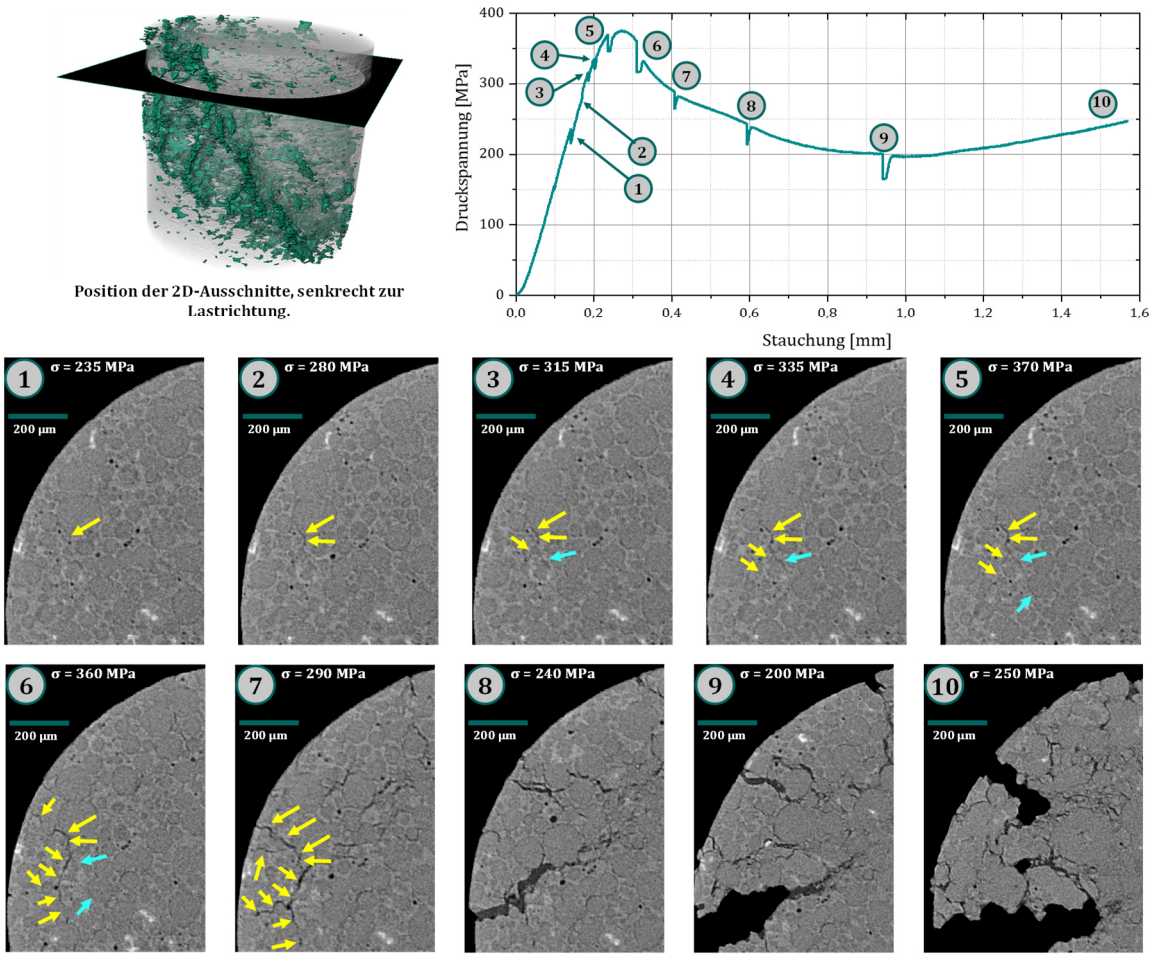


Abbildung 5.31 Zusammenstellung der Druckschädigung im Materialinneren des Durchdringungsverbunds senkrecht zur Belastungsrichtung. Die Nummerierung der Laststufen in Tabelle 5.14, Abbildung 5.30, Abbildung 5.32 und Abbildung 5.33 bezieht sich jeweils auf das Spannungs-Stauchungs-Diagramm oben rechts in dieser Abbildung. Entnommen aus [95].

In beiden Fällen wurde der Ausschnitt so gewählt, dass das Risswachstum im Inneren des Materials repräsentativ dargestellt wird. Die hellgrauen Bereiche stellen die keramische Phase dar, die dunkler grauen und rundlichen Bereiche stellen die metallische Phase im 2D-Schnitt dar. Die Position der Beobachtung ist jeweils mit einer schwarzen 2D-Ebene im 3D-Bild markiert und der Belastungsschritt jedes Bildausschnitts bezieht sich mit seiner Nummerierung auf die entsprechende Laststufe im Spannungs-Stauchungs-Diagramm (siehe Abbildung 5.31, rechts oben). Der beobachtete Riss in Abbildung 5.31 beginnt im Rahmen der Sichtbarkeit der Auflösung einer erfassten Voxelgröße von $(2{,}3\ \mu m)^3$ bei Spannungen zwischen 235 und 280 MPa innerhalb der keramischen Phase an fehlerbehafteten Stellen, Schwachstellen oder anderweitig erzeugten lokalen Spannungsanstiegen zu wachsen. Der Riss wächst dann in einer Ebene, parallel zur Kraftrichtung, weiter. Ein ebenfalls zu beobachtendes Phänomen ist die Verzweigung des Risses, welche durch die beiden unterschiedlich gefärbten Pfeile gelb und grün dargestellt wird ("Laststufe 3"). Je nach bevorzugter Versagensrichtung wächst der Riss bevorzugt in einem der beiden Rissäste weiter. Bei höheren Belastungen ist der schrittweise wachsende Riss innerhalb der keramischen Phase und auch an der Phasengrenze sichtbar ("Laststufe 5"). Mit dem Einsetzen der plastischen Verformung innerhalb der metallischen Phase öffnet sich der Riss in der

bevorzugten Orientierung. Der mit grünen Pfeilen markierte Riss ("Laststufe 6") scheint zu verschwinden (er wurde zusammengedrückt), zugunsten des mit gelben Pfeilen markierten Risses, der stattdessen weiter wächst. Weiteres Risswachstum in der Vorzugsrichtung und zusätzliche Verzweigungen sind zu beobachten, wobei der Riss lokal von der metallischen Phase überbrückt wird ("Laststufe 6 und 7"). Ab einem gewissen Grad formatieren sich die lokalen Risse zu größeren makroskopischen Rissen in Rissclustern, wie es bei diesem Riss ab "Laststufe 8" der Fall ist. Schließlich vereinigen sich die Risse in einer Versagensebene, in der die Scherspannungen am größten sind, wie in Abbildung 5.30 dreidimensional zu sehen ist.

Die Ergebnisse der mikrostrukturellen Schädigung in einer Ebene parallel zur Belastungsrichtung sind in Abbildung 5.32 dargestellt. Sie zeigen oben eine Schnittansicht der 3D-Proben-ROI für zwei verschiedene Laststufen („Laststufe 2“ bei 280 MPa und nach dem Versagen in „Laststufe 8“ bei 240 MPa) und unten die jeweiligen ROIs.

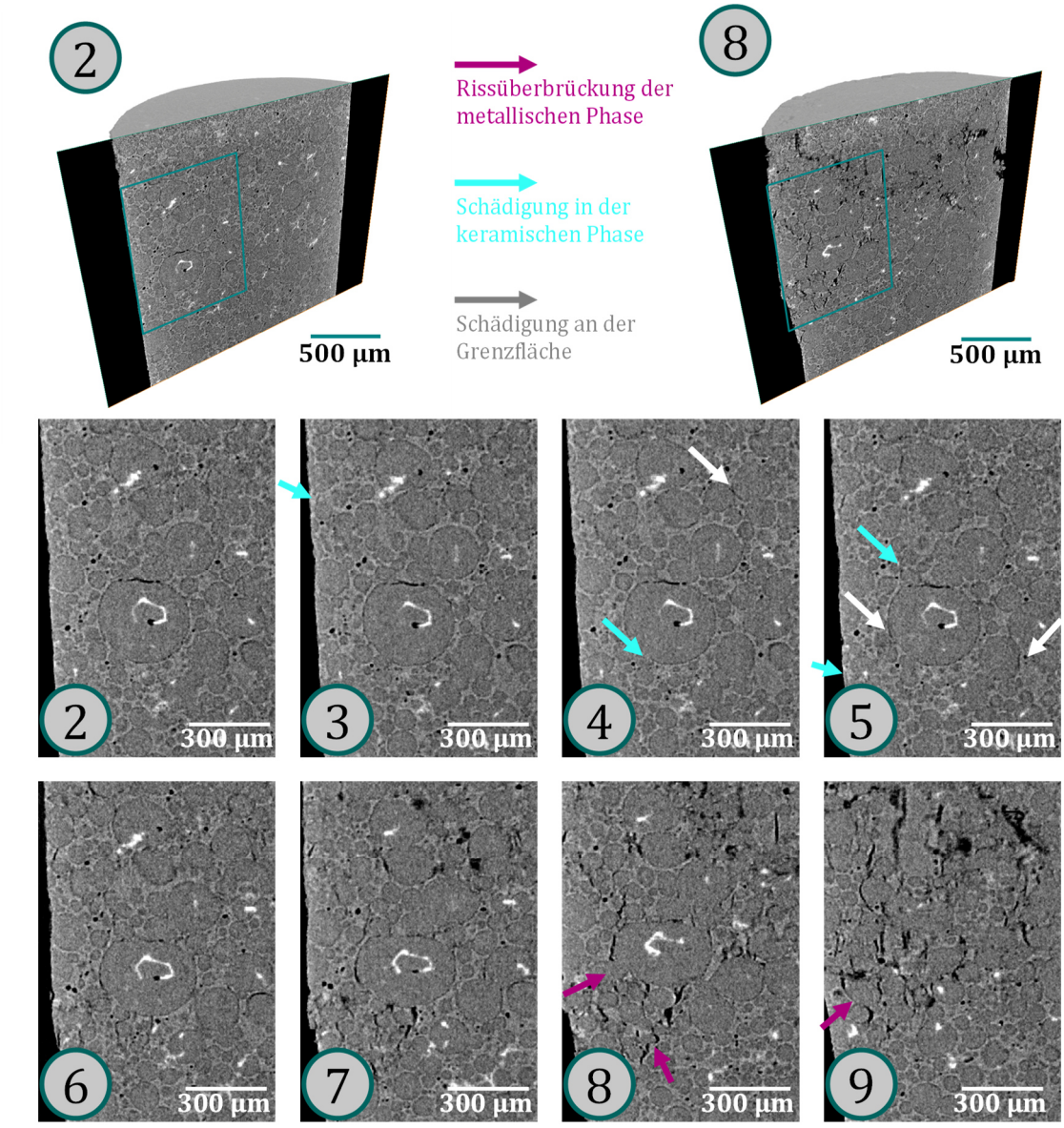


Abbildung 5.32 Zusammenstellung der Druckschädigung im Materialinneren des Durchdringungsverbunds parallel zur Belastungsrichtung. Das entsprechende Diagramm zu den Laststufen findet sich in Abbildung 5.31. Aus. [82].

Die erste Schädigung in dieser Schnittansicht ist in „Laststufe 3“ bei 315 MPa im oberen linken Bereich in der keramischen Phase sichtbar, markiert durch den grünen Pfeil, welcher nachfolgend die Risse in der keramischen Phase beschreibt. In „Laststufe 4“ entsteht bei 335 MPa eine weitere Schädigung in der keramischen Phase in der Nähe der Grenzfläche, und im oberen Bereich wird eine Delamination der Grenzfläche sichtbar, die im Folgenden mit einem weißen Pfeil markiert wird. Der in „Laststufe 3“ initiierte Riss wächst in seiner Länge und verbindet in „Laststufe 4“ zwei metallische Bereiche durch die keramische Phase hindurch (oberer linker Bereich im Ausschnitt). In „Laststufe 5“ bei 370 MPa, nahe der maximalen Spannung, verbindet der Riss im oberen linken Bereich (gebildet in „Laststufe 3“) immer noch die metallischen Bereiche und wird breiter. Es kommt zu einer zusätzlichen Delamination an der Grenzfläche (weiße Pfeile) sowie zu einer neuen Rissbildung, vorwiegend in der keramischen Phase (grüne Pfeile). In der „Laststufe 6“ wird das Spannungsmaximum überschritten und es erfolgt ein Abfall auf 360 MPa. Der Riss im oberen linken Bereich (gebildet in „Laststufe 3“ in der keramischen Phase) wächst an der Grenzfläche zwischen keramischer und metallischer Phase weiter. Es setzt eine starke plastische Verformung der metallischen Phase ein, wie der größere metallische Bereich in der unteren Mitte zeigt. Dabei bildet sich eine relevante Anzahl von neuen Rissen über den Probenquerschnitt. Im „Laststufe 7“ setzt eine Scherung der Probe ein und es ist ein weiterer Spannungsabfall bis auf 290 MPa zu beobachten. Dies wird in den 2D-Schnitten sichtbar. Teile des ursprünglichen Gefüges (vergleiche „Laststufe 6“) werden aus dem Bildausschnitt herausgeschoben, wie in der oberen Mitte des Schnittes zu sehen ist. Die Risse in der Probe scheinen sich hauptsächlich in Belastungsrichtung auszurichten und beginnen sich zu größeren Rissnetzwerken zu vereinigen. In „Laststufe 8“ findet eine weitere Scherung der Probe, senkrecht zum Probenausschnitt, statt und die Risse wachsen weiter, vereinigen sich und werden breiter. Die Überbrückungswirkung der kugelförmigen metallischen Phase setzt ein und bildet an der Grenzfläche Verzahnungen, wie die lilafarbenen Pfeile im Schnitt zeigen. In „Laststufe 9“ sinkt das Spannungsniveau weiter auf 200 MPa und ein relevanter Teil des Bildausschnitts ist mit Rissen übersät. Durch die Scherung wird der Hauptteil des ursprünglichen Gefüges aus dem Schnitt herausgeschoben, weshalb die Gefügeuntersuchung in diesem Belastungsschritt eingestellt wird. Schließlich ist in allen Untersuchungen ein zweiter Spannungsanstieg zu erkennen (vergleiche Spannungs-Stauchungsdiagramm in Abbildung 5.31).

Um über die Rissbildung hinaus ein Verständnis für die ablaufenden plastischen Mechanismen und Stauchungskonzentrationen im Materialinneren zu bekommen, wurde neben der mikroskopischen und lokalen Schadensuntersuchung im Dreidimensionalen, die digitale Volumenkorrelation durchgeführt, wie sie im Zweidimensionalen als DIC an der Probenoberfläche verwendet wurde. Die DVC-Untersuchungen decken den Bereich vom Anfangszustand des Druckversuchs bis zur „Laststufe 6“ ab, in dem die lokalen Spannungen und Stauchungen durch erste makroskopische Scherung abgebaut werden. Abbildung 5.33 zeigt sowohl Querschnitts- als auch Oberflächenergebnisse für die Stauchung in Druckrichtung (ε_y) von bis zu 3 %.

Für die „Laststufe 0“ wurde ein Wiederholungsscan im identischen, unbelasteten Zustand durchgeführt, wie in Kapitel 4.4.2 beschrieben. Bei „Laststufe 0“ zeigt die DVC homogene, unverformte Stauchungswerte über die gesamte Proben-ROI, sodass auf eine nachträgliche Korrektur der Datenwerte verzichtet werden konnte. Bei „Laststufe 1“ ist ein Anstieg der Stauchung im oberen Bereich der ROI (obere rechte Ecke in der oberen Zeile von „Laststufe 1“ in Abbildung 5.33) in einem 45°-Winkel zur Lastrichtung sichtbar. In „Laststufe 2“ nimmt die Stauchung über den gesamten ROI-Bereich zu und die Stauchung an der Oberfläche übersteigt 1,5 %, wie in der unteren Zeile von „Laststufe 2“ in Abbildung 5.33 dargestellt.

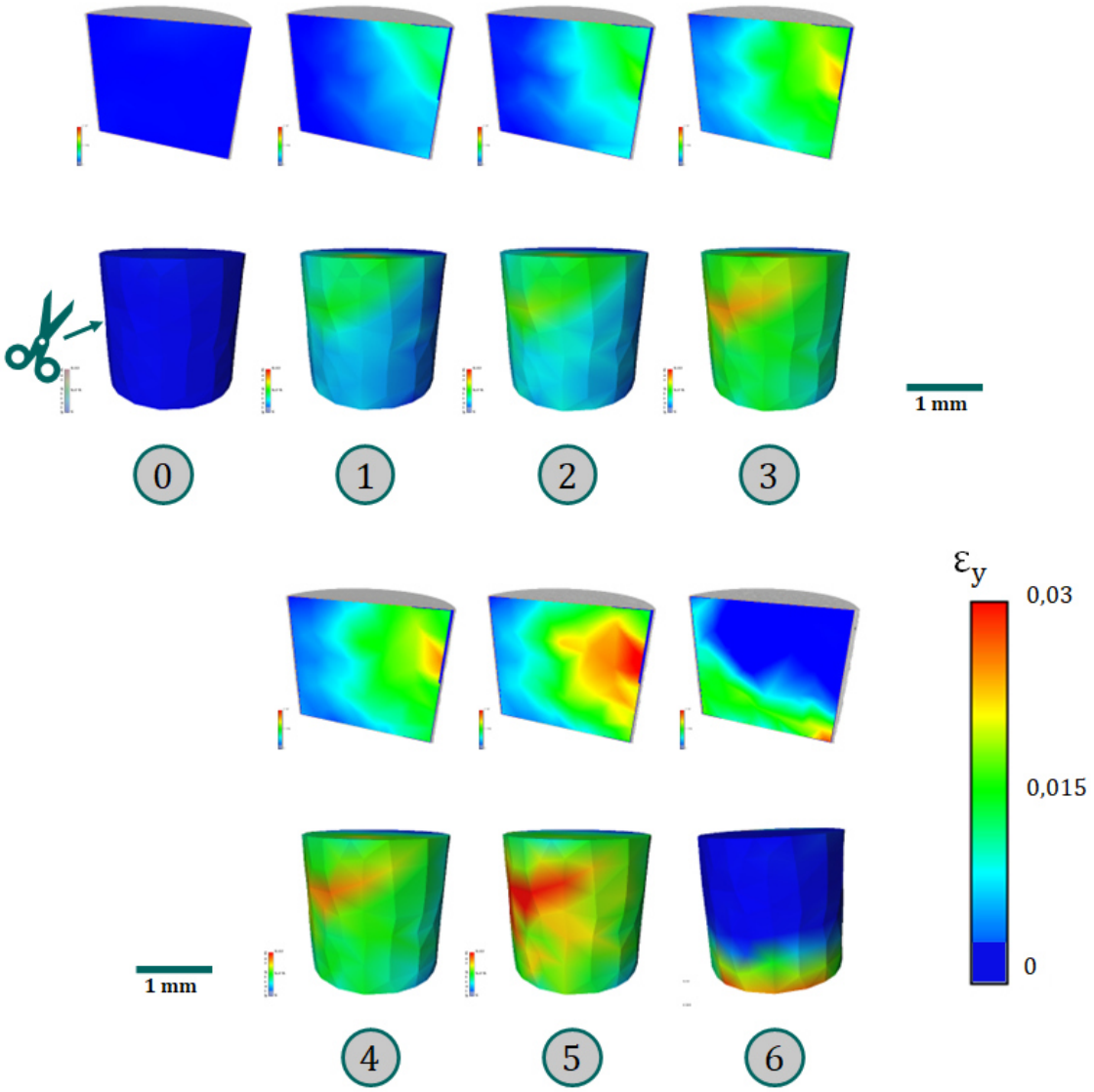


Abbildung 5.33 Darstellung der makroskopischen Entwicklung der Stauchung in Lastrichtung ε_y. In Laststufe 0 ist die Schnittrichtung für den Querschnitt der Stauchungsverteilung im Inneren angegeben. Die Stauchungen beziehen sich immer auf die undeformierte Laststufe 0. Das zu den Laststufen gehörige Diagramm findet sich in Abbildung 5.31. Eine Skala der Dehnungsverteilung in Absolutwerten findet sich rechts unten. Entnommen aus Schukraft et al. [82].

Bei 315 MPa in „Laststufe 3“ nimmt die Stauchungskonzentration an der Oberfläche eine sichelförmige Struktur an und breitet sich in einem 45°-Winkel zur Belastungsrichtung in das Volumen aus, wie die Schnittansicht in der oberen Reihe von dieser Laststufe zeigt. Für „Laststufe 4“ bei 335 MPa und „Laststufe 5“ bei 370 MPa nimmt die oberflächliche, sichelförmige lokale Stauchungskonzentration weiter zu. Für „Laststufe 5“ wird eine zusätzliche Stauchungszunahme im entgegengesetzten 45°-Winkel sichtbar. Der Bereich der Stauchung bis zu 3 % vergrößert sich im Inneren der Probe, wie der Ausschnitt in der oberen Zeile der jeweiligen Laststufen in Abbildung 5.33 zeigt. Bei „Laststufe 6“, nachdem das Spannungsmaximum der Probe bei 360 MPa überschritten wurde (vergleiche Spannungs-Stauchungsdiagramm in Abbildung 5.31), nimmt die Stauchung für den Hauptteil der Proben-ROI ab. Im oberen Teil der ROI sinken die Stauchungen auf Werte nahe 0 % und in der unteren Hälfte der Proben-ROI auf Werte nahe 1,5 %. Beide Bereiche sind in einem Winkel von ca. 45° getrennt, was in der oberen Zeile von Abbildung 5.33 bei „Laststufe 6“ deutlich sichtbar ist. Bei den nachfolgenden „Laststufen 7-9“ (vergleiche Spannungs-Stauchungsdiagramm in

Abbildung 5.31) wird die Verschiebung der Probe zu groß für das DVC-Auswertemodul, da die lokalen Verschiebungen die DVC-Korrelationslänge überschreiten. Daher können die mikrostrukturellen Muster der Probe nicht mehr zugeordnet werden.

Abbildung 5.34 zeigt die Schädigungsmuster der keramischen Preform nach dem Versagen (vergleiche Abbildung 5.29) und der Durchdringungsverbundprobe bei der letzten „Laststufe 9“ (vergleiche Abbildung 5.31 und Abbildung 5.32). Für die keramische Preform ist eine automatisierte Schadenserkennung aufgrund des Zusammenbruchs der Poren durch sprödes Versagen nicht möglich. Daher wurde an den beiden Querschnitten eine manuelle Auswertung vorgenommen. Für den Durchdringungsverbund wird stattdessen ein automatisiertes Auswerteverfahren mit dem ISP-Modul verwendet, wie in Kapitel 4.4.2 beschrieben.

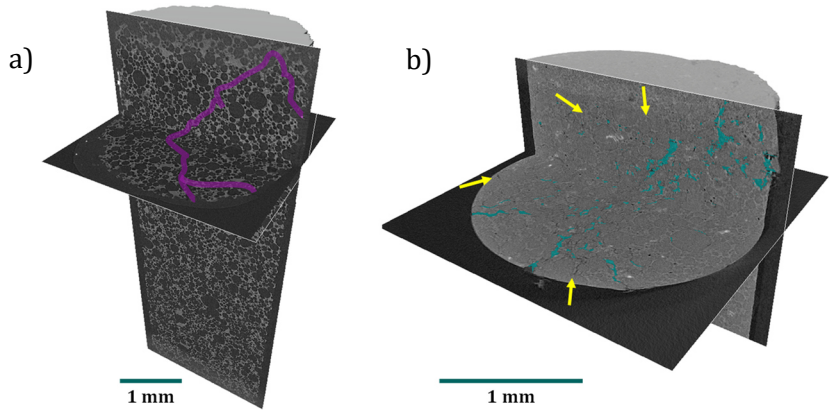


Abbildung 5.34 a) und b). Vergleich des Schädigungsmusters zwischen a) der keramischen Preform im „versagten“ Zustand (Risse sind in lila hervorgehoben) und b) dem Durchdringungsverbund in Laststufe 9. Die Risse im Durchdringungsverbund wurden automatisiert segmentiert und wenige, nicht erkannte Risse sind zusätzlich mit gelben Pfeilen markiert. Aus [82].

Zum Vergleich des makroskopischen Rissbildes wird in diesem Unterabschnitt auch die keramische Preform einbezogen, obwohl der Schwerpunkt auf der Durchdringungsverbund-Auswertung liegt: In der keramischen Preform teilt der Riss die Probe deutlich in eine geringe Anzahl von Fragmenten und verläuft ziemlich gerade durch die Probe. Eine Rissverzweigung findet nur an zwei Stellen in den dargestellten Probenabschnitten statt. Ein Abscheren der Fragmente ist zu beobachten, nachdem der Riss spontan durch die gesamte Probe von einer Seite zur anderen gewachsen ist. Im Vergleich dazu weist das Schadensbild im Durchdringungsverbund eine breite Rissverteilung über den gesamten Probendurchmesser auf. Mehrfache Rissverzweigungen mit parallel wachsenden Rissen und dünnen Rissspitzen, die für das automatische Auswertemodul nicht erkennbar sind, sind mit gelben Pfeilen markiert. Rissverläufe durch die keramische Phase, die Grenzfläche und in einigen Fällen auch durch die metallische Phase sowie ausgeprägte Hohlräume sind zu erkennen und deuten damit einen Wechsel des Schädigungsmechanismus vom keramischen Schaum zum IMCC an.

Mit den **in-situ-REM Untersuchungen** wurde eine weitere Methode angewandt, um das Versagensverhalten des Durchdringungsverbunds zu charakterisieren. Durch die hohe Auflösung der Oberfläche wird bei der Darstellung der Ergebnisse ein besonderes Augenmerk auf die mikrostrukturellen Vorgänge bei Beginn der Schädigung, welche durch die gröbere Auflösung der in-situ-CT nicht dargestellt werden konnte. Zudem wurden auch hier an der Mikrostruktur DIC-Auswertungen durchgeführt, die mit den Ergebnissen des Speckle-Pattern auf den Proben aus der Universalprüfmaschine verglichen werden können (vergleiche Kapitel 4.4.1.5 und Abbildung 5.28).

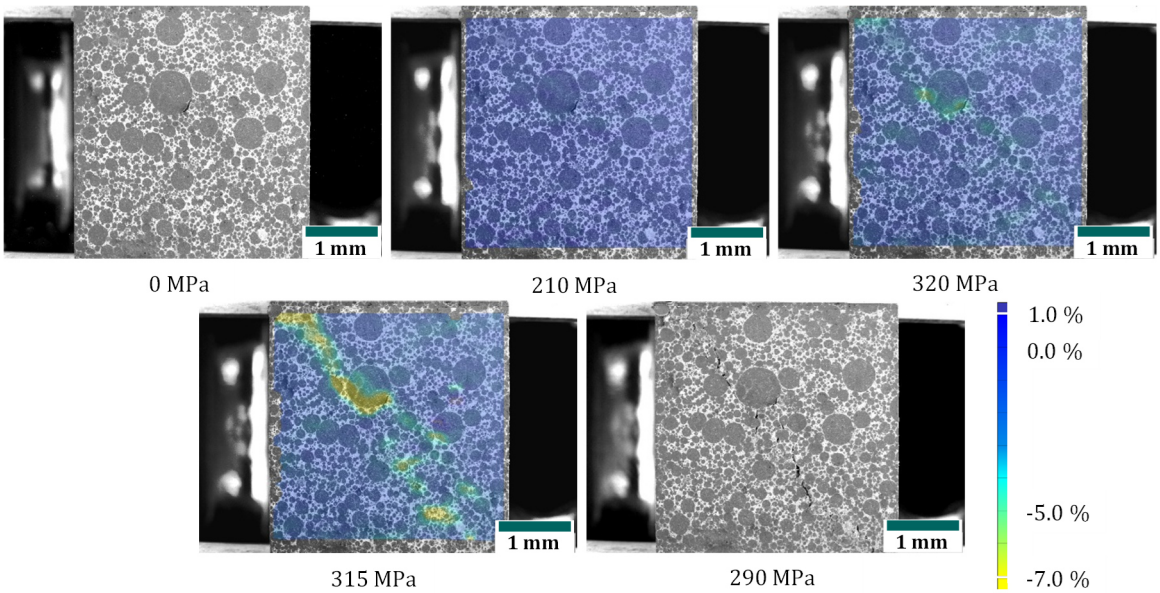


Abbildung 5.35 DIC-Auswertung auf dem natürlichen Muster der Durchdringungsverbundmikrostruktur an in-situ-REM Druckversuchen. Das Ausgangsbild (0 MPa) wurde als Referenz für die Stauchung verwendet. Entnommen aus [194].

Für die DIC-Auswertungen wurden die Bilder, wie in Kapitel 4.4.1.5 beschrieben, in das Programm GOM Correlate importiert (siehe Abbildung 5.35). Innerhalb des elastischen Bereichs ist ein homogener Anstieg der Stauchung zu beobachten. Mit zunehmender Spannung nimmt die Stauchung an Schwachstellen unter 45° zur Kraftrichtung zu. In den schwächeren Bereichen der Probe können bereits vor dem Einsetzen der makroskopischen Schädigung lokale Stauchungskonzentrationen festgestellt werden. Im weiteren Verlauf des Experiments treten an diesen Stellen zuerst Risse und eine deutliche Schädigung des Verbundwerkstoffs auf. Entlang des Hauptrisses in 45°-Richtung erfährt die Probe einen Scherriss und gleitet ab. Die Mikrostruktur wurde an ausgewählten Laststufen bei Belastungen von 100, 200, 290, 320 und 310 MPa sowie vor und nach dem Versuch mittels REM aufgenommen. Die Abfolge der Bilder ist in Abbildung 5.36 dargestellt.

Die erste Veränderung kann bereits bei 100 MPa im elastischen Bereich des Spannungs-Stauchungs-Diagramms beobachtet werden. Vorschäden in der Mikrostruktur, entlang von Ausscheidungen, wachsen unter der Spannung. Bei einer Spannung von 200 MPa wird eine neue Schädigung sichtbar. Erste, mikrometergroße Risse breiten sich in der Keramik aus und lokale Ablösungen entlang der Phasengrenze sind erkennbar. Im Vergleich zu den Bildern, die für die DIC-Untersuchung verwendet wurden, war dort zu diesem Spannungszustand noch keine Schädigungsentwicklung zu erkennen. Die DIC zeigt jedoch, dass sich im Verbundwerkstoff bereits Stauchungsfelder aufgebaut haben. Ein weiteres Phänomen, das durch die in-situ-Untersuchung mittels REM beobachtet werden konnte, ist die Bildung von Rissen entlang der Ausscheidungen, welche durch die plastische Verformung der metallischen Phase induziert wird. Vor dem Spannungsmaximum schreitet die oben beschriebene Schädigung weiter voran und es bilden sich weiterhin Risse in der Keramik (vergleiche hervorgehobene Rissbildungen in Abbildung 5.36 mittels der weißen Pfeile). Um das Spannungsmaximum kommt es zum Einsetzen plastischer Verformung, welche sich in Abbildung 5.36 von dem, mit dem Stern markierten, metallischen Bereich aus, an der Oberfläche ausbreitet. Nach dem Spannungsmaximum ist die Verformung so stark, dass die metallgefüllten Poren abgeschert werden und Risse entstehen (vergleiche Abbildung 5.36).

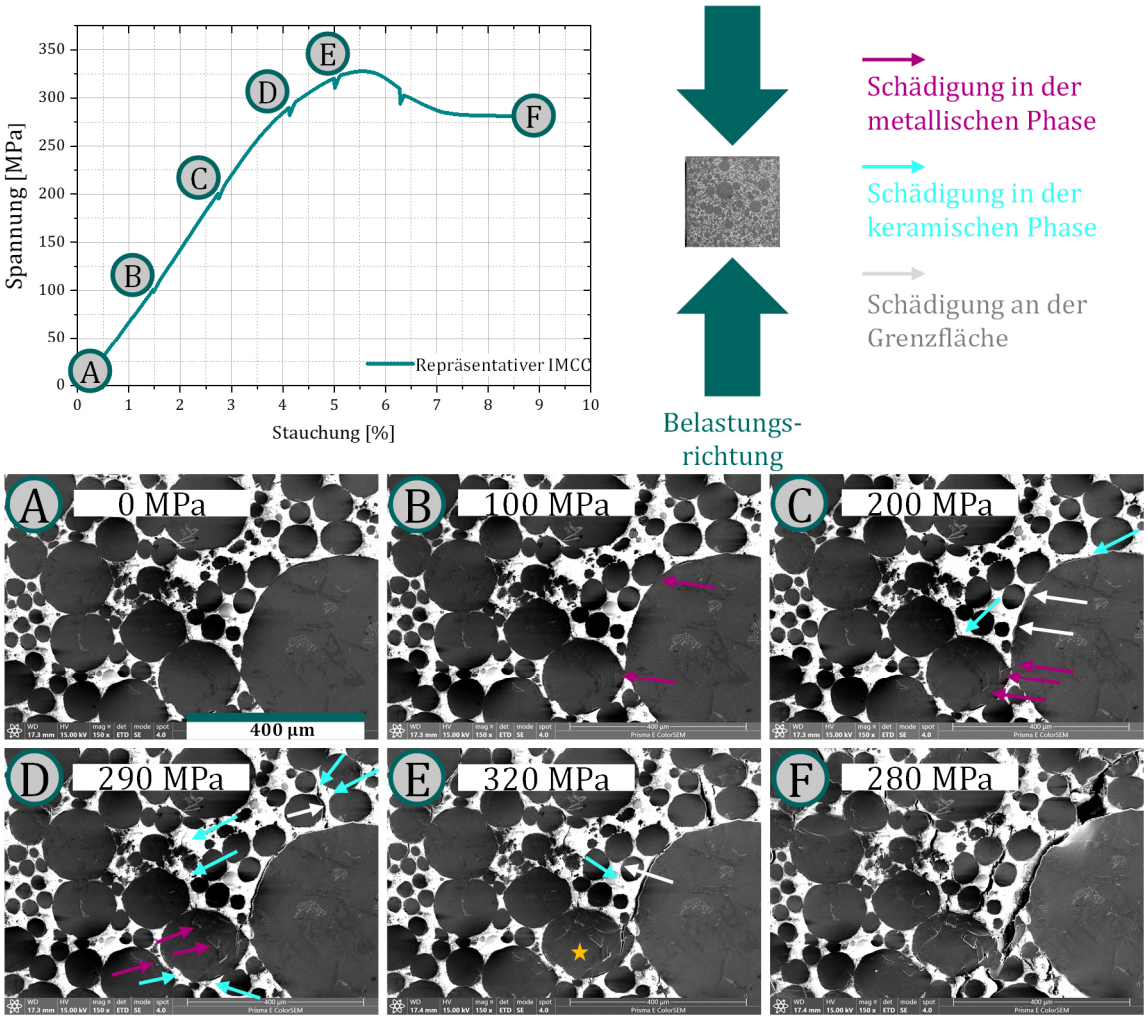


Abbildung 5.36 Ergebniszusammenstellung der in-situ-REM Druckschädigung im Durchdringungsverbund mit repräsentativem Spannungs-Stauchungs-Diagramm. Der Stern in Laststufe 5 steht für einsetzende plastische Deformation, hin zum makroskopischen Abscheren. REM-Bilder aus [194].

Nach dem Experiment wurden die geschädigten Proben mittels EDX untersucht. Abbildung 5.37 a) zeigt das REM-Bild einer deformierten Grenzfläche in der metallischen Phase zwischen zwei Poren. Dieser Bereich befindet sich entlang des Hauptrisses, mitten in der abgescherten Probe. Das EDX-Mapping zeigt in Abbildung 5.37 b), dass sich die Risse in der metallischen Phase ausschließlich in oder entlang der Ausscheidungen befinden. Plastische Verformung ist nur in den ausscheidungsfreien Bereichen der α-Aluminiumlegierung zu erkennen.

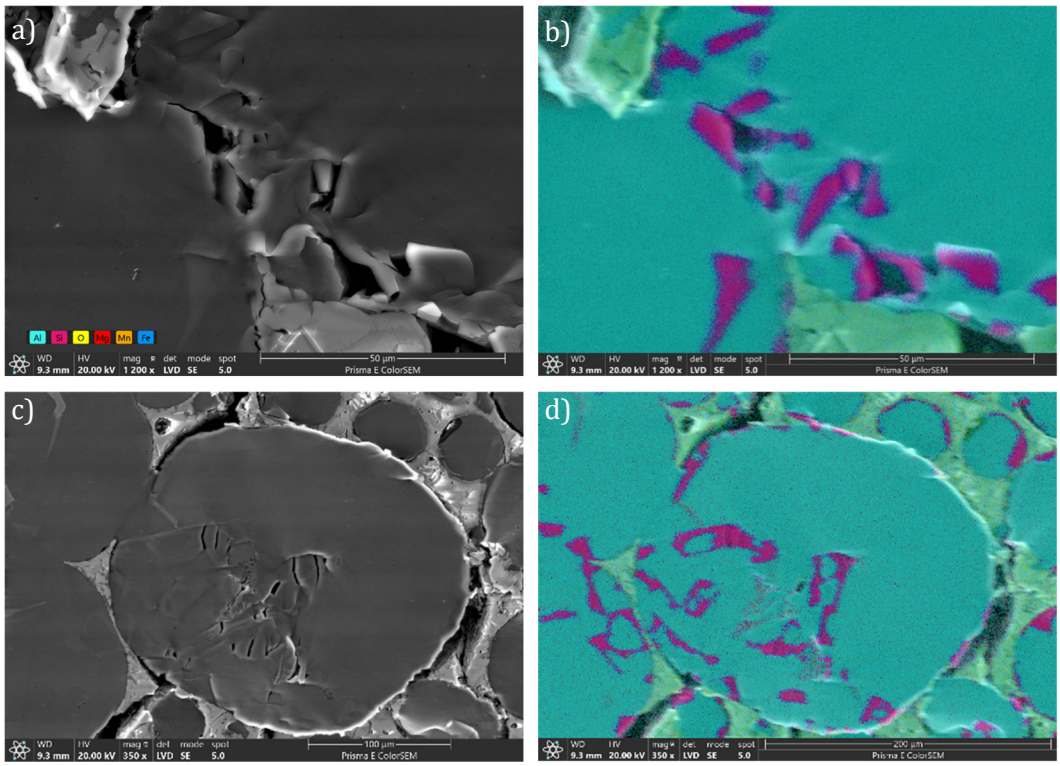


Abbildung 5.37 a) bis d). EDX Element-Analyse der Oberfläche unter Druck versagter Durchdringungsverbundproben. a) und c) sind die ESEM-Aufnahmen der unter b) und d) dazugehörigen EDX-Flächenanalyse. Die Farbverteilung ist in a) angegeben und wird über die gesamte Arbeit konsistent verwendet (vergleiche z.B. Abbildung 5.9). a) und b) entnommen aus [194].

5.4.1.2 In-situ-Zugversuche

Neben den Druckversuchen wurde ergänzend die Schädigung im Durchdringungsverbund mit in-situ-REM Untersuchungen unter Zug charakterisiert. Der Fokus wurde hierbei besonders auf den Einfluss der thermischen Vorgeschichte der metallischen Phase gelegt. Die Ergebnisse sind nachfolgend dargestellt, wobei die Bilder und EDX-Aufnahmen der gebrochenen Probenoberfläche und der Rissoberflächen des Durchdringungsverbund einen detaillierten Einblick in das Bruchverhalten geben. Die DIC-Auswertung für die Zugversuche der polierten Proben zeigt aufgrund eines teilweise geringen Kontrasts in der metallischen Phase störende Interferenzen, weshalb eine sinnvolle Auswertung im polierten Zustand nicht möglich war. Alternativ wurden unpolierte, planparallele Proben untersucht. Eine Verbesserung des Signal-zu-Rausch-Verhältnisses konnte erzielt werden, aufgrund der geringen Dehnung wurde jedoch kein interpretierbares Dehnungsfeld beobachtet, weshalb eine Auswertung mit der zur Verfügung stehenden Software GOM-Correlate für die Zugversuche nicht möglich war. Die Probe bleibt während der Bildaufnahme unter Zug belastet, um die entstandene Schädigung in Form von Rissen nicht zu schließen und sichtbar zu halten (vergleiche beispielsweise Salvo et al. [98]). Bei den Aufnahmen in höheren Laststufen kommt es vor, dass die Probe während der Prüfunterbrechung innerhalb der Laststufe bricht, weil sich einmal gebildete Risse unter Zug im Gegensatz zum Druck nicht stabilisieren, sondern bis zum Bruch instabil weiterwachsen. Neben den Risswachstumsbeobachtungen von der Oberfläche aus werden die unter Zug gebildeten Bruchflächen untersucht und sind nachfolgend für alle untersuchten Probenmaterialien zu sehen. Dazu zählt die Aluminiumlegierung im Anlieferungszustand (AR), nach der Infiltration in der Gasdruckinfiltration (IF) und nach der Wärmebehandlung (T6), sowie der Durchdringungsverbund in den beiden Zuständen IF und T6 (vergleiche Abbildung 5.20 aus Kapitel 5.2.2.2)

Die **AR-Aluminiumlegierung** besitzt, wie bereits in Abbildung 5.6 vorgestellt, eine sehr feine Mikrostruktur mit lokal ausgeprägtem eutektischem Gefüge, welches sich auch in den Schädigungsaufnahmen und den Bruchflächen wiederfindet. Die Elementverteilung ist in Abbildung 5.38 im Rahmen der EDX-Analyse nur schwer voneinander trennbar und im Aufnahmemodus mit dem Everhart-Thornley-Detektor bei Sekundärelektronenaufnahme anhand der Grauwerte nur schwach zu differenzieren. Der Eisenanteil ist mit nur 0,1 % sehr fein und gleichmäßig in den Ausscheidungen verteilt und lässt sich nicht an einer bestimmten Stelle lokalisieren. Der Bruchverlauf wandert dabei sehr gleichmäßig durch die α-Aluminiumphase als auch die Ausscheidungen.

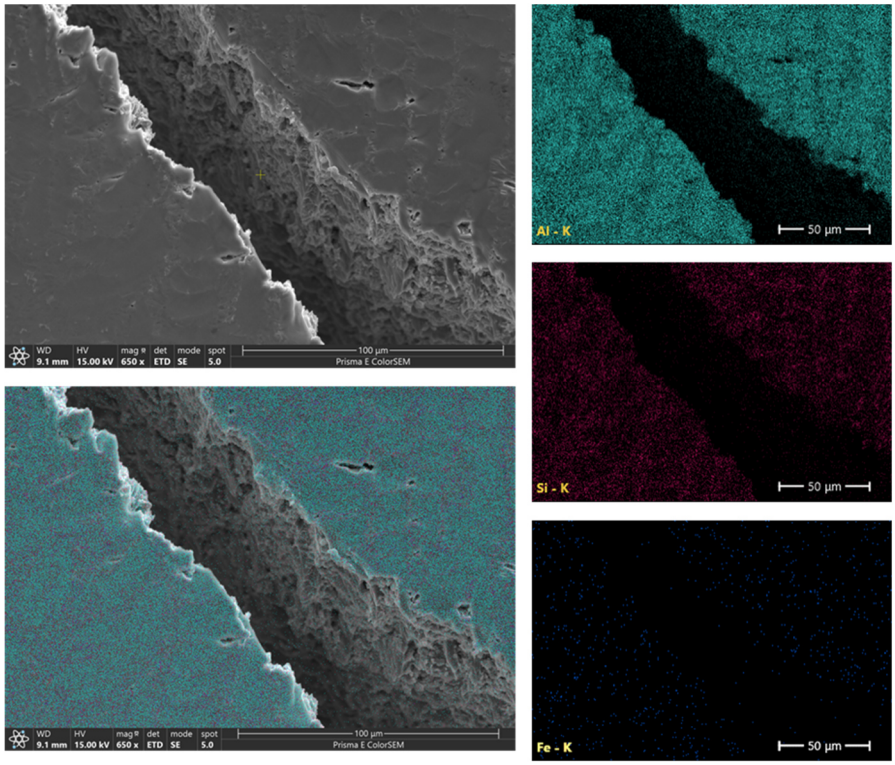


Abbildung 5.38 REM-Aufnahme der Oberfläche der AlSi10Mg-Legierung (AR) nach Bruch mit EDX-Elementanalyse (dargestellt von oben nach unten für Aluminium, Silizium und Eisen). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen unten rechts um 40 % erhöht.

Dies bestätigt sich in Abbildung 5.39 bei näherer Betrachtung der Bruchfläche. Rauheiten in der Bruchfläche bewegen sich im Bereich deutlich unterhalb von 100 µm und strukturelle Unterschiede zwischen dem Bruch in der α-Aluminiumphase und den eutektischen Ausscheidungen lassen sich nur lokal erkennen und weisen für das α-Aluminium eine homogenere und flächigere Bruchstruktur auf. Der Aluminiumanteil in der EDX-Analyse beträgt in diesem Bruchflächenausschnitt 82,6 % und der Siliziumanteil 16,1 %.

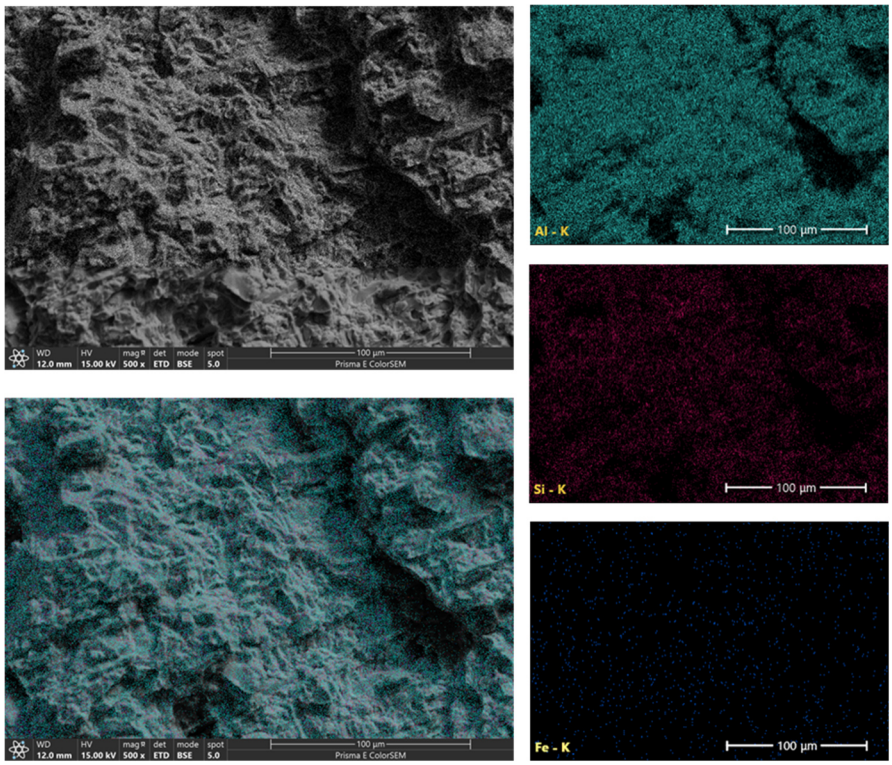


Abbildung 5.39 REM-Aufnahme der Bruchfläche der AlSi10Mg-Legierung (AR) mit EDX-Elementanalyse (dargestellt von oben nach unten für Aluminium, Silizium und Eisen). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen unten rechts um 40 % erhöht.

Die **IF-Aluminiumlegierung** zeigt die bereits aus Abbildung 5.6 bekannte, deutlich gröbere Mikrostruktur, welche sich auch im Versagensverhalten bemerkbar macht. Risse, von der Probenoberfläche aus, betrachtet, wie in Abbildung 5.40 gezeigt, finden sich in geradliniger Anordnung und in scheinbar festen Winkeln zueinander ausgerichteten Geometrien wieder. Die Bruchfläche wird an dieser Geometriegestalt abgelenkt und weist parallele Risse in den Bruchhälften und Rissverzweigungen auf. Wie die EDX-Aufnahmen zeigen, lassen sich deutlich Primärsilizium und eisenhaltige Ausscheidungen den Rissen zuordnen. Dort wo zwischen den Ausscheidungen die α-Aluminiumphase die Rissflanke bildet, lassen sich Scherbänder und plastische Deformationen beobachten, welche in die Bildebene hinein bzw. heraus Verwerfungen an der α-Aluminiumphase zurücklassen.

Die Bruchfläche des IF-Aluminiums, wie in Abbildung 5.41 gezeigt, prägen diese Beobachtung durch vorwiegend siliziumhaltige und sehr glatte Bruchflächen, die in festen geometrischen Winkeln zueinander ausgerichtet sind. Darüber hinaus lässt sich eine lokale Eisenkonzentration erkennen, die in dieser Bruchflächenanalyse ausschließlich einen Anteil von 0,4 % ausmacht. Der Siliziumanteil dominiert in diesem Bruchflächenausschnitt deutlich mit 61,9 % und übersteigt den Aluminiumanteil, der bei 36,1 % liegt.

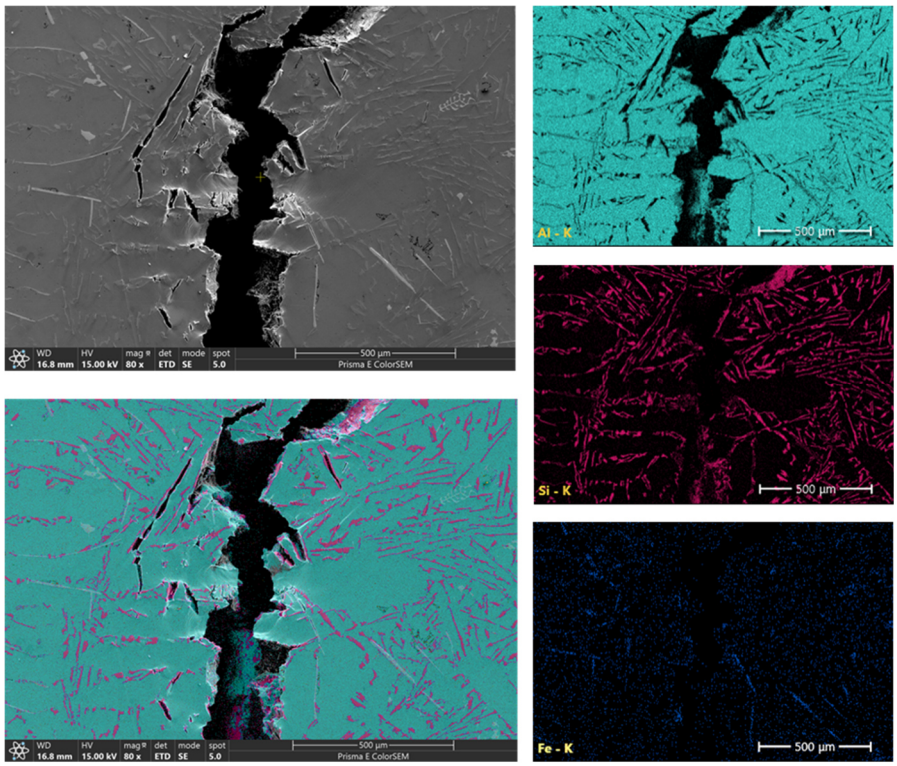


Abbildung 5.40 REM-Aufnahme der Oberfläche der AlSi10Mg-Legierung (IF) nach Bruch mit EDX-Elementanalyse (dargestellt von oben nach unten für Aluminium, Silizium und Eisen). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen unten rechts um 40 % erhöht. Aus [MA 4].

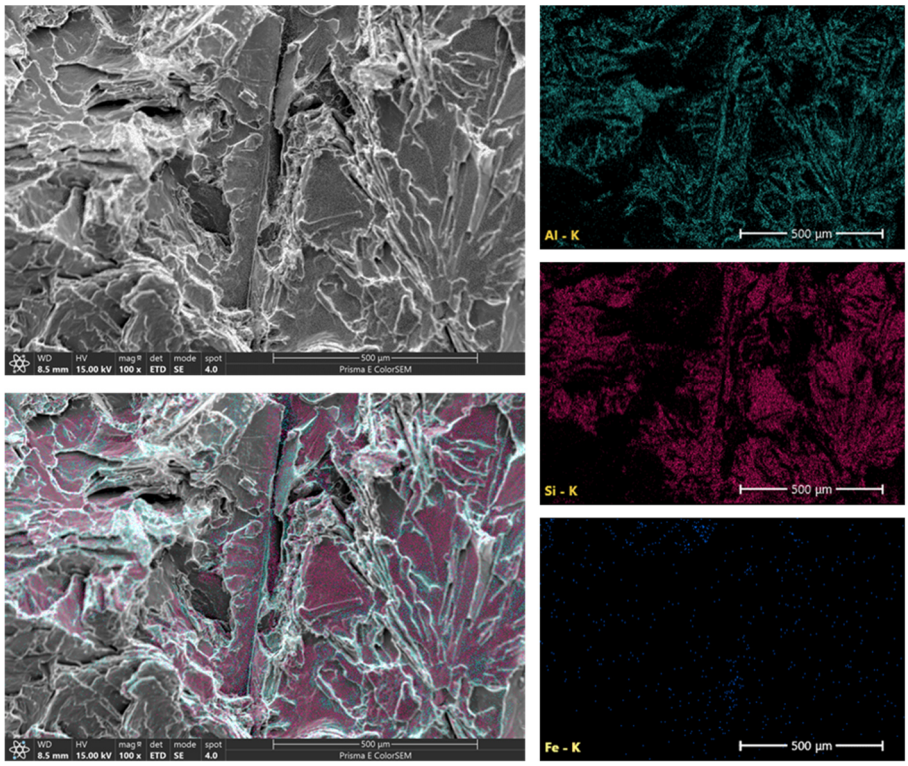


Abbildung 5.41 REM-Aufnahme der Bruchfläche der AlSi10Mg-Legierung (IF) mit EDX-Elementanalyse (dargestellt von oben nach unten für Aluminium, Silizium und Eisen). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen unten rechts um 40 % erhöht. Aus [MA 4].

Das **T6-Aluminium** zeigt ein ähnliches Bruchverhalten, wie das IF-Aluminium, welche sich in der erkennbaren Mikrostruktur sehr ähneln. Von der Oberfläche aus betrachtet wachsen

auch hier die Risse vorwiegend in den Ausscheidungen oder deren Grenzflächen zur α-Aluminiumphase (siehe Abbildung 5.42). Weitere Risse in den Bruchhälften sind ebenfalls erkennbar, jedoch in deutlich geringerer Anzahl. Und auch plastische Deformationen, wie sie im IF-Aluminium zu erkennen sind, bleiben im T6-Aluminium in deutlich geringerer Häufigkeit sichtbar. Zudem haben diese ein lokal viel begrenzteres Ausmaß.

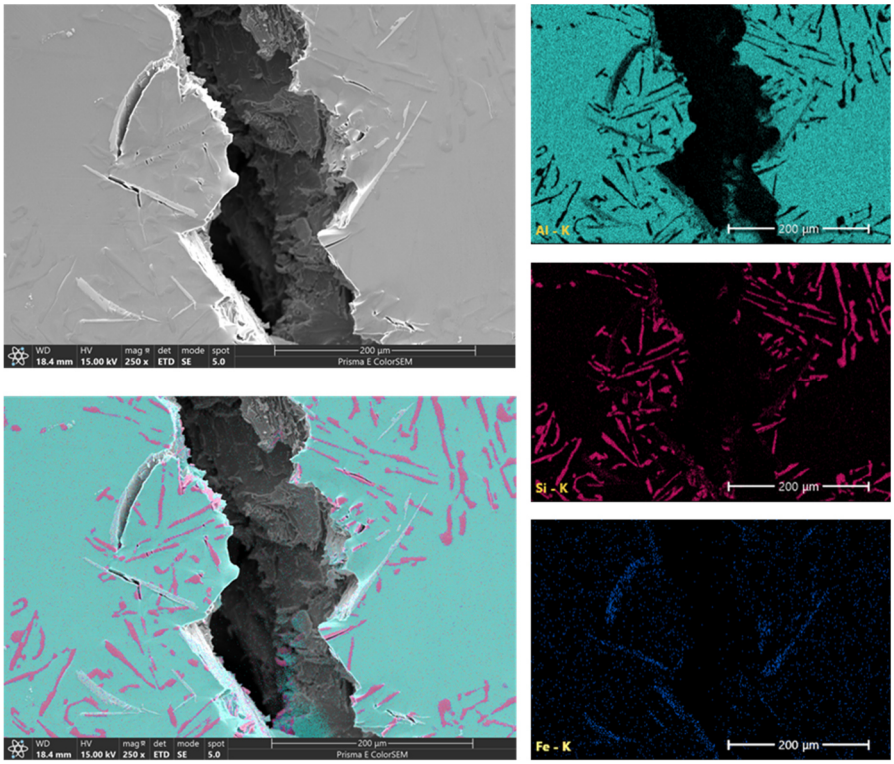


Abbildung 5.42 REM-Aufnahme der Oberfläche der AlSi10Mg-Legierung (T6) nach Bruch mit EDX-Elementanalyse (dargestellt von oben nach unten für Aluminium, Silizium und Eisen). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen unten rechts um 40 % erhöht. Aus [MA4].

Die Bruchflächen, gezeigt in Abbildung 5.43, sind ebenfalls von den Ausscheidungen dominiert. Hierbei zeigen sich lokal dominierende, eisenhaltige Ausscheidungen, welche im gesamten Bildausschnitt einen atomar gewichteten Anteil von 0,9 % annehmen. Der Anteil an Silizium und Aluminium in der Bruchfläche ist darüber hinaus vergleichbar mit der Bruchfläche der IF-Aluminiumprobe und beträgt 60,5 % für das Silizium und 37,2 % für das Aluminium.

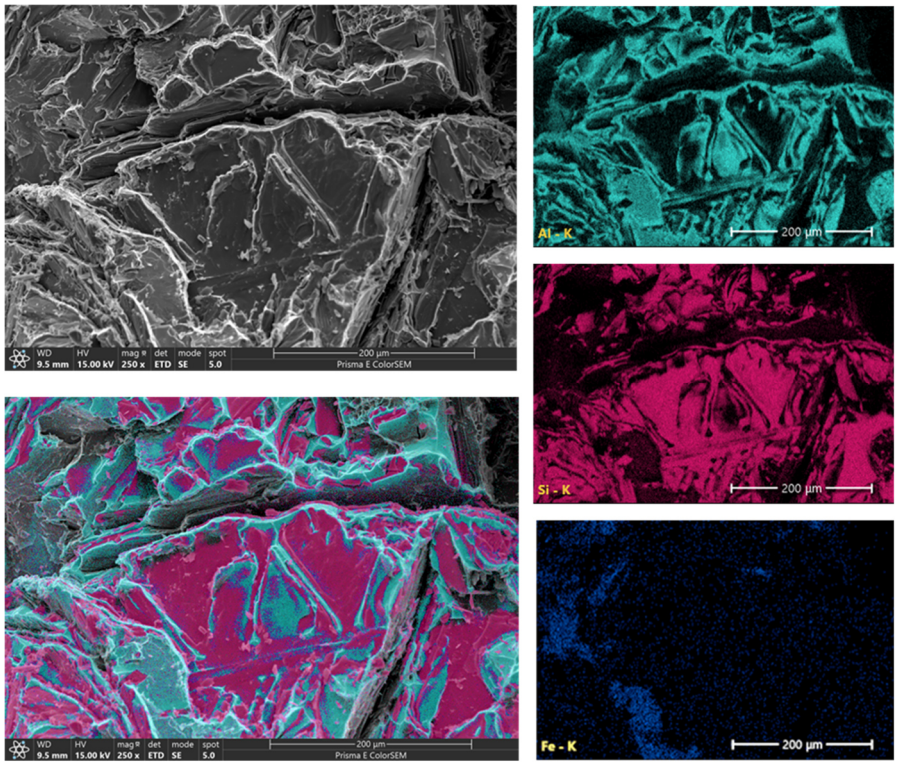


Abbildung 5.43 REM-Aufnahme der Bruchfläche der AlSi10Mg-Legierung (T6) mit EDX-Elementanalyse (dargestellt von oben nach unten für Aluminium, Silizium und Eisen). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen unten rechts um 40 % erhöht. Aus [MA 4].

Bei der Untersuchung der gebrochenen Probenoberfläche des **IF-Durchdringungsverbunds** wurden drei Hauptrissstellen identifiziert. Repräsentative Bilder sind neben der ungeschädigten Probe und dem makroskopischen Riss in Abbildung 5.44 zu sehen. Auf allen Bildern ist ein Bruch der keramischen Phase und die Ablösung der Grenzfläche zwischen Keramik und Legierung zu erkennen. Auf der Aufnahme oben links sind Rissverzweigungen und plastische Verformungen der metallischen Phase zu sehen. Das mittlere Bild links zeigt den Bruch der Probe entlang der spröden Ausscheidungen. Im unteren Bild links sind sowohl das Versagen entlang der Ausscheidungen als auch eine deutliche plastische Verformung der metallischen Phase zu erkennen. Im entsprechenden EDX-Bild (rechts oben) mit den einzelnen Elementverteilungen (rechts darunter) wird deutlich, dass der Bruch bevorzugt entlang der Ausscheidungen erfolgt und der Riss auch durch plastische Verformung der α-Aluminiumphase überbrückt wird.

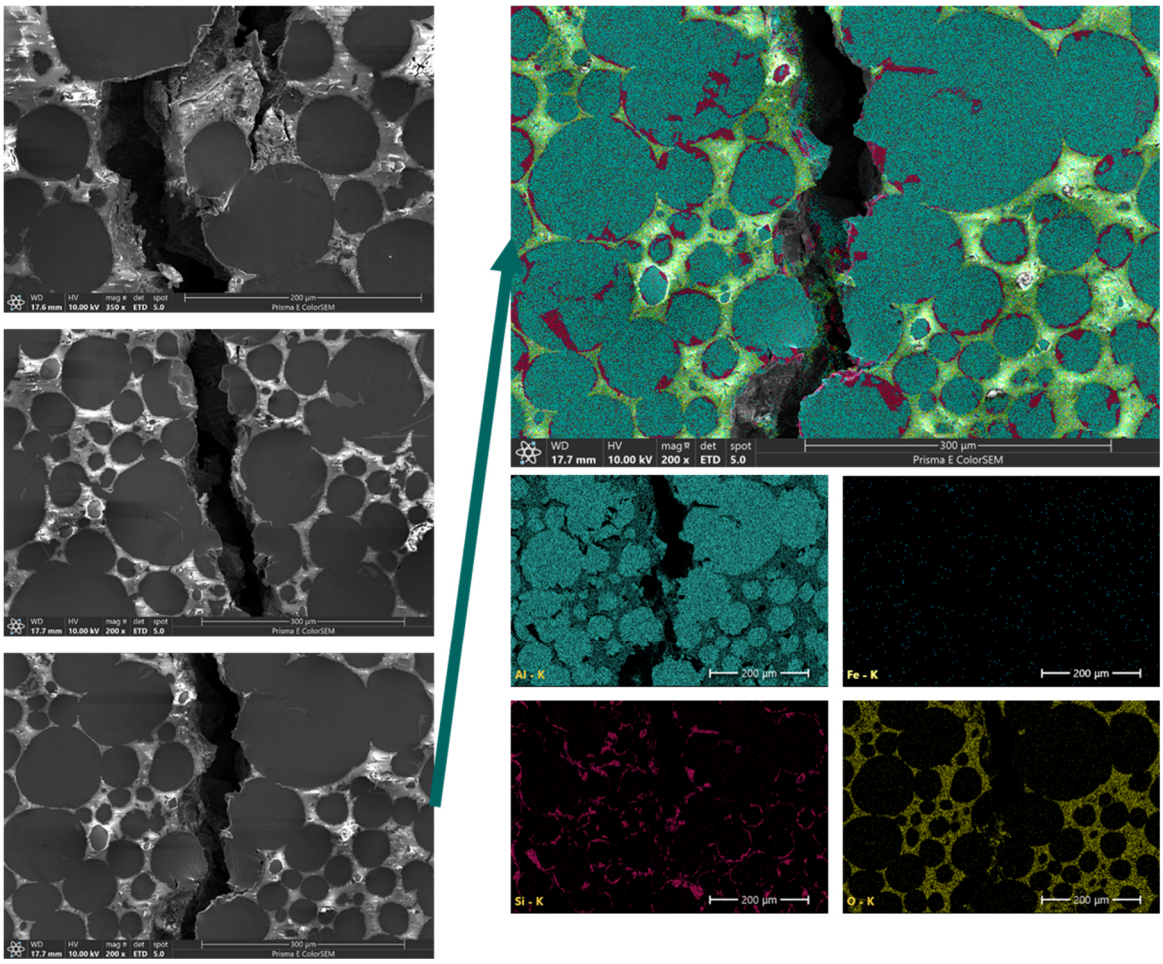


Abbildung 5.44 Ergebniszusammenstellung von REM-Aufnahmen der Oberfläche des Durchdringungsverbunds (IF) nach Bruch mit EDX-Elementanalyse (dargestellt für Aluminium, Silizium, Eisen und Sauerstoff). Links sind drei Bildausschnitte zu sehen, welche die Risscharakteristik repräsentieren. Das untere wurde zusätzlich mit EDX analysiert (siehe grüner Pfeil). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen rechts um 40 % erhöht. Teilweise aus [194].

Gemeinsam mit der Betrachtung der Bruchfläche (Abbildung 5.45) zeigt sich, dass der Riss in der Verbindung zwischen keramischen Stegen und den Ausscheidungen wächst, welche das Bild der Bruchfläche dominieren. Dazwischen wird die von der plastischen Deformation, mit Grübchen überzogene, α-Aluminiumphase sichtbar. Für den Anteil der vier dargestellten Elemente lässt sich in verschiedenen, repräsentativen Bruchflächenausschnitten jeweils ein atomarer Phasenanteil von ca. 34 – 40 % Aluminium bzw. Sauerstoff feststellen, sowie ein Anteil von ca. 20 – 27 % Silizium. Der Eisenanteil bleibt in einem niedrigen Bereich und variiert zwischen 0,2 und 0,5 %. Der rechts unten in der Abbildung 5.45 mit seinen Elementen dargestellte Ausschnitt zeigt die glatten Bruchoberflächen im Bereich der Silizium-Ausscheidungen, die gebrochene keramische Phase, eine größere eisenhaltige Ausscheidung, ebenfalls mit glatter Bruchfläche und die Grübchen auf der Oberfläche der α-Aluminiumphase.

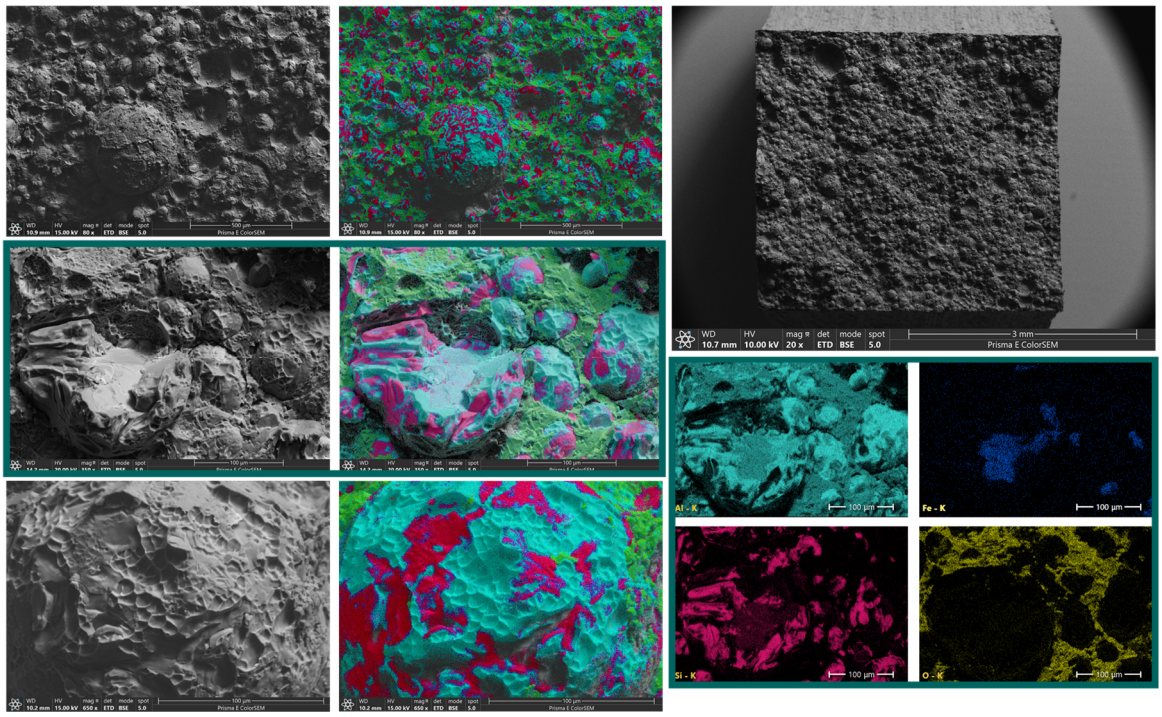


Abbildung 5.45 Ergebniszusammenstellung von REM-Aufnahmen der Bruchfläche des Durchdringungsverbunds (IF) mit EDX-Elementanalyse (dargestellt für Aluminium, Silizium, Eisen und Sauerstoff). Der mittlere Bildausschnitt wurde zusätzlich mit EDX-Elementverteilung dargestellt, rechts unten (vergleiche grüner Rahmen). Rechts oben ist eine Gesamtübersicht der Bruchfläche gegeben. Teilweise aus [194].

Die Bilder links in Abbildung 5.45 verdeutlichen in verschiedenen Vergrößerungen das Versagensverhalten: Viele der metallgefüllten Poren sind aus der Keramik herausgebrochen und auch das spröde Bruchverhalten der keramischen Phase ist zu erkennen. Der Überblick der gesamten Bruchfläche oben rechts in der Abbildung zeigt, dass der Bruch einer Mondlandschaft mit Kratern und Erhebungen in Abbildung der metallgefüllten Bereiche gleicht (in der Größenordnung oberhalb der Sphären), aber eine relativ homogene Bruchfläche aufweist.

Über das Bruchverhalten der IF-Durchdringungsverbundproben hinaus, wird in diesem Unterkapitel in einem letzten Abschnitt der **T6-Durchdringungsverbund** untersucht und die Auswirkungen der Wärmebehandlung auf den Schädigungsmechanismus unter Zug dargestellt. Die geschädigte Oberfläche in Abbildung 5.46 zeigt ein ähnliches Schädigungsverhalten, wie der IF-Durchdringungsverbund, jedoch sind hier, identisch zum Vergleich zwischen den beiden Zuständen der Aluminiumlegierung, die plastischen Bereiche eingeschränkter und tauchen oft nur in direkter Nähe zu Rissen in oder an Phasengrenzen zu Ausscheidungen innerhalb der Bruchhälften auf.

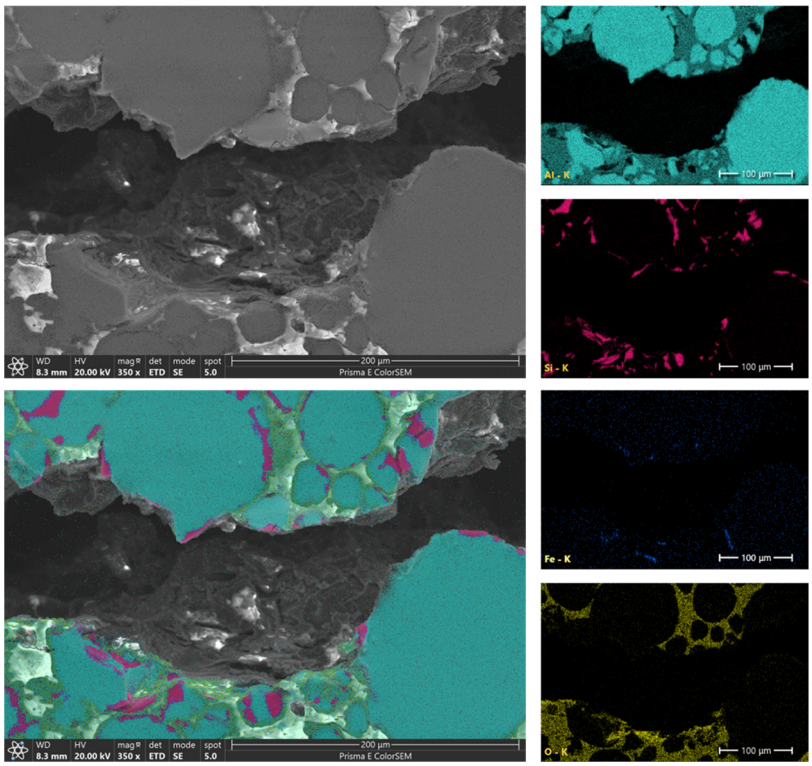


Abbildung 5.46 REM-Aufnahme der Oberfläche des Durchdringungsverbunds (T6) nach Bruch mit EDX-Elementanalyse (dargestellt von oben nach unten für Aluminium, Silizium, Eisen und Sauerstoff. Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen rechts um 40 % erhöht.

Abbildung 5.47 zeigt ebenfalls eine repräsentative Auswahl an Bruchflächenausschnitten in verschiedenen Vergrößerungen. Der mittlere Ausschnitt ist zusätzlich in seiner Elementverteilung aufgeschlüsselt. Die glatten Bruchflächen werden in der gesamten metallischen Phase deutlich. Diese bestehen vorwiegend aus Siliziumausscheidungen oder eisenhaltigen intermetallischen Phasen. Das α-Aluminium ist deutlich weniger von Grübchen in der Bruchfläche gekennzeichnet. In der keramischen Phase lässt sich sowohl das Brechen dieser als auch die Grenzflächenablösung von der metallischen Phase erkennen. Die Phasenanteile in den jeweiligen Ausschnitten schwanken entsprechend der Vergrößerung und des anteiligen Verhältnisses und liegen im Bereich $35-42$ % für den atomaren Anteil an Sauerstoff, $36-39$ % für Aluminium und $20-24$ % für Silizium. Im Vergleich zum IF-Durchdringungsverbund ist der Siliziumanteil etwas geringer, wohingegen der Aluminium- und Sauerstoffanteil etwas höher ist. Die makroskopische Übersicht der Bruchfläche zeigt für die T6-Durchdringungsverbundprobe eine vergleichbare Charakteristik zum IF-Zustand, ohne nennenswerte bzw. markante Unterschiede.

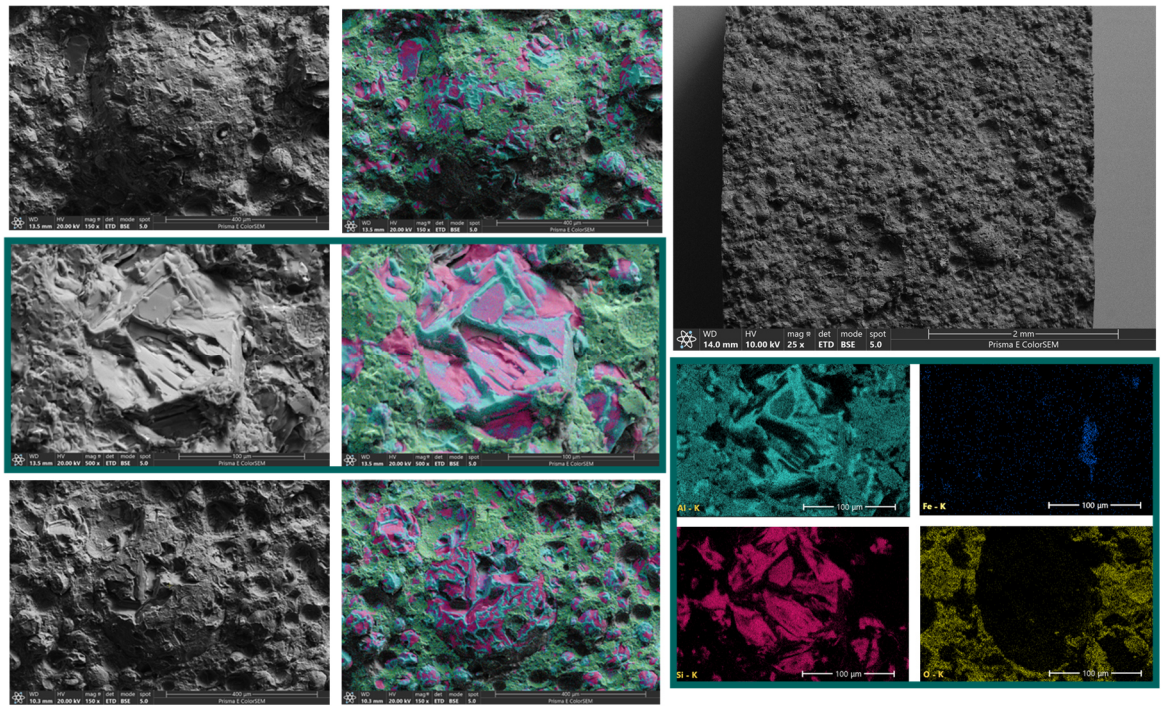


Abbildung 5.47 Ergebniszusammenstellung von REM-Aufnahmen der Bruchfläche des Durchdringungsverbunds (T6) mit EDX-Elementanalyse (dargestellt für Aluminium, Silizium, Eisen und Sauerstoff). Der mittlere Bildausschnitt wurde zusätzlich mit EDX-Elementverteilung dargestellt, rechts unten (vergleiche grüner Rahmen). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen um 40 % erhöht. Rechts oben ist eine Gesamtübersicht der Bruchfläche gegeben. Teilweise aus [MA4].

5.4.2 Zyklische Schädigung unter Zug und Druck

Die Ergebnisse der zyklischen Versuche unter Druck sind in Abbildung 5.48 dargestellt. Hierin ist das Spannungs-Dehnungs-Diagramm mit den Zyklen bei den unterschiedlichen Laststufen zu sehen, aus deren Be- und Entlastungskurven der E-Modul bestimmt und in Abbildung 5.49 für die Zyklen einer Stufe jeweils gemittelt wurde. Aus oben beschriebenen Gründen wurde in Ausnahme für diese Prüfung nicht die Stauchung aus der DIC, sondern aus der Querhauptverschiebung der Universalprüfmaschine verwendet.

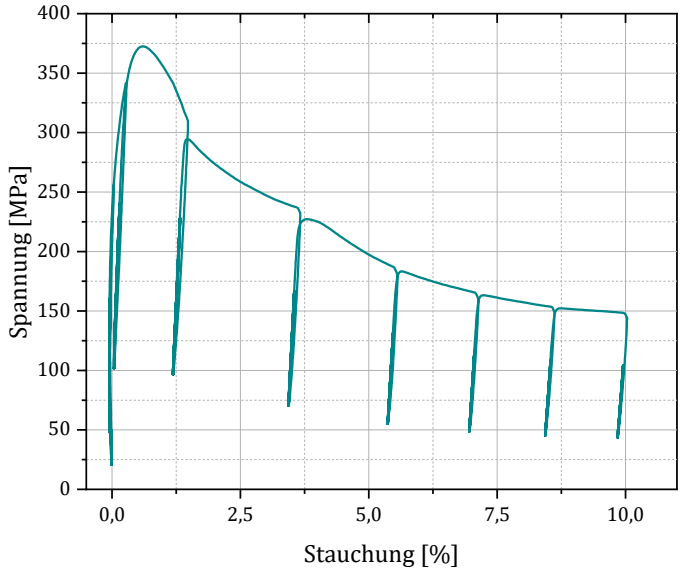


Abbildung 5.48 Spannungs-Stauchungsdiagramm der zyklischen Schädigungsuntersuchung am Durchdringungsverbund.

Die Standardabweichung des E-Moduls der Zyklen ist ebenfalls für alle Be- und Entlastungskurven an der entsprechenden Dehnung gemessen. Analog zur Bestimmung der elastischen Eigenschaften (vergleiche Kapitel 5.2.3.2), wird deutlich, dass die Bestimmung des E-Moduls bei kleinen Verformungen mit der Auswertemethode der DIC für die technische Dehnung sehr schwierig ist, da die Verformungen sehr gering sind und im Bereich der Auflösungsgenauigkeit des Systems liegen. Bei der E-Modul Auswertung in Abbildung 5.49 wurde deshalb auf die ersten Laststufen verzichtet. Hier ist ein kontinuierlicher Abfall des E-Moduls für steigende Dehnungen festzustellen. Der Abfall beginnt bereits vor dem Erreichen des Spannungsmaximums in der Spannungs-Dehnungs-Kurve bei ca. 0,5 % technischer Dehnung. Nach Überschreiten des Spannungsmaximums in der Spannungs-Dehnungs-Kurve flacht der E-Modul-Abfall ab und erreicht bei Dehnungen von ca. 10 % Werte unter 60 GPa.

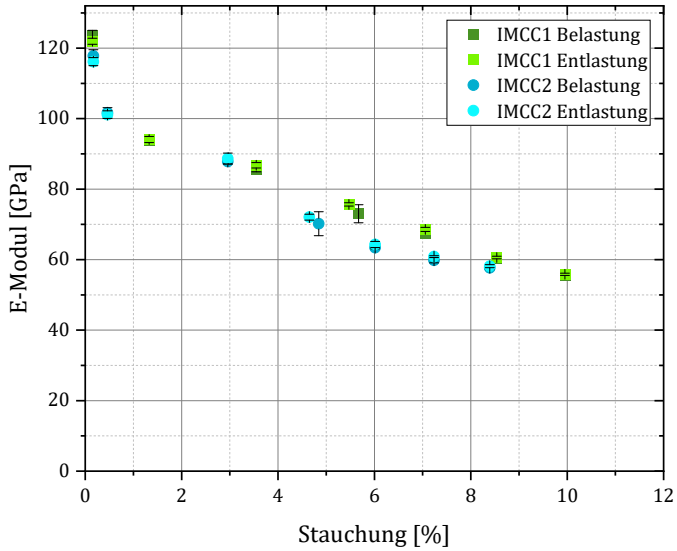


Abbildung 5.49 Entwicklung des zyklischen Be- und Entlastungsmoduls für den Durchdringungsverbund über der Stauchung, welcher mit steigender Laststufe abnimmt. Die Belastungsmoduln sind dabei in dunklen Farben dargestellt, die Entlastungsmoduln in hellen Farben, jeweils mit Standardabweichung.

Für die zyklische Schädigung an Flachzugproben zeigt Abbildung 5.50 den Spannungs-Dehungs-Verlauf einer der getesteten Proben. Die erreichte Maximalspannung bis zum Bruch liegt unter der quasistatischer Zugversuche.

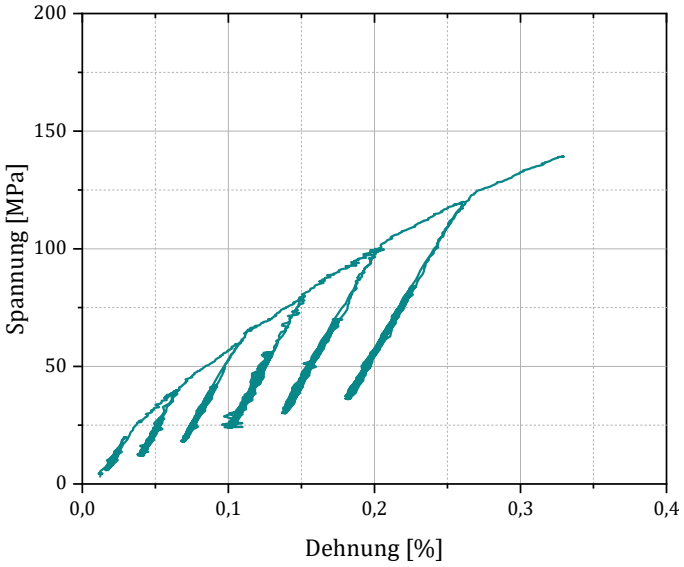


Abbildung 5.50 Spannungs-Dehnungsdiagramm der zyklischen Schädigungsuntersuchung am Durchdringungsverbund.

Die Auswertung des E-Moduls an den Be- und Entlastungskurven wurde analog zu den Druckversuchen mit der technischen Dehnung aus der DIC-Auswertung berechnet (siehe Abbildung 5.51). Da die Festigkeit unter Zug stärker streute, wurden mehr Proben verwendet als unter Druck, um den gesamten dargestellten Dehnungsbereich vollständig abzudecken. Hier zeichnet sich zuerst ein Anstieg des E-Moduls ab, bevor die Werte ein Plateau mit über 100 GPa erreichen. Auffällig ist zudem, dass für die ersten Zyklen eine hohe Standardabweichung bei der E-Modulbestimmung vorliegt, welche sich mit zunehmender Dehnung deutlich verringert. Insgesamt bleibt die Standardabweichung innerhalb der Zyklen einer Stufe und derselben Probe jedoch größer als bei den zyklischen Druckversuchen.

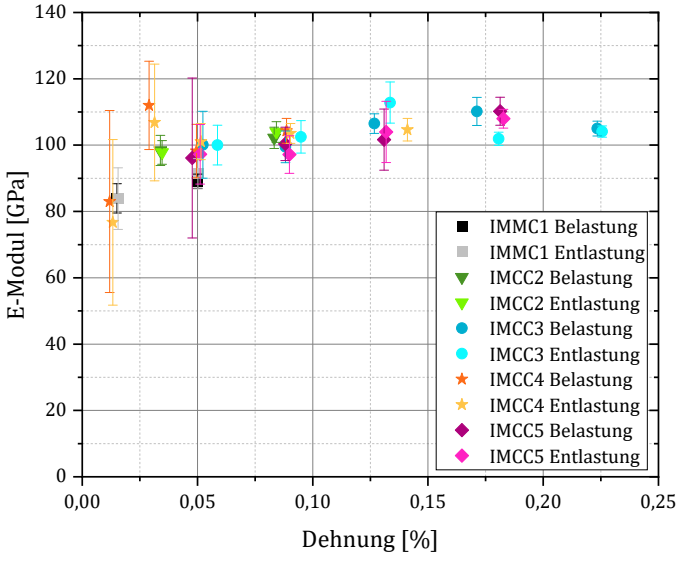


Abbildung 5.51 Entwicklung des zyklischen Be- und Entlastungsmoduls für den Durchdringungsverbund über der Dehnung. Die Belastungsmoduln sind dabei in dunklen Farben dargestellt, die Entlastungsmoduln in hellen Farben. Jeweils mit Standardabweichung.

5.4.3 Thermische Schädigung

Abbildung 5.52 zeigt oben ein repräsentatives REM-Bild mit hervorgehobenen Bereichen, welche für die Untersuchung von Interesse sind und deren lokale Vergrößerung unten für

verschiedene Temperaturstufen während des ersten in-situ-Heizzyklus dargestellt sind. Wie der grüne Pfeil in der oberen Reihe der vergrößerten Ausschnitte verdeutlicht, ist dort eine Vorschädigung innerhalb einer metallischen Ausscheidung vorhanden. Mit zunehmender Temperatur scheint der Riss zu verschwinden, da die Bruchhälften zusammengedrückt werden. Bei Temperaturen über 400 °C findet eine starke plastische Verformung statt, welche die Bruchflächen ineinander drückt. Die untere Reihe der vergrößerten Ausschnitte zeigt einen größeren metallischen Bereich, in dem sich an der Grenzfläche zwischen einer metallischen Ausscheidung und dem α-Aluminium bei 350 °C Risse bilden, die bei höheren Temperaturen zunehmend in das α-Aluminium hineinwachsen (vergleiche gelber Pfeil bei 400 °C in der unteren Reihe der Abbildung 5.52). [138]

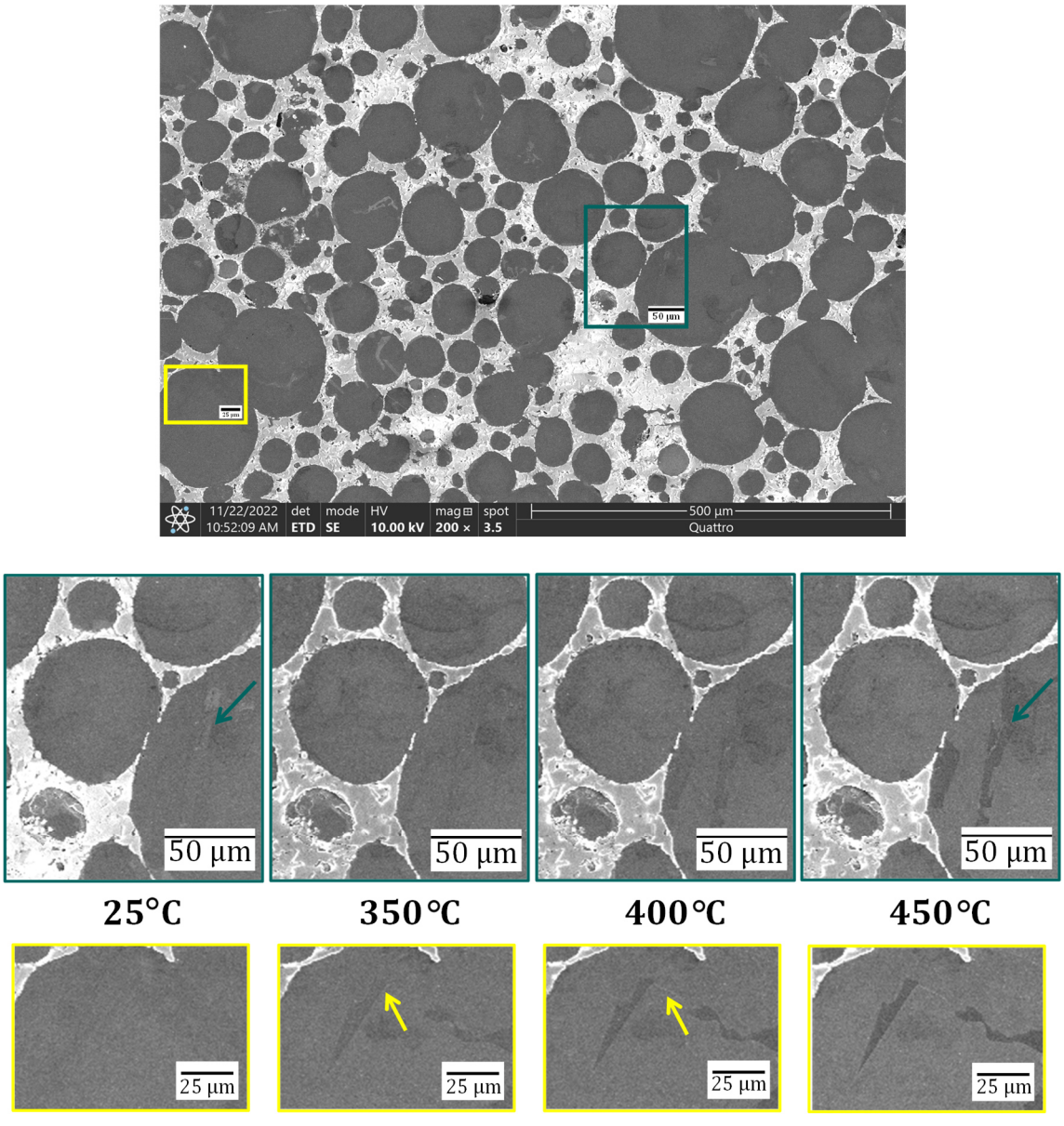


Abbildung 5.52 Ausgewählte Ergebnisse der thermischen in-situ-REM-Untersuchungen während des ersten Aufheizzyklus. Pfeile markieren die auftretenden Phänomene. Entnommen aus [138].

Um einen detaillierten Fokus auf die Phänomene, inklusive Schädigung, während des Aufheizens und Abkühlens im Inneren des Durchdringungsverbunds zu legen, wurden Dilatometermessungen zusätzlich mit unterschiedlicher Maximaltemperatur durchgeführt,

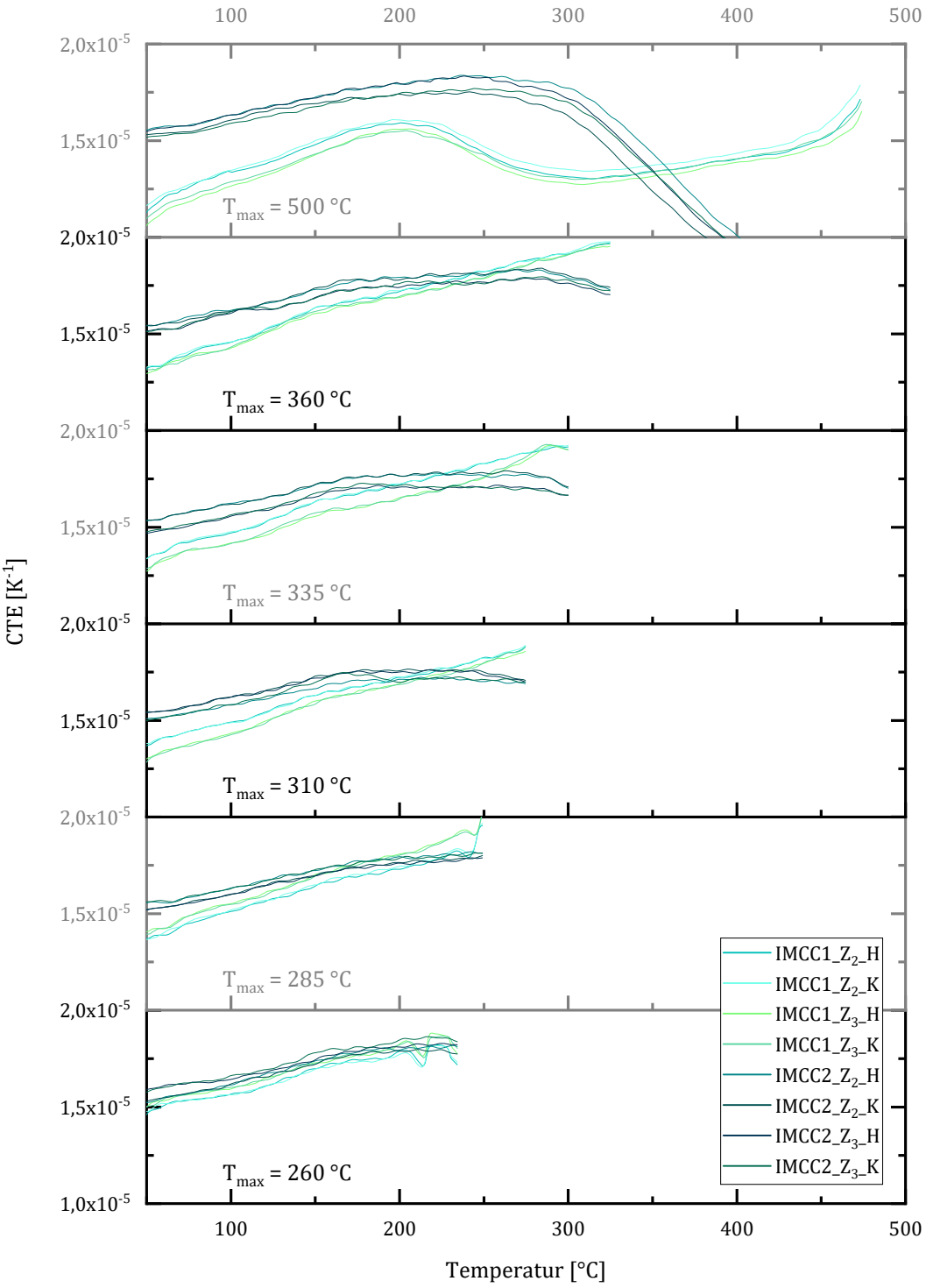


Abbildung 5.53 Überblick über zwei Durchdringungsverbundproben (IMCC1 und IMCC2), welche bei steigender Temperatur thermischem Zyklieren ausgesetzt wurden. Aufgezeichnet sind für jede Maximaltemperatur die Zyklen 2 und 3 (Z_2 und Z_3) für Heizen (H) und Kühlen (K). Bereiche nicht konstanter Heiz- und Kühlraten (vergleiche Abbildung 4.13 b)) wurden in der Darstellung nicht in die Kurve gezeichnet. Aus [137].

wie in Abbildung 5.53 dargestellt. Die Ergebnisse dieses Abschnittes wurden bereits in Schukraft et al. [137] veröffentlicht und sind, zusammen mit der dazugehörigen Diskussion, daraus entnommen. Die Proben wurden einmal im Ofen auf 500 °C aufgeheizt und wieder abgekühlt, um den Peak im Aufheizzyklus bei 250 °C (vergleiche Abbildung 5.25 in Kapitel 5.3.3) abzubauen. Wie in Abbildung 5.53 zu sehen ist, stimmen Heiz- und Kühlkurven bei

niedrigen Maximaltemperaturen gut überein. Mit zunehmender Höchsttemperatur beginnen sie sich jedoch zu unterscheiden. Bei einer Maximaltemperatur größer 310 °C schneidet die Heizkurve die Kühlkurve bei hohen Temperaturen. Das Phänomen wird bei höheren Maximaltemperaturen immer stärker ausgeprägt und die Abkühlkurve beginnt ihren Verlauf zu ändern, wie zwischen der Abkühlkurve bei den Maximaltemperaturen 360 und 500 °C deutlich zu sehen ist.

Zusätzlich zu den ersten beiden Zyklen (vergleiche in Kapitel 5.3.3) wurden die Dilatometrieexperimente für bis zu 50 weitere Zyklen zu einer Maximaltemperatur von 500 °C fortgesetzt. Die Heiz- und Kühlzyklen für jeden zweiten Zyklus bis Zyklus 9 mit dem Mittelwert und der Standardabweichung sind in Abbildung 5.54 a) und b) und für die Gesamtübersicht bis zum 50. Zyklus in größeren Schritten und ohne Standardabweichung in Abbildung 5.54 c) und d) dargestellt. Wie die Diagramme zeigen, liegen die Heizkurven für die ersten neun Zyklen im Bereich bis 250 °C sehr nahe beieinander (mit Ausnahme des ersten Zyklus mit seinem bereits beschriebenen Peak bei 250 °C) und haben für die weiteren Zyklen bis 50 eine größer werdende Verteilung.

Bei Temperaturen über 300 °C setzen die Kurven ihren linearen CTE-Anstieg zu höheren Temperaturen mit zunehmender Zykluszahl weiter fort und fallen weniger steil ab. Während der zweite Zyklus seinen Abfall bei etwa 300 °C hat und auf $7{,}3 \cdot 10^{-6}\,\frac{1}{\mathrm{K}}$ abfällt, hat der neunte Zyklus seinen Abfall bei etwa 325 °C und erreicht nur noch Werte von $1{,}3 \cdot 10^{-5}\,\frac{1}{\mathrm{K}}$. Die Standardabweichung sinkt für alle betrachteten Zyklen von durchschnittlich $3{,}88 \cdot 10^{-7}\,\frac{1}{\mathrm{K}}$ auf durchschnittlich $1{,}87 \cdot 10^{-7}\,\frac{1}{\mathrm{K}}$. Der weitere Zyklenverlauf ändert den Knickpunkt kaum zu höheren Temperaturen und bleibt im Temperaturbereich um 325 °C, wobei der CTE in diesem Bereich bis zum 30. Zyklus weiter steigt und sich dann für die weiteren Zyklen konstant verhält. Auch der Temperaturbereich oberhalb von 350 °C tendiert zu höheren CTEs bei steigenden Zykluszahlen und erreicht ein nahezu konstantes Verhalten ab 30 Zyklen. Für den Temperaturbereich oberhalb 400 °C läuft der CTE erst ab 40 Zyklen in ein konstantes Verhalten.

Die Kühlzyklen zeigen ein ähnliches Verhalten und im Temperaturbereich zwischen 300 °C und 500 °C ist ein steigender CTE mit zunehmender Zykluszahl zu beobachten. Auch das lokale Maximum bei ca. 200 °C in der Abkühlkurve für zunehmende Zyklen ist ab dem 20. Zyklus fast nicht mehr ausgeprägt und wandelt sich mehr zu einem Sattelpunkt, da sich der CTE unterhalb von 200 °C im Vergleich zum CTE oberhalb von 300 °C geringfügiger ändert (vergleiche Abbildung 5.54 b) und d)).

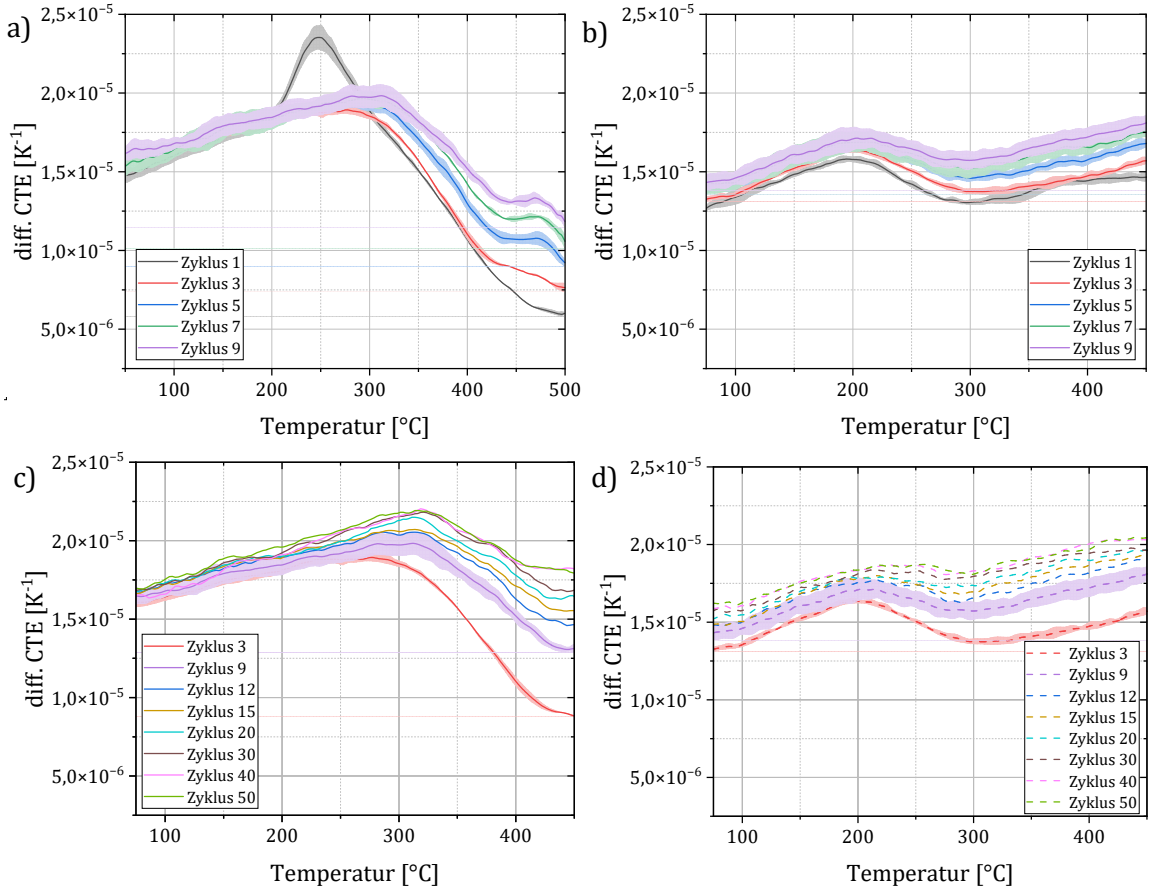


Abbildung 5.54 a) bis d). Durchschnittliche CTE-Heizkurven (a) und c)) und Kühlkurven (b) und d)) am Durchdringungsverbund. a) und b) in der Darstellung bis Zyklus 9 mit Standardabweichung (fünf Proben), c) und d) in der Darstellung ausgewählter Zyklen bis 50. a) und b) entnommen aus [138].

Neben dem CTE für die zyklischen Messungen wird die thermische Dehnung zwischen den Dilatometrieexperimenten und der DIC-Auswertung der REM-Bilder verglichen. In Tabelle 5.15 werden die Werte für die ersten vier Zyklen der Dilatometerexperimente und die vier gemessenen Zyklen der in-situ-REM-Auswertung verglichen.

Tabelle 5.15 Maximale thermische Dehnung für die Zyklen 1 - 4 bei 500 °C gemessen mit in-situ-REM DIC und dem Dilatometer (an drei verschiedenen Proben). Aus [138].

Zyklus	In-situ-REM DIC [%]	Dilatometer [%]	
1	0,58	0,72	± 0,014
2	0,582	0,71	± 0,013
3	0,608	0,72	± 0,012
4	0,628	0,73	± 0,006

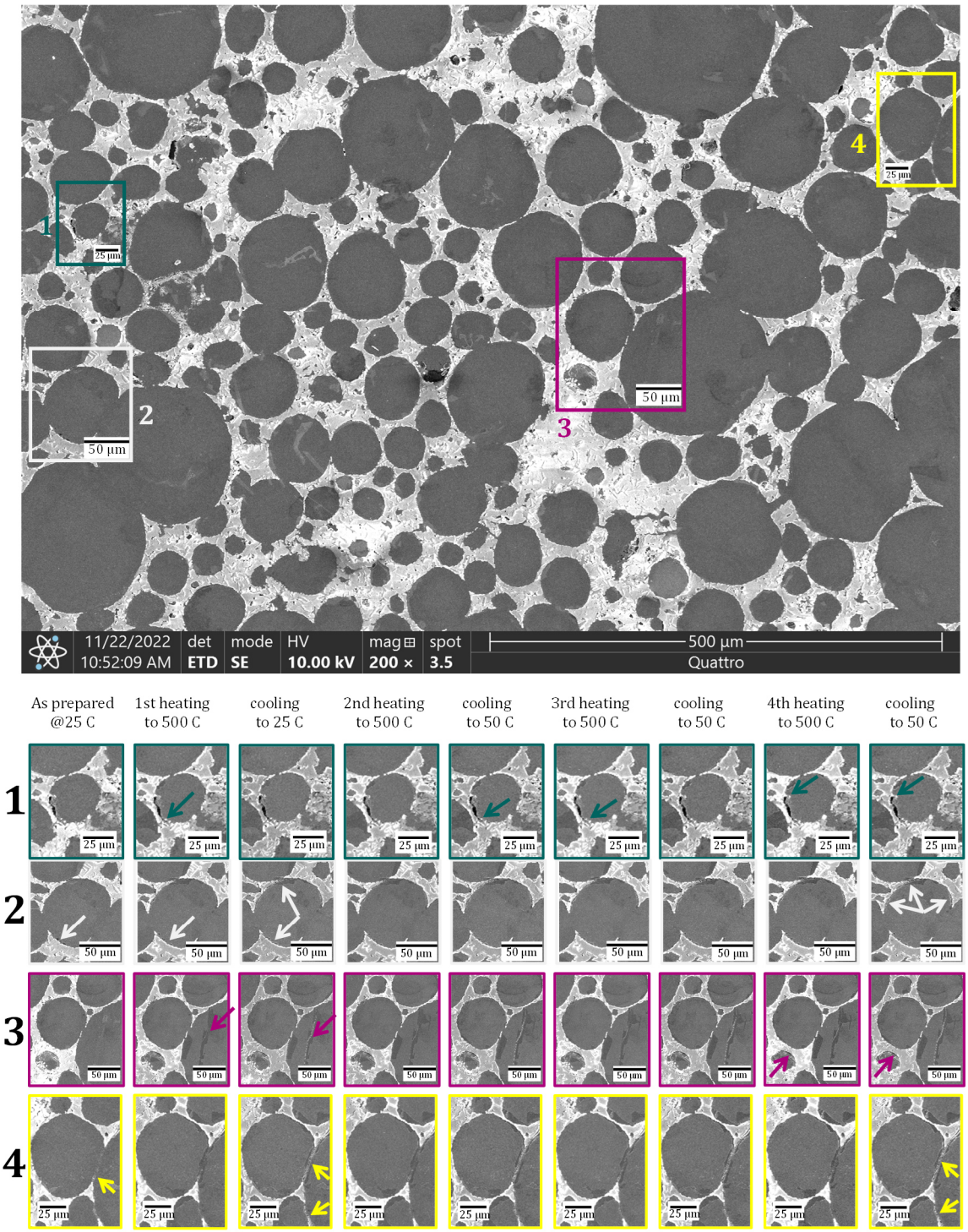


Abbildung 5.55 Ausgewählte Ergebnisse der thermischen in-situ-REM-Untersuchungen während der ersten vier Zyklen. Die vergrößerten Ausschnitte im unteren Teil sind zeilenweise durchnummeriert und dabei dem Übersichtsbild oben mit der entsprechenden Nummer und Rahmenfarbe zugeordnet. Relevante Veränderungen sind mit Pfeilen markiert und werden im dazugehörigen Text ausführlicher beschrieben. Entnommen aus [138].

Auch der Einfluss auf die Mikrostruktur wird mit in-situ-REM-Experimenten während den thermischen Zyklen untersucht und ist in Abbildung 5.55 dargestellt. Die Veränderungen nach dem ersten Zyklus stehen in dieser Abbildung im Mittelpunkt, aber auch signifikante Veränderungen während des ersten Zyklus, die sich auf die folgenden Zyklen auswirken, werden in der Abbildung hervorgehoben und im Folgenden beschrieben. Im Bildausschnitt 1 in Abbildung 5.55 (erste Zeile) ist der Einfluss der Grenzflächenporosität dargestellt. Die

herstellungsbedingte Pore zeigt eine zusätzliche Ablösung der Grenzfläche während des ersten Heizzyklus, wie durch den Pfeil in der zweiten Spalte hervorgehoben ist. Bei weiteren thermischen Zyklen scheint sich der abgelöste Bereich zu stabilisieren und die Pore wächst beim Erhitzen nicht mehr, sondern verengt sich (vergleiche Pfeile in der ersten Reihe, Spalte 5 und 6 in Abbildung 5.55). Beim Abkühlen vergrößert sich die Pore im weiteren Verlauf des Zyklus (vergleiche z. B. die Pfeile in der ersten Zeile, Spalte 8 und 9 in Abbildung 5.55). Im Bildausschnitt 2 zeigt die zweite Reihe die Entwicklung der Grenzflächenablösung und deren Einfluss auf die intrametallische Porosität. In der ersten Spalte hebt der Pfeil die intrametallische Porosität hervor, die unter steigender Temperatur im ersten Zyklus (zweite Spalte) stark schrumpft und im ersten Abkühlschritt zugunsten der Grenzflächenablösung nicht mehr zunimmt, welche sich im oberen Bereich bildet (vergleiche Pfeil in Spalte 3). Die Grenzflächenablösung vergrößert sich über die vier thermischen Zyklen weiter und nimmt schließlich einen großen Teil der ursprünglichen Grenzfläche ein, wie in der letzten Spalte durch Pfeile hervorgehoben. Bildausschnitt 3, der mit dem Bildausschnitt in Abbildung 5.52 in der oberen Reihe der vergrößerten Ausschnitte identisch ist, stellt den Einfluss der thermischen Zyklen auf die Vorschädigung in der metallischen Ausscheidung dar und zeigt den Rissverschluss bei hohen Temperaturen (Spalte 2, 4, 6 und 8) und die zunehmende Rissöffnung beim Abkühlen (vergleiche Spalte 3, 5, 7 und 9). Außerdem ist in diesem Ausschnitt eine weitere, allerdings sehr kleine Grenzflächenablösung zu beobachten, die sich bei hohen Temperaturen schließt und beim Abkühlen öffnet (analog zu Bildausschnitt 1 in der ersten Reihe). In Bildausschnitt 4 wird der Einfluss von Temperaturwechseln auf Vorschädigungen in Ausscheidungen und dem α-Aluminium an der Verbindungsstelle von zwei metallgefüllten Bereichen dargestellt. Es ist eine Zunahme der Risslänge sowie eine zusätzliche Ablösung an benachbarten Grenzflächen zwischen α-Aluminium und metallischen Ausscheidungen zu beobachten.

Tabelle 5.16 Elastische Eigenschaften des Durchdringungsverbunds vor und nach dem Abschrecken, gemessen mit RFDA bei Raumtemperatur. Vor dem Abschrecken (-1) und nach dem Abschrecken (-2). Aus Schukraft et al. [137].

Probe	Biege-frequenz [Hz]	Torsions-frequenz [Hz]	E-Modul [GPa]	G-Modul [GPa]	Querkontraktionszahl [-]
IMCC-Luft-1	7379	25008	111,6 ± 6,0	43,7 ± 0,9	0,277
IMCC-Luft-2	7340	24875	110,4 ± 6,0	43,3 ± 0,9	0,275
Differenz	39	133	1,2	0,4	
IMCC-Öl-1	7348	24898	110,6 ± 6,0	43,3 ± 0,9	0,277
IMCC-Öl-2	7298	24748	109,1 ± 6,0	42,8 ± 0,9	0,275
Differenz	50	150	1,5	0,5	

Neben der Untersuchung der thermischen Schädigung während des (zyklischen) thermischen Heizens der Probe, wurden auch Abschreckversuche an Durchdringungsverbundproben durchgeführt, welche nach moderatem Aufheizen, analog zu den anderen thermischen Experimenten, bei $5\frac{\mathrm{K}}{\mathrm{min}}$ an Luft und in einem Wärmeträgeröl stattgefunden haben. Die Ergebnisse der Abschreckversuche sind in Tabelle 5.16 dargestellt.

Die elastischen Eigenschaften vor (Probenendung „-1“) und nach (Probenendung „-2“) dem Abschrecken sind entsprechend in der Tabelle aufgelistet. Das Abschrecken an Luft ergab eine leichte Verringerung des durchschnittlichen Elastizitätsmoduls um 1,2 GPa und des durchschnittlichen Schubmoduls um 0,4 GPa. Die Abschreckversuche in Wärmeträgeröl

zeigen eine ähnliche Verringerung des Elastizitätsmoduls um 1,5 GPa und des Schubmoduls um 0,5 GPa.

5.4.4 Thermo-mechanische Schädigung

Die Ergebnisse der thermo-mechanischen Schädigung für unterschiedliche Lastfälle sowie deren mikrostrukturelle Untersuchung auf die Rissentstehung und die Bruchflächenanalyse, sind im Nachfolgenden dargestellt.

Im Temperaturbereich 50 … 200 °C zeigt der Durchdringungsverbund Hysteresen im Spannungsbereich von ca. −210 bis ca. 35 MPa und mechanische Dehnungen von −0,167 bis 0,01 % (vergleiche Abbildung 5.56).

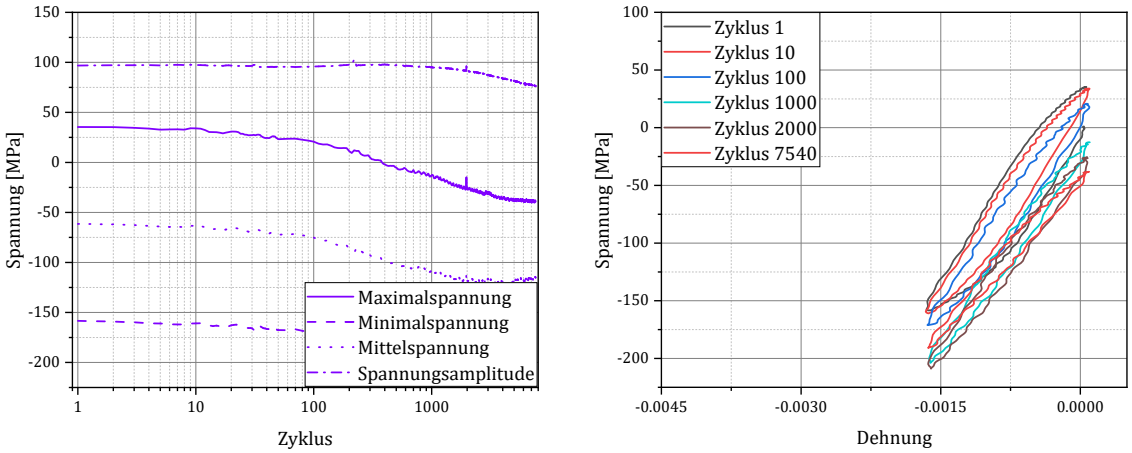


Abbildung 5.56 TMF-Kenndaten für IMCC-200. Links Spannungsverlauf über Zyklen, rechts ausgewählte Hysteresen im Spannungs-Dehnungsdiagramm.

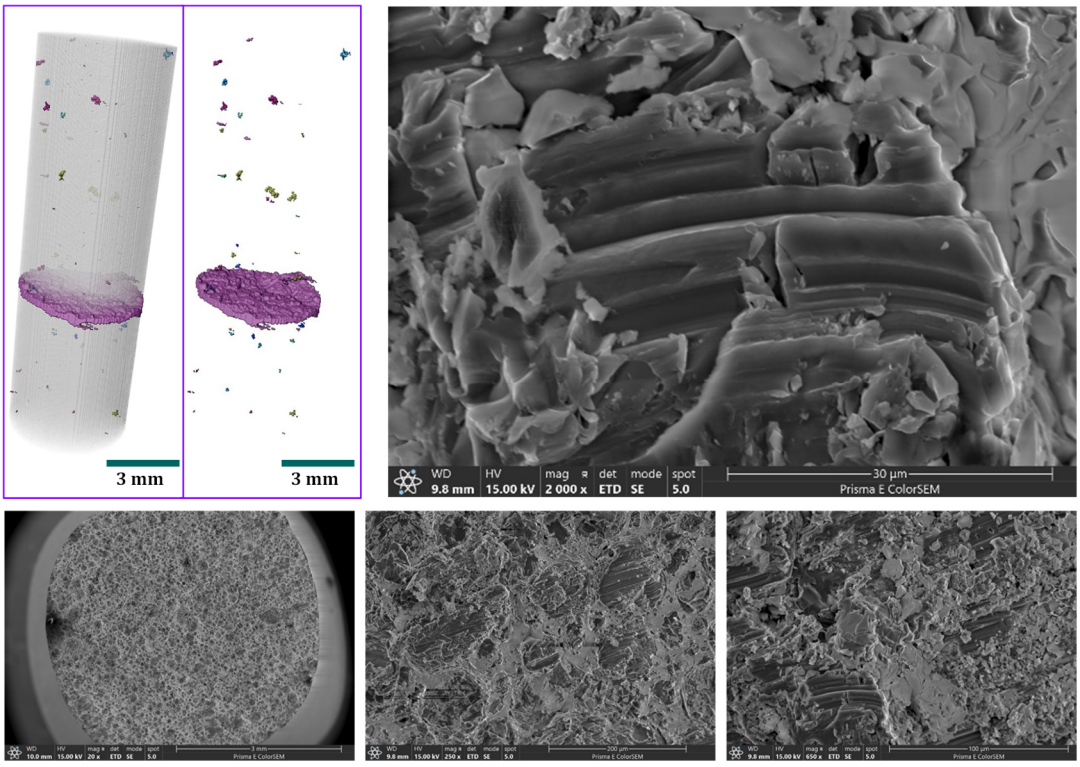


Abbildung 5.57 Mikrostrukturelle Charakterisierung der Probe IMCC-200 nach Bruch. Links oben 3D-Auswertung der CT-Daten mit der Analyse von gebildeten Rissen mit und ohne Probenumriss. Unten REM-Aufnahmen der Bruchfläche in unterschiedlichen Vergrößerungen. Rechts oben ein hervorgehobener Ausschnitt mit Schwingstreifen in der metallischen Phase.

Die Hysteresen verschmälern sich innerhalb der ersten 10 Zyklen und beginnen dann in den Druckbereich zu wandern, was an einem Absinken der Maximal-, Mittel- und Minimalspannung beobachtet werden kann, wobei die Spannungsamplitude auf einem konstanten Niveau von knapp 100 MPa erhalten bleibt. Ab ca. 400 Zyklen beginnt die Spannungsamplitude in der logarithmischen Darstellung merklich abzunehmen, während die Maximalspannung vom Zug- in den Druckbereich rutscht und die Mittel- und Minimalspannung weiter zu höheren Druckspannungen absinken. Oberhalb von 3.000 Zyklen beginnt die Mittelspannung wieder anzusteigen. Während die Maximalspannung nahezu erhalten bleibt, wird die Minimalspannung betragsmäßig kleiner, was mit einem weiteren Abfall der Spannungsamplitude einhergeht. Außerdem verkippt dadurch die Hysteresekurve hin zur Abszisse und wird zunehmend flacher.

Die CT-Aufnahmen der geschädigten Probe, dargestellt in Abbildung 5.57, zeigt neben den Bruchflächenaufnahmen mittels REM das dreidimensionale Ausmaß der Schädigung in der Probe im Prüfbereich. Es hat sich ein Riss senkrecht zur Kraftrichtung gebildet und darüber hinaus sind nur vereinzelte, sehr lokal beschränkte Anrisse in der Probe zu sehen.

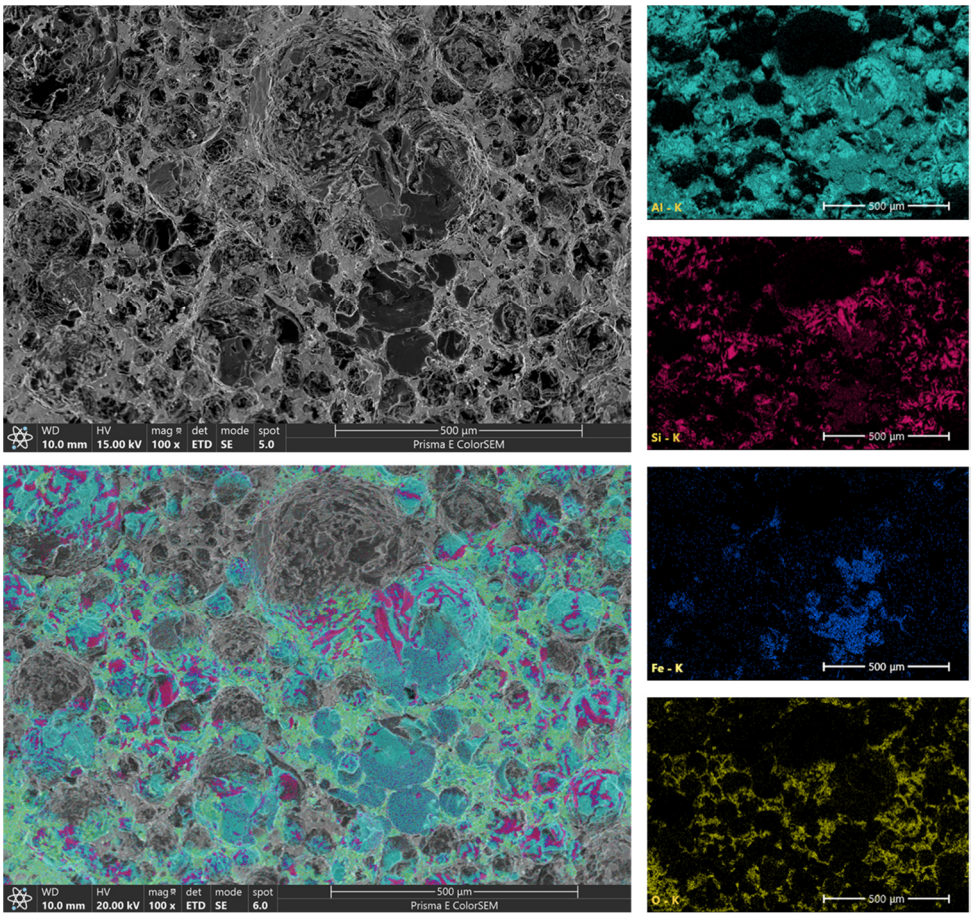


Abbildung 5.58 REM-Aufnahmen der Bruchfläche der Probe IMCC-200 mit EDX-Elementanalyse (dargestellt für Aluminium, Silizium, Eisen und Sauerstoff). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen rechts um 40 % erhöht.

Die Bruchfläche der Probe zeigt in den REM-Aufnahmen ein glattes Bruchbild in der keramischen Phase und mit Schwingstreifen überzogene metallische Bereiche, die jedoch nicht von einem lokal erkennbaren Anriss aus durch die Bruchfläche, sondern durch die jeweiligen gebrochenen metallischen Bereiche laufen. Dazwischen lassen sich lokal Stellen erkennen, an denen die Bruchfläche sehr glatt gebrochen ist oder ein Grübchenmuster

aufweist. Eine Elementverteilung einer Stelle, welche beide Formen von Brüchen beinhaltet, ist in Abbildung 5.58 dargestellt.

Im Temperaturbereich 50 … 225 °C zeigt der Durchdringungsverbund Hysteresen im Spannungsbereich von ca. −200 bis ca. 42 MPa und mechanische Dehnungen von −0,195 bis 0,01 % (vergleiche Abbildung 5.59).

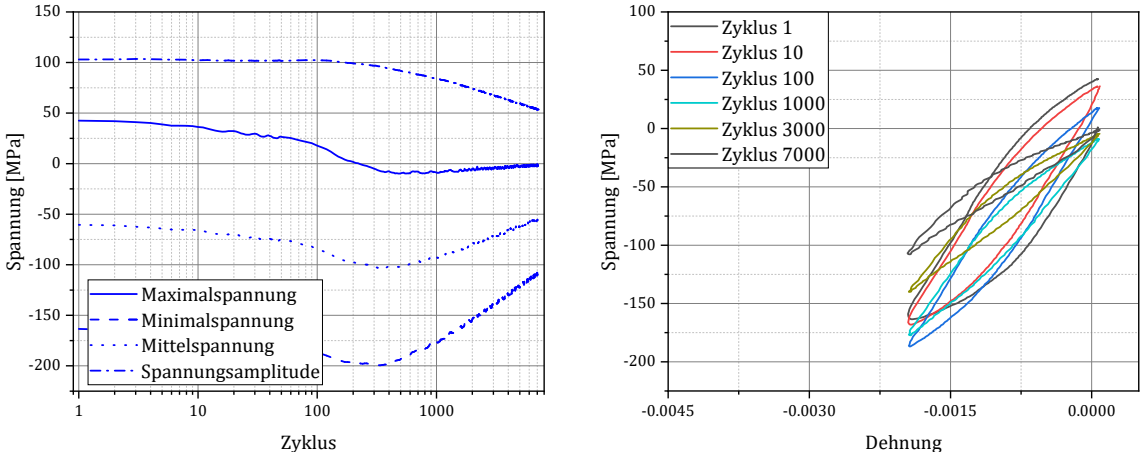


Abbildung 5.59 TMF-Kenndaten für IMCC-225. Links Spannungsverlauf über Zyklen, rechts ausgewählte Hysteresen im Spannungs-Dehnungsdiagramm.

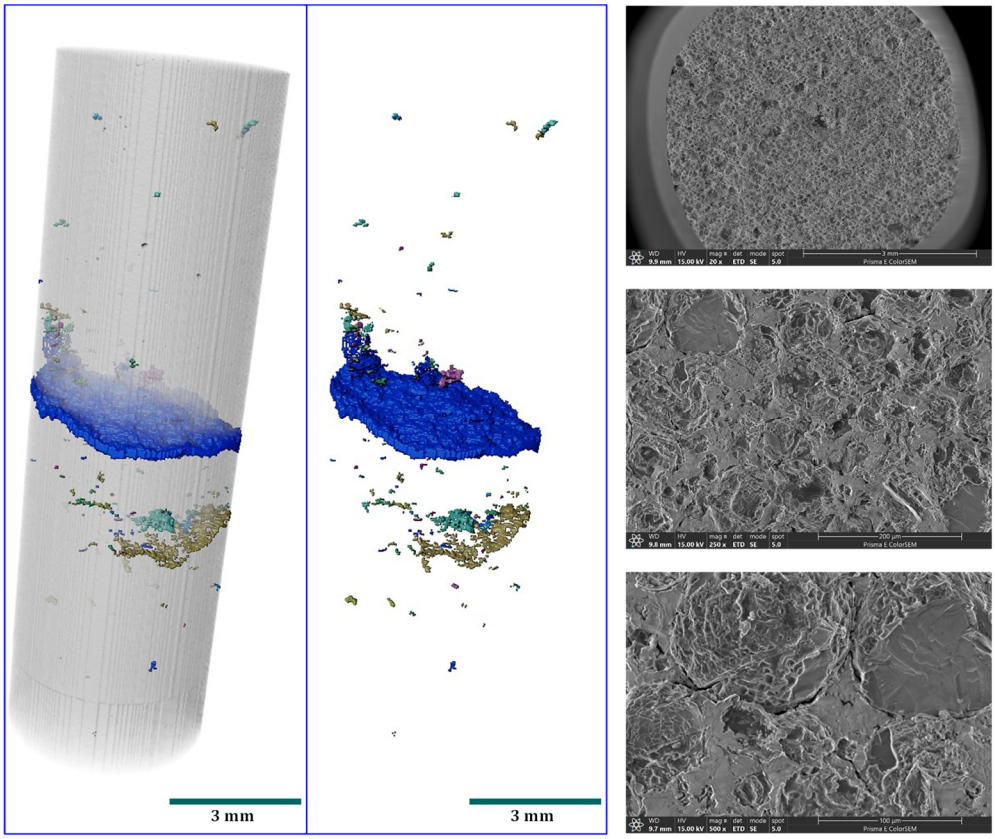


Abbildung 5.60 Mikrostrukturelle Charakterisierung der Probe IMCC-225 nach Bruch. Links 3D-Auswertung der CT-Daten mit der Analyse von gebildeten Rissen mit und ohne Probenumriss. Rechts REM-Aufnahmen der Bruchfläche in unterschiedlichen Vergrößerungen.

Die Hysteresen verschmälern sich ebenfalls innerhalb der ersten 10 Zyklen und beginnen bereits vom ersten Zyklus an in den Druckbereich zu wandern, was ebenfalls an einem

Absinken der Maximal-, Mittel- und Minimalspannung beobachtet werden kann, wobei die Spannungsamplitude auf einem konstanten Niveau oberhalb von 100 MPa erhalten bleibt. Der Abfall der Spannungsamplitude beginnt bereits bei ca. 100 Zyklen und die Maximalspannung fällt ab 225 Zyklen vom Zug- in den Druckbereich. Die Mittelspannung erreicht bei ca. 300 Zyklen ein lokales Minimum, ab welchem sich die Maximalspannung asymptotisch der Spannungsnulllinie annähert und die Minimalspannung von 200 auf 100 MPa Druckspannung betragsmäßig abfällt. Die Hysteresekurve wird dabei deutlich flacher, im Vergleich zur Probe im Temperaturbereich 50 … 200 °C.

Die CT-Aufnahmen der geschädigten Probe, dargestellt in Abbildung 5.60, zeigt neben den Bruchflächenaufnahmen mittels REM das dreidimensionale Ausmaß der Schädigung in der Probe im Prüfbereich. Neben dem Hauptriss, der für das Probenversagen nahezu senkrecht zur Krafteinleitung verantwortlich ist, hat sich ein zweiter Anriss in der Probe gebildet. Darüber hinaus sind im Versagensbereich vereinzelte, lokal beschränkte Anrisse in der Probe zu sehen, welche jedoch in ihrem Schädigungsvolumen die Anrisse der Probe im Temperaturbereich 50 … 200 °C übersteigen (157 im Vergleich zu 59 – siehe Abbildung 5.75b)). Die Bruchfläche der Probe zeigt in den REM-Aufnahmen ebenfalls ein stumpfes Bruchbild in der keramischen Phase und deutlich mehr glatte Bruchflächen und einen deutlichen Anteil an Grübchen in der α-Aluminiumphase, wie Abbildung 5.61 deutlich macht. Schwinglinien sind keine zu beobachten. Die glatten Bruchflächenanteile verlaufen vorwiegend in eisenhaltigen Ausscheidungen.

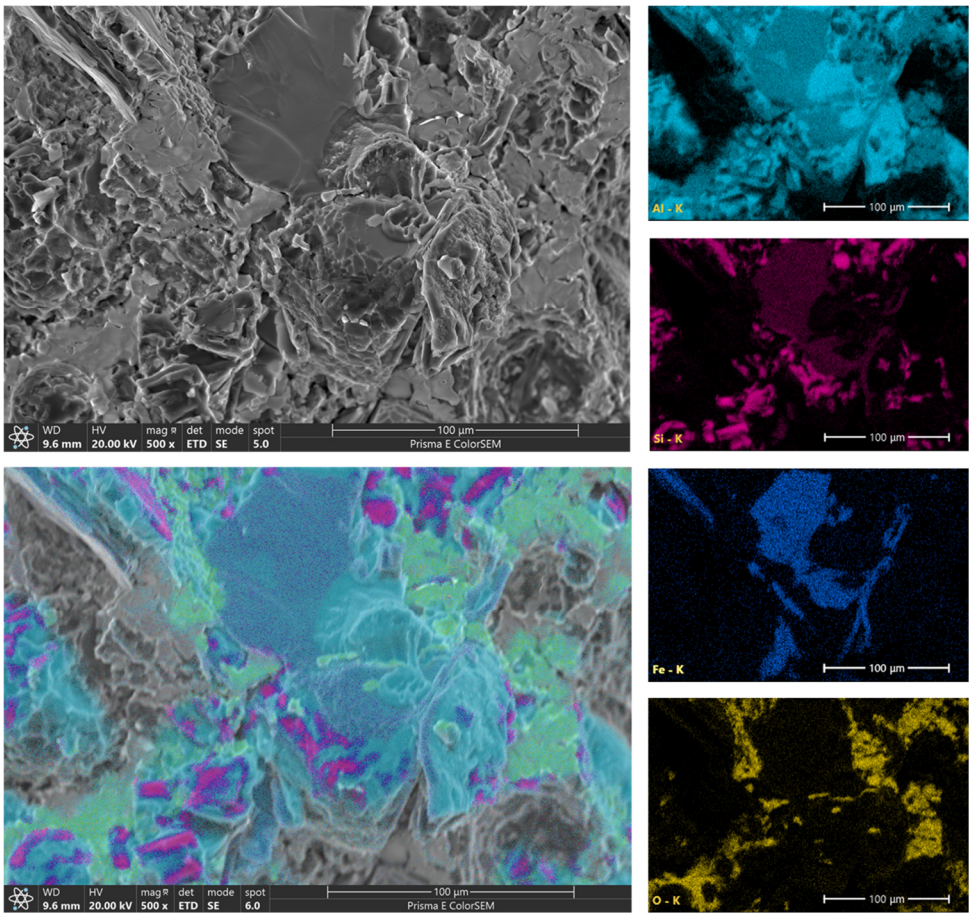


Abbildung 5.61 REM-Aufnahmen der Bruchfläche der Probe IMCC-225 mit EDX-Elementanalyse (dargestellt für Aluminium, Silizium, Eisen und Sauerstoff). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen rechts um 40 % erhöht.

Im Temperaturbereich 50 … 250 °C zeigt der Durchdringungsverbund Hysteresen im Spannungsbereich von ca. −190 bis ca. 37 MPa und mechanische Dehnungen von −0,216 bis 0,02 % (vergleiche Abbildung 5.62).

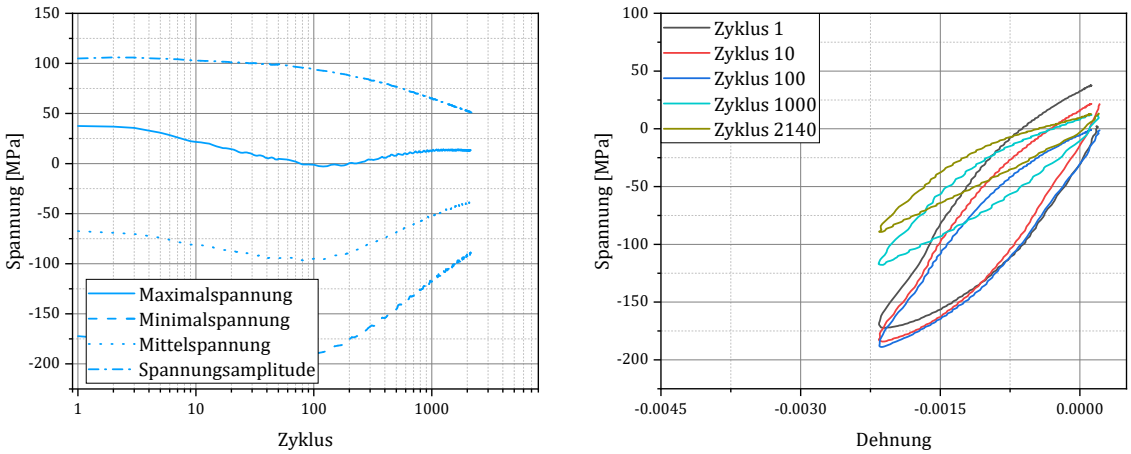


Abbildung 5.62 TMF-Kenndaten für IMCC-250. Links Spannungsverlauf über Zyklen, rechts ausgewählte Hysteresen im Spannungs-Dehnungsdiagramm.

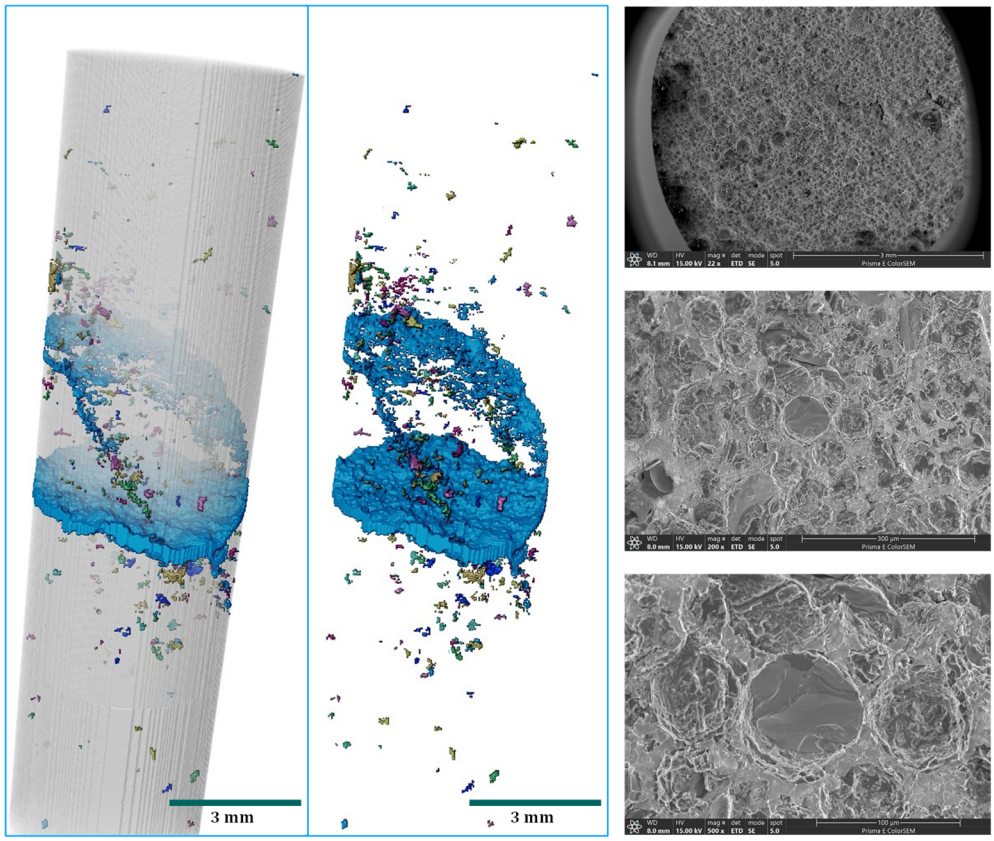


Abbildung 5.63 Mikrostrukturelle Charakterisierung der Probe IMCC-250 nach Bruch. Links 3D-Auswertung der CT-Daten mit der Analyse von gebildeten Rissen mit und ohne Probenumriss. Rechts REM-Aufnahmen der Bruchfläche in unterschiedlichen Vergrößerungen.

Die Hysteresen verschmälern sich geringfügig innerhalb der ersten 10 Zyklen und beginnen ebenfalls bereits vom ersten Zyklus an in den Druckbereich zu wandern. Die Spannungsamplitude, auf einem konstanten Niveau bei ca. 105 MPa, fällt ab dem 35. Zyklus unterhalb von 100 MPa. Die Maximalspannung erreicht bei 80 Zyklen die Neutralspannung. Ab 90 Zyklen kommt es zu einem Minimum der Mittelspannung, die im Folgenden von 96 MPa

im Druckspannungsbereich auf einen Wert von 38 MPa betragsmäßig abfällt. Die Maximalspannung steigt leicht an und erreicht ein Plateau bei ca. 14 MPa im Zugbereich ab 1.000 Zyklen. Die Minimalspannung fällt betragsmäßig deutlich stärker, was zu einer Abflachung der Hysteresen hin zur Abszisse führt, welche vergleichbar zur Probe im Temperaturbereich von 50 … 225 °C ist.

Wie die Schädigungsanalyse in der CT-Untersuchung zeigt (vergleiche Abbildung 5.63), bildet sich neben der Bruchfläche senkrecht zur Kraftrichtung ein zweiter Riss im 45°-Winkel dazu. Außerdem kommt es zu einer gehäuften Anrissbildung im Bereich der Versagensstelle, welche die Tendenz zur Anlagerung im 45°-Winkel zur Rissebene zeigt (426 Anrisse). Dabei sind die umliegenden Schäden in dieser Probe im Vergleich zu den beiden niedrigeren Temperaturen größer. Die Bruchfläche zeigt ein vergleichbares Schädigungsbild zu der Probe im Temperaturbereich von 50 … 225 °C, was auch in der Elementanalyse in Abbildung 5.64 sichtbar wird.

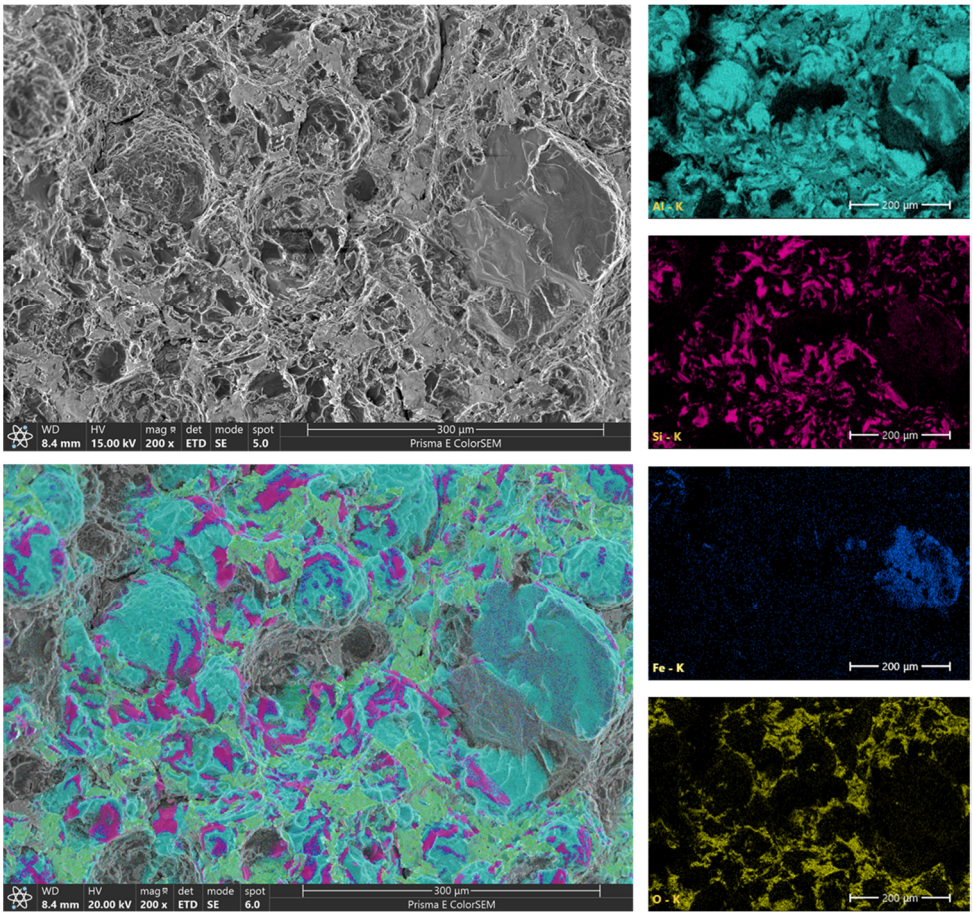


Abbildung 5.64 REM-Aufnahmen der Bruchfläche der Probe IMCC-250 mit EDX-Elementanalyse (dargestellt für Aluminium, Silizium, Eisen und Sauerstoff). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen rechts um 40 % erhöht.

Im Temperaturbereich 50 … 300 °C zeigt der Durchdringungsverbund Hysteresen im Spannungsbereich von ca. −170 bis ca. 64 MPa und mechanische Dehnungen von −0,289 bis 0,02 % (vergleiche Abbildung 5.65). Die Hysterese des ersten Zyklus zeigt ihr betragsmäßiges Spannungsmaximum bei ca. 170 MPa Druckspannung, bei einer Stauchung von 0,218 % und hat einen betragsmäßigen Spannungsabfall auf ca. 158 MPa bei maximaler Stauchung.

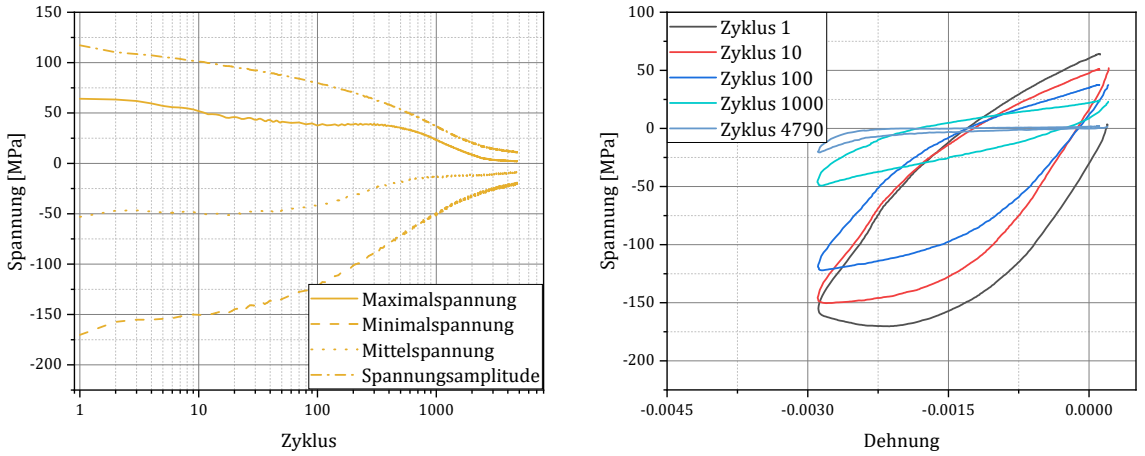


Abbildung 5.65 TMF-Kenndaten für IMCC-300. Links Spannungsverlauf über Zyklen, rechts ausgewählte Hysteresen im Spannungs-Dehnungsdiagramm.

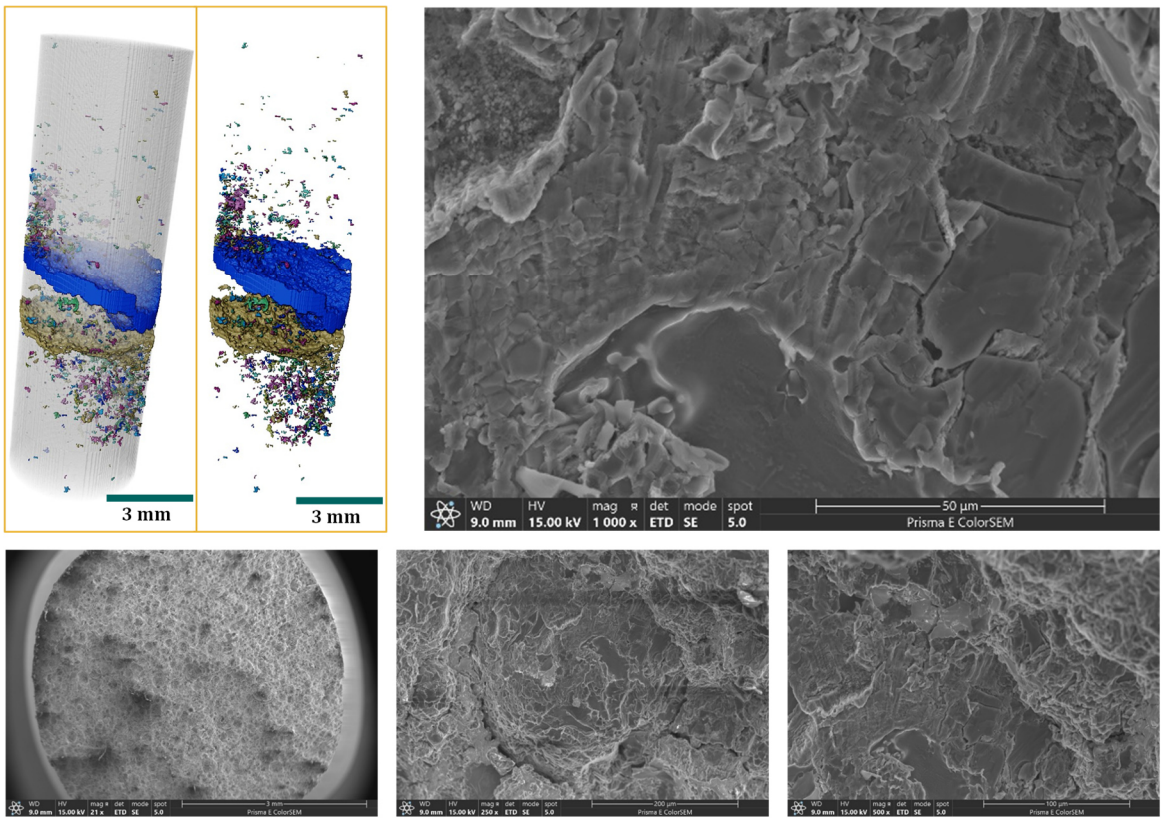


Abbildung 5.66 Mikrostrukturelle Charakterisierung der Probe IMCC-300 nach Bruch. Links oben 3D-Auswertung der CT-Daten mit der Analyse von gebildeten Rissen mit und ohne Probenumriss. Unten REM-Aufnahmen der Bruchfläche in unterschiedlichen Vergrößerungen. Rechts oben ein hervorgehobener Ausschnitt mit besonders rauer Oberfläche in der metallischen Phase.

Die Hysteresen verschmälern sich mit zunehmender Zyklenzahl kontinuierlich, wobei die Spannungsamplitude bereits vom ersten Zyklus an streng monoton abfällt. Dies spiegelt sich in der betragsmäßigen Abnahme der Maximalspannung im Zugbereich und der Minimalspannung im Druckbereich wider. Die Abnahme ist für die ersten Zyklen sehr symmetrisch, sodass die Mittelspannung bis zum 50. Zyklus nahezu konstant bleibt. Im Weiteren nimmt die Druckspannung betragsmäßig deutlich stärker ab und die Mittelspannung verschiebt sich in Absolutwerten nach oben. Die Hysteresekurven verkippen und erreichen ab 2.000 Zyklen eine Neigung, die nur noch wenige Grad von der Abszisse

abweicht. Dies geht mit einer deutlichen Verschmälerung der Hysteresekurven und einem Wendepunkt in der Kurve der Spannungsamplitude in diesem Bereich in der logarithmischen Auftragung einher.

Wie die Schädigungsanalyse in der CT-Untersuchung zeigt (vergleiche Abbildung 5.66), bildet sich neben der eigentlichen Bruchfläche senkrecht zur Kraftrichtung ein zweiter Riss, der ebenfalls nahezu durch den gesamten Bauteilquerschnitt gewachsen ist. Darüber hinaus sind in einem 45°-Winkel zur Rissebene weitere Anrisse sichtbar, die sich in dieser Zone akkumulieren. Der Bereich der vorwiegenden Anrissbildung ist sehr kompakt und es finden sich deutlich mehr weitere Anrisse als in den Proben kleinerer Temperaturbereiche (980). Die REM Aufnahmen der Bruchfläche zeigen verschiedene Bereiche, die sich unterscheiden lassen. Hierzu zählen zum einen die raue Bruchfläche der keramischen Phase, Grübchen im α-Aluminium, glatte Bruchflächen in der metallischen Phase. Zum anderen metallische Bereiche mit scheinbar hoher plastischer Verformung, die ein sehr raues, rissiges Oberflächenbild haben und, wie in der Vergrößerung oben rechts dargestellt, Riefen von einzelnen Zyklen aufweisen. Die Elementverteilung zeigt im Bildausschnitt in Abbildung 5.67, dass die raue Bruchoberfläche und einzelne Partikel der keramischen Phase zugeordnet werden können und dass die glatten Bruchflächen sowohl von Silizium- (in diesem Bildausschnitt überrepräsentativ dominant) als auch eisenhaltigen Ausscheidungen stammen.

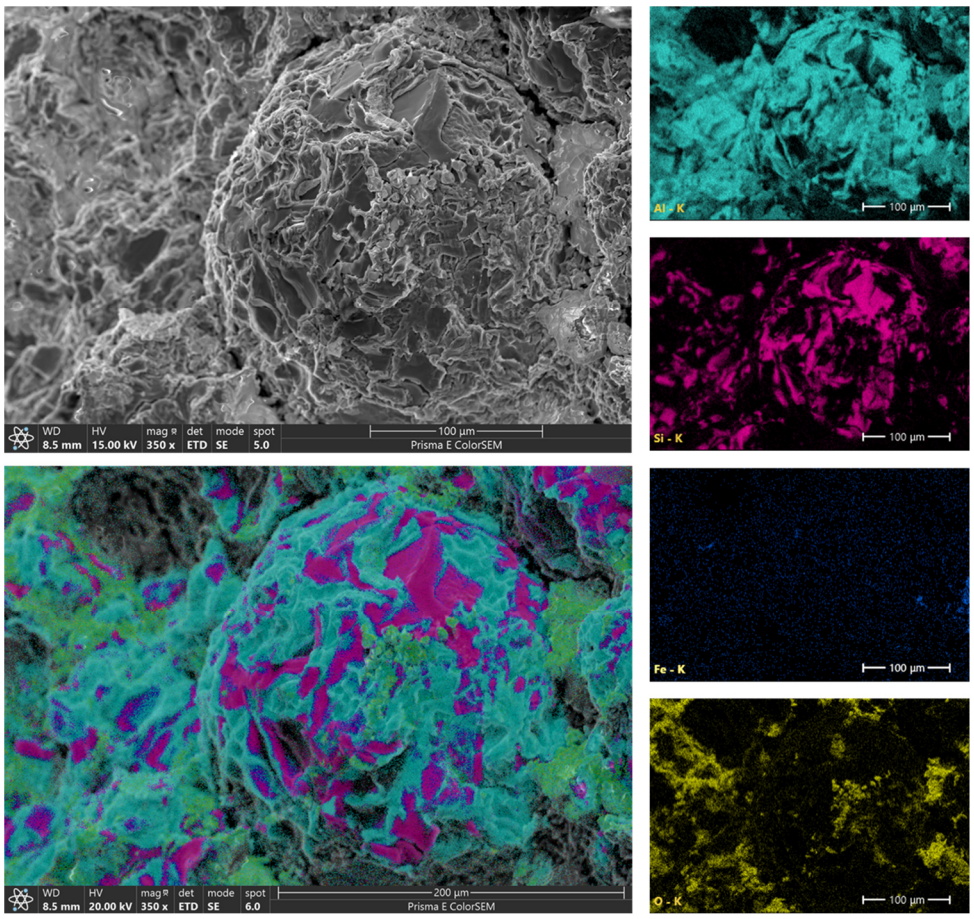


Abbildung 5.67 REM-Aufnahmen der Bruchfläche der Probe IMCC-300 mit EDX-Elementanalyse (dargestellt für Aluminium, Silizium, Eisen und Sauerstoff). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen rechts um 40 % erhöht.

Im Temperaturbereich 50 … 350 °C zeigt der Durchdringungsverbund Hysteresen im Spannungsbereich von ca. −170 bis ca. 73 MPa und mechanische Dehnungen von −0,358 bis 0,014 % (vergleiche Abbildung 5.68). Die Hysterese des ersten Zyklus zeigt ihr betragsmäßiges Spannungsmaximum ebenfalls bei ca. 170 MPa Druckspannung bei einer Stauchung von 0,244 % und weist einen betragsmäßigen Spannungsabfall auf ca. 145 MPa bei maximaler Stauchung auf.

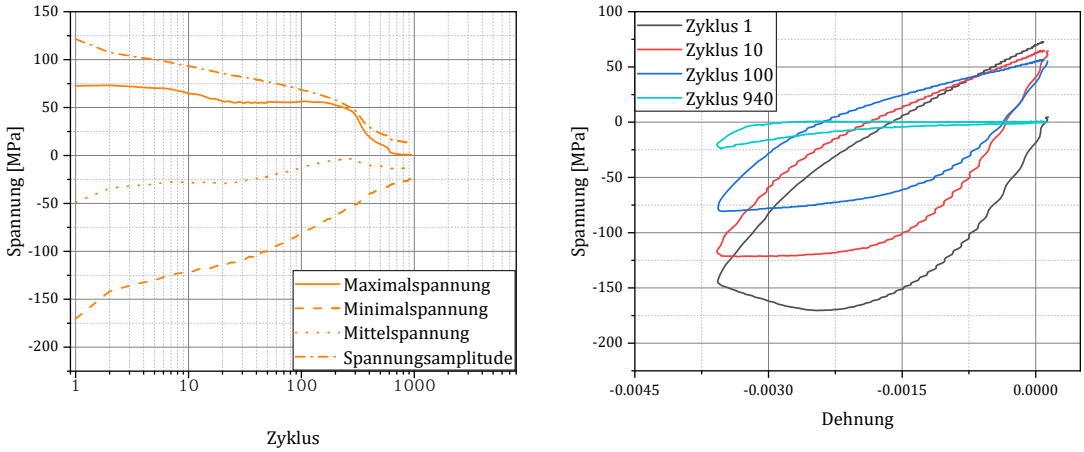


Abbildung 5.68 TMF-Kenndaten für IMCC-350. Links Spannungsverlauf über Zyklen, rechts ausgewählte Hysteresen im Spannungs-Dehnungsdiagramm.

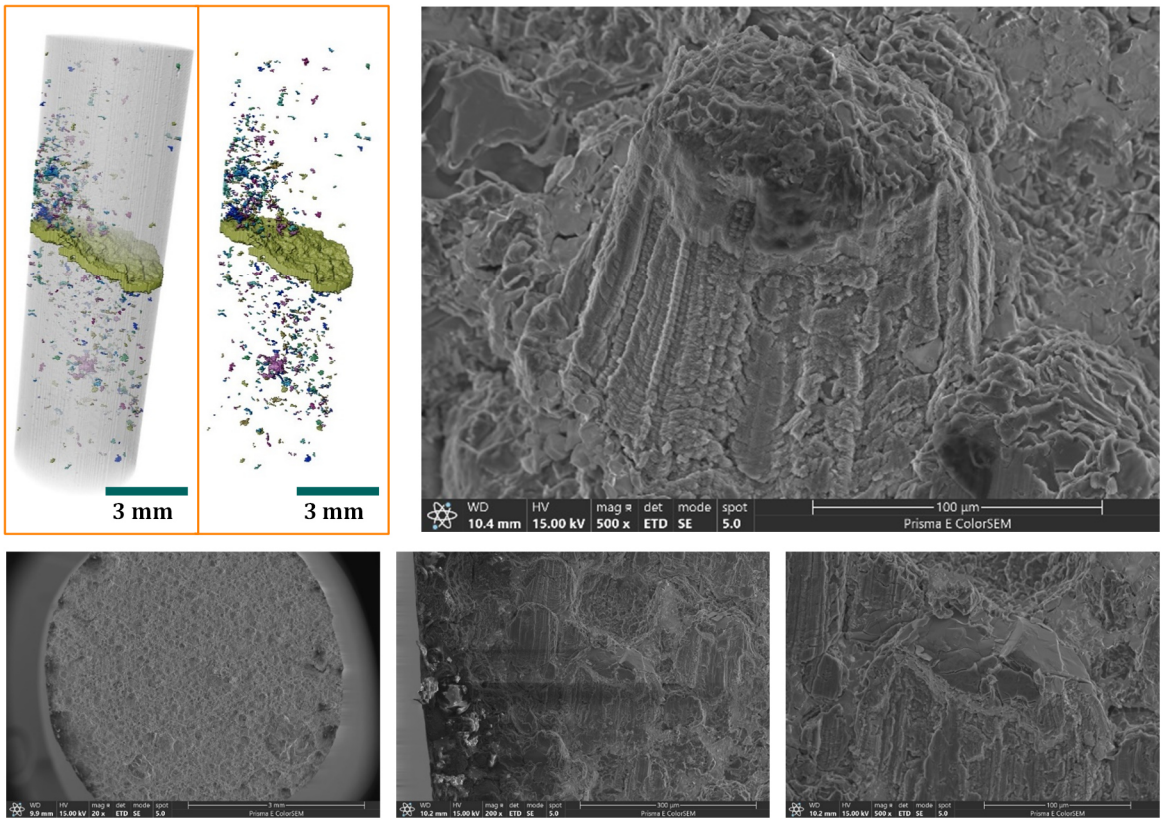


Abbildung 5.69 Mikrostrukturelle Charakterisierung der Probe IMCC-350 nach Bruch. Links oben 3D-Auswertung der CT-Daten mit der Analyse von gebildeten Rissen mit und ohne Probenumriss. Unten REM-Aufnahmen der Bruchfläche in unterschiedlichen Vergrößerungen. Rechts oben ein hervorgehobener Ausschnitt mit großflächig auftretender Rauheit in der metallischen Phase.

Die Hysteresen verschmälern sich mit zunehmender Zyklenzahl kontinuierlich, wobei die Spannungsamplitude bereits vom ersten Zyklus an streng monoton abfällt. Durch die höhere

Spannungsamplitude im Vergleich zur Probe im Temperaturbereich von 50 … 300 °C ist der Abfall stärker, sodass die Spannungsamplitude bereits im zweiten Zyklus unterhalb der im Temperaturbereich von 50 … 300 °C liegt (vergleiche Abbildung 5.75). Dies spiegelt sich sowohl in der betragsmäßigen Abnahme der Maximalspannung im Zugbereich als auch in der Minimalspannung im Druckbereich wider. Die Abnahme ist für den Druckbereich größer, sodass sich die Mittelspannung in Absolutwerten nach oben verschiebt. Die Mittelspannung bleibt im Druckbereich und erreicht nach 15 Zyklen einen Wendepunkt in der logarithmischen Auftragung. Dieser geht mit einem Wendepunkt in der Maximalspannung einher, welche anschließend ein Plateau erreicht. Die Mittelspannung nähert sich ab ca. 100 Zyklen beschränkt der Neutralspannung und erreicht nach 270 Zyklen ihren minimalen Abstand zur Neutralspannung mit 3 MPa Druckspannung. Danach gibt es einen deutlichen Abfall in der Maximalspannung, welcher die Mittelspannung wieder zurück in den Druckbereich verschiebt und auch die Spannungsamplitude deutlich abfallen lässt. In den Hysteresen ist das kontinuierliche flacher Werden in diesem Bereich mit einem deutlichen Verkippen der Ausrichtung bemerkbar und erzeugt ein deutliches schmaler Werden der Hysteresen.

Wie die Schädigungsanalyse in der CT-Untersuchung zeigt (vergleiche Abbildung 5.69), bilden sich neben dem versagensverantwortlichen Riss (nahezu senkrecht zur Kraftrichtung), in einem 45°-Winkel zur Lastrichtung weitere Anrisse. Der Bereich der Anrissbildung umfasst ein deutlich größeres Volumen als bei der Probe im Temperaturbereich 50 … 300 °C.

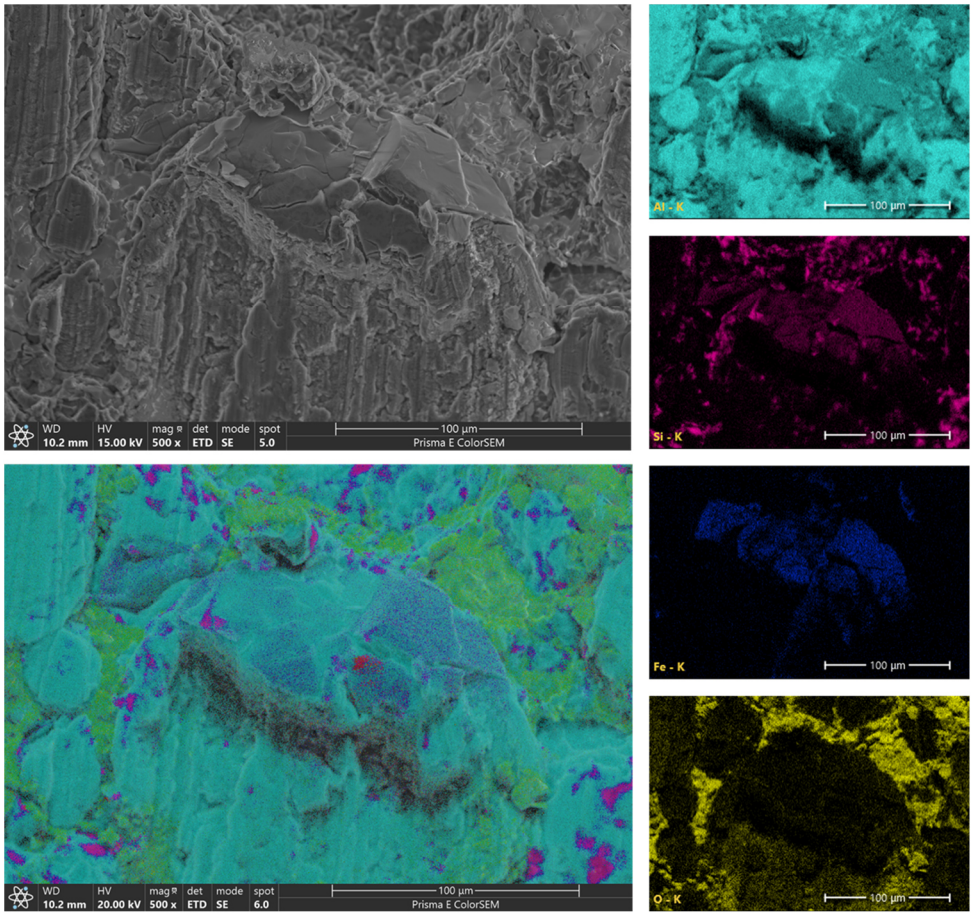


Abbildung 5.70 REM-Aufnahmen der Bruchfläche der Probe IMCC-350 mit EDX-Elementanalyse (dargestellt für Aluminium, Silizium, Eisen und Sauerstoff). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen rechts um 40 % erhöht.

Die REM Aufnahmen der Bruchfläche zeigen vorwiegend Bereiche, die bei der Probe im Temperaturbereich 50 … 300 °C erstmals in kleinem Ausmaß beobachtbar waren: Metallische Bereiche mit scheinbar hoher plastischer Verformung, die ein sehr raues, rissiges Oberflächenbild haben und, wie in der Vergrößerung oben rechts dargestellt, den Übergang zwischen dem kompakten Material einer Bruchhälfte und den domartigen Halbkugeln mit einer Grübchen besetzten Oberfläche der metallischen Sphären bildet. Die Elementverteilung in Abbildung 5.70 zeigt einen solchen Bereich und gibt Aufschluss darüber, dass die stark plastisch verformten Bereiche vorwiegend aus α-Aluminium bestehen, wie auch die mit Grübchen besetzten Bereiche. Glatte Bruchflächen in der Oberfläche der domartigen Halbkugeln bestehen vorwiegend aus eisenreichen Ausscheidungen.

Im Temperaturbereich 50 … 400 °C zeigt der Durchdringungsverbund Hysteresen im Spannungsbereich von −148 bis ca. 67 MPa und mechanische Dehnungen von −0,439 bis 0,017 % (vergleiche Abbildung 5.71). Die Hysterese des ersten Zyklus zeigt ihr betragsmäßiges Spannungsmaximum bei ca. 148 MPa Druckspannung sowie bei einer Stauchung von 0,219 % und weist einen betragsmäßigen Spannungsabfall auf ca. 117 MPa bei maximaler Stauchung auf. Die Hysteresen flachen mit zunehmender Zyklenzahl stark ab, wobei die Spannungsamplitude trotz der höheren mechanischen Dehnungen bereits im ersten Zyklus unterhalb der Proben im Temperaturbereich 50 … 350 °C und 50 … 300 °C liegt.

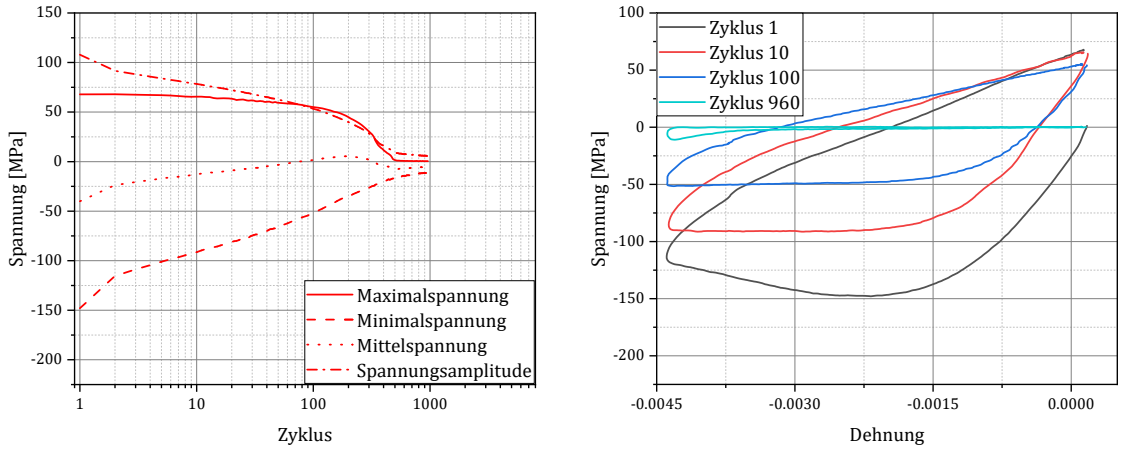


Abbildung 5.71 TMF-Kenndaten für IMCC-400. Links Spannungsverlauf über Zyklen, rechts ausgewählte Hysteresen im Spannungs-Dehnungsdiagramm.

Die Spannungsamplitude fällt über ihren gesamten Verlauf streng monoton ab, was sich in der betragsmäßigen Abnahme der Maximalspannung im Zugbereich und der Minimalspannung im Druckbereich widerspiegelt. Die Abnahme ist hierbei für den Druckbereich größer, sodass sich die Mittelspannung in Absolutwerten nach oben verschiebt. Die Mittelspannung verschiebt sich so weit, dass sie nach ca. 100 Zyklen den Zugspannungsbereich erreicht und nach ca. 300 Zyklen wieder in den Druckbereich rutscht. Der erneute Übergang in den Druckbereich der Mittelspannung geht mit einem starken Abfall der Maximalspannung einher. Die Hysteresen verschmälern sich in diesem Bereich auf ein Minimum und flachen so weit ab, dass sie nahezu parallel zur Abszisse verkippen.

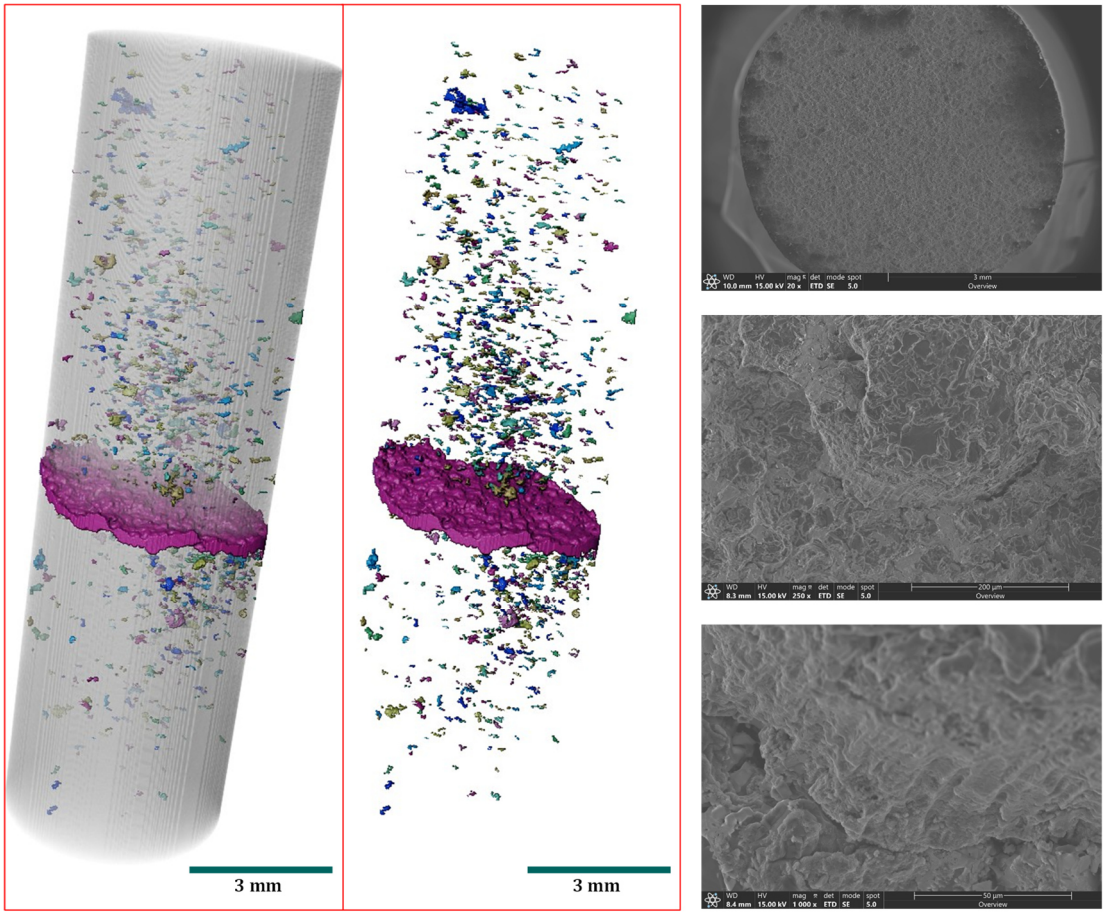


Abbildung 5.72 Mikrostrukturelle Charakterisierung der Probe IMCC-400 nach Bruch. Links 3D-Auswertung der CT-Daten mit der Analyse von gebildeten Rissen mit und ohne Probenumriss. Rechts REM-Aufnahmen der Bruchfläche in unterschiedlichen Vergrößerungen.

Wie die Schädigungsanalyse in der CT-Untersuchung zeigt (vergleiche Abbildung 5.72), bilden sich neben dem versagensverantwortlichen Riss (nahezu senkrecht zur Kraftrichtung), in einem 45°-Winkel zur Lastrichtung weitere Anrisse. Der Bereich der Anrissbildung umfasst im Vergleich mit den anderen Proben das größte Volumen und die deutlich erkennbar größte Anzahl an Anrissen (siehe Abbildung 5.75 b)). Die REM Aufnahmen der Bruchfläche zeigen dieselben Bereiche, die bei der Probe im Temperaturbereich 50 … 300 °C und 50 … 350 °C zu sehen waren, mit dem sehr rauen, rissiges Oberflächenbild (wie in der Vergrößerung unten rechts dargestellt). Darüber hinaus sind Risse senkrecht zur Oberfläche in das Materialinnere hinein verlaufend zu erkennen (siehe rechts in der Mitte). Dies steht mit der hohen Anzahl an Anrissen in Einklang, die sich über den versagensverantwortlichen Riss hinaus in die Bruchhälften hinein erstrecken (siehe CT-Aufnahmen links). Im Vergleich zu den getesteten Proben bei niedrigeren Maximaltemperaturen, lassen sich in dieser Probe auch Porenagglomerationen in der metallischen Phase beobachten. Ein repräsentativer Ausschnitt des Probenquerschnitts von IMCC-400 ist in Abbildung 5.73 dargestellt und zeigt in der Vergrößerung rechts die Poren in der metallischen Phase, die an der Grenzfläche zur keramischen Phase, aber auch im Inneren der metallischen Phase gebildet wurden.

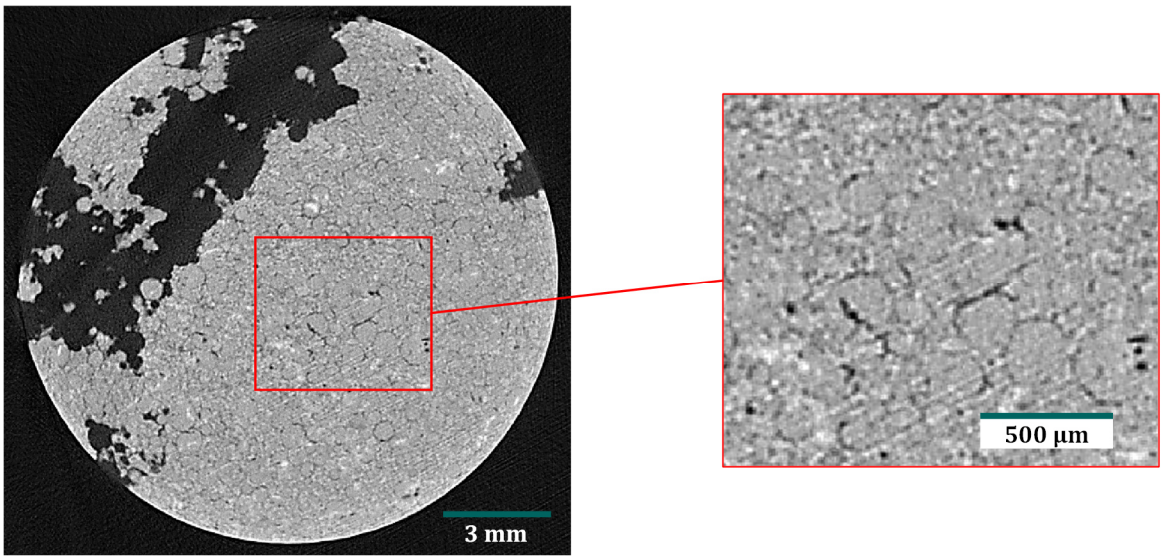


Abbildung 5.73 2D CT-Querschnitt aus dem Probeninneren der Probe IMCC-400 mit Vergrößerung (rechts). Die gebildete Porosität in der metallischen Phase wird neben Rissen und Grenzflächenablösung sichtbar.

Die Elementverteilung in Abbildung 5.74 zeigt konsistent zur Probe IMCC-350 einen Bereich mit starker plastischer Verformung, der vorwiegend aus α-Aluminium besteht. Die glatte Bruchfläche der Oberfläche auf der domartigen Halbkugeln bestehen vorwiegend aus eisenreichen Ausscheidungen (vergleiche rechts in Abbildung 5.74).

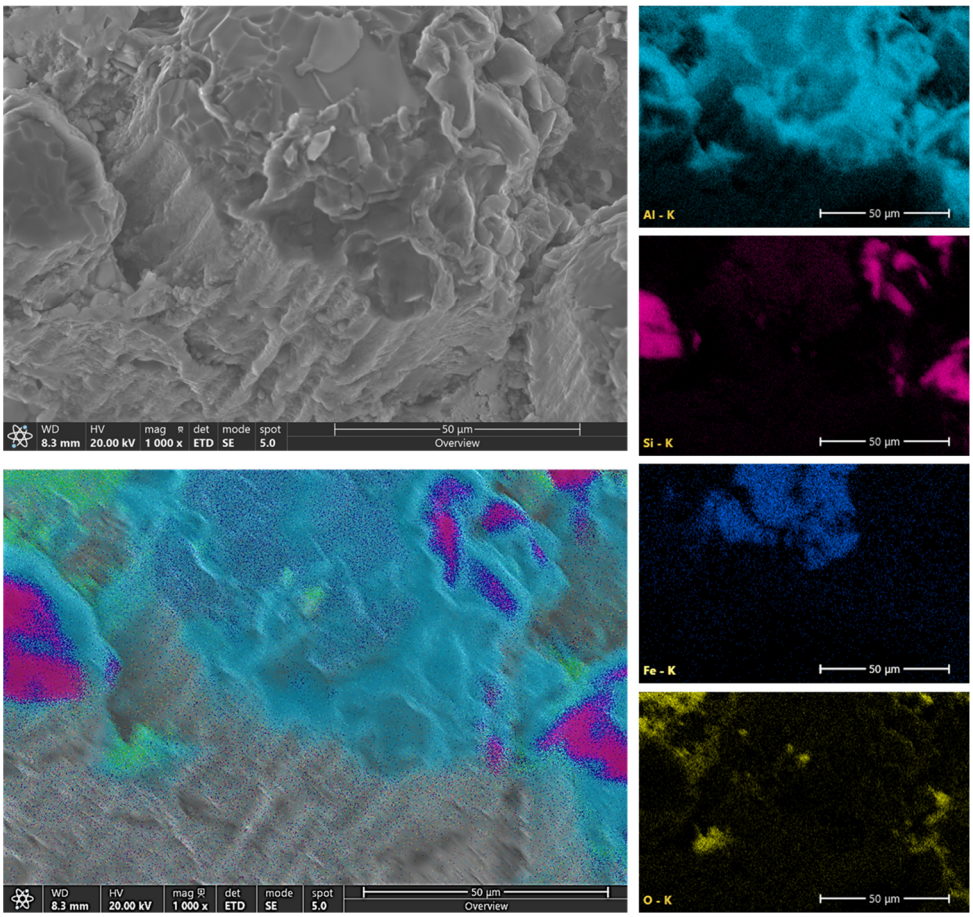


Abbildung 5.74 REM-Aufnahmen der Bruchfläche der Probe IMCC-400 mit EDX-Elementanalyse (dargestellt für Aluminium, Silizium, Eisen und Sauerstoff). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen rechts um 40 % erhöht.

Abbildung 5.75 a) zeigt den Spannungsamplitudenverlauf der Proben über die Zyklen. Im Vergleich zwischen den Proben wird deutlich, dass IMCC-200, IMCC-225 und IMCC-250 eine deutlich länger anhaltende, konstante Spannungsamplitude zeigen, als IMCC-300, IMCC-350 und IMCC-400, bei welchen die Spannungsamplitude bereits vom ersten Zyklus an fällt. Nach einem anfänglich stärkeren Abfall der Probe IMCC-400 im Vergleich zur Probe IMCC-350, verläuft die Spannungsamplitude zu dieser nahezu parallel im Bereich bis 100 Zyklen (vergleiche Abbildung 5.75 a)).

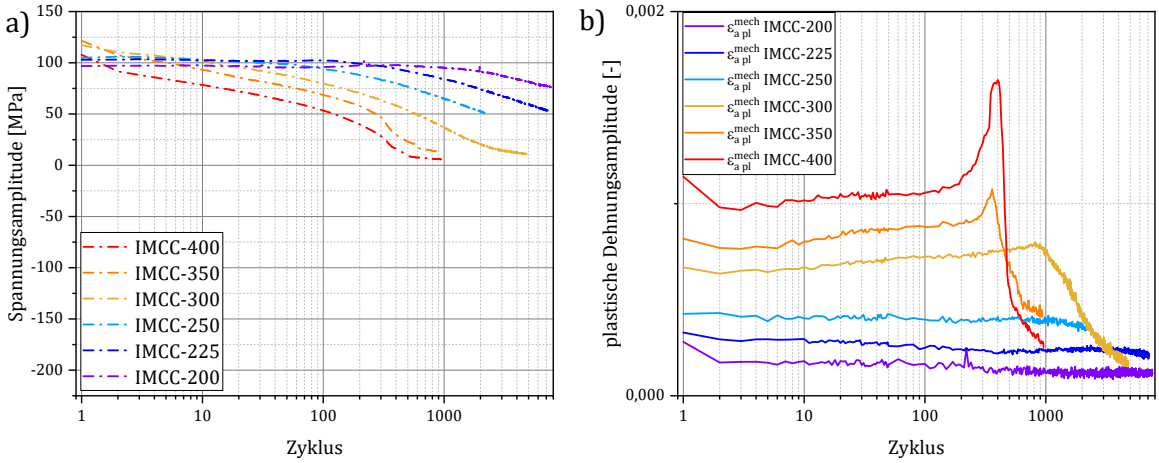


Abbildung 5.75 a) und b). Vergleich der TMF-Versuche untereinander. a) Vergleich des Spannungsamplitudenverlaufs über der Zyklenzahl. b) Vergleich der mechanischen plastischen Dehnungsamplitude über der Zyklenzahl.

In Abbildung 5.75 b) sind die mechanischen plastischen Dehnungsamplituden der TMF-Versuche über der Zyklenzahl gezeigt. Die Proben IMCC-200, IMCC-225 und IMCC-250 zeigen bis auf lokale Ausreißer einen monoton fallenden Verlauf, wohingegen die Proben IMCC-300, IMCC-350 und IMCC-400 bei höheren Zyklenzahlen einen deutlichen Anstieg der mechanischen plastischen Dehnungsamplitude aufzeigen, bevor es zu einem starken Abfall der mechanischen plastischen Dehnungsamplitude und dem anschließenden Versagen kommt.

In Tabelle 5.17 sind die Anrisslastspielzahlen für alle durchgeführten TMF-Versuche im Vergleich aufgelistet, wobei die Zyklenzahl für den Maximalspannungsabfall auf 50 % und auf 10 % der Maximalspannung vom ersten Zyklus angegeben wurde. Darüber hinaus wurde die Zahl der Anrisse im versagten Zustand angegeben, welche aus der quantitativen Analyse der dreidimensionalen CT-Auswertung entnommen wurden.

Tabelle 5.17 Vergleich der Anrisslastspielzahl bei 50 bzw. 10 % der Maximalspannung, sowie Vergleich der quantitativen CT-Auswertung durch die Zahl der Anrisse im Probenvolumen nach Bruch.

Name	Temperatur [°C]	$N_{B\,50\%}$ [LS]	$N_{B\,10\%}$ [LS]	Anzahl Anrisse
IMCC-200	50-200	120	310	59
IMCC-225	50-225	80	160	157
IMCC-250	50-250	13	60	426
IMCC-300	50-300	620	2230	980
IMCC-350	50-350	320	590	793
IMCC-400	50-400	278	453	1298

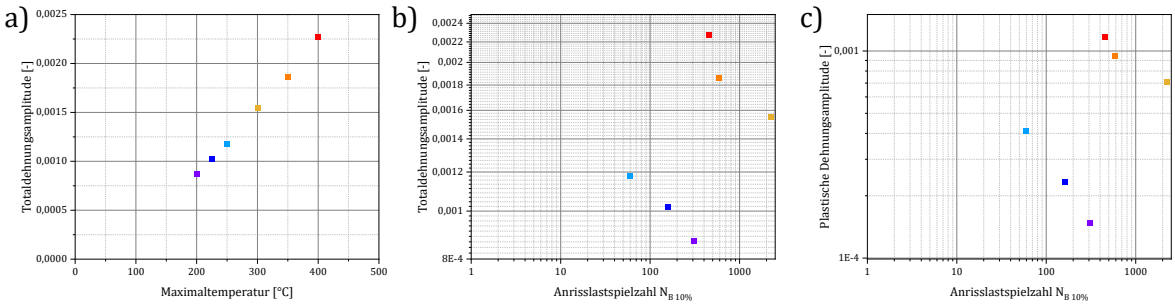


Abbildung 5.76 a) bis c). Übersicht der mechanischen Totaldehnungsamplitude und mechanischen plastischen Dehnungsamplitude. a) Mechanische Totaldehnungsamplitude über der Maximaltemperatur, b) mechanische Totaldehnungsamplitude über der Anrisslastspielzahl $N_{B\,10\%}$ und c) mechanische plastische Dehnungsamplitude über der Anrisslastspielzahl $N_{B\,10\%}$. Die Farbgebung der Maximaltemperatur bzw. Probenbezeichnung ist analog zu beispielsweise Abbildung 5.75.

Abbildung 5.76 a) zeigt den Zusammenhang der mechanischen Totaldehnungsamplitude und der Maximaltemperatur. Die kompensierte thermische Dehnung, welche der mechanischen Totaldehnungsamplitude entspricht (vergleiche Gleichung 34), steigt dabei mit zunehmender Temperatur an. Für den Zusammenhang der mechanischen Totaldehnungsamplitude und der mechanischen plastischen Dehnungsamplitude zeigt sich derselbe Zusammenhang in Abbildung 5.76 b) und c). Die mechanische Totaldehnungsamplitude ist dabei etwa doppelt so groß, wie die mechanische plastische Dehnungsamplitude, jedoch paaren sich einerseits die Proben IMCC-200, IMCC-225 und IMCC-250 und andererseits die Proben IMCC-300, IMCC-350 und IMCC-400 in der doppelt-logarithmischen Auftragung in Dreiergruppen auf zwei Geraden.

5.4.5 Diskussion des Schädigungsverhaltens

5.4.5.1 Quasistatische Druckschädigung

Unter Druckspannung ist ein stufenweise zunehmender Schädigungsprozess in der **keramischen Preform** zu erkennen. Risse bilden sich vorzugsweise senkrecht zur inneren Oberfläche an der offenen Porosität, parallel zur Belastungsrichtung, auch in guter Übereinstimmung mit der Modellierung in Schukraft et al. [82]. Die Simulationen dort zeigen Spannungskonzentrationen an der Ober- und Unterseite der kugelförmigen Poren, die für den Beginn der Rissbildung entscheidend sind (siehe Abbildung 5.77). Die Lage dieser Spannungskonzentrationen ist eine direkte Folge der geometrischen Anordnung der Poren in der Keramik und stimmt gut mit der Theorie von Kirsch für die Spannungsverteilung in einer Lochplatte überein [284].

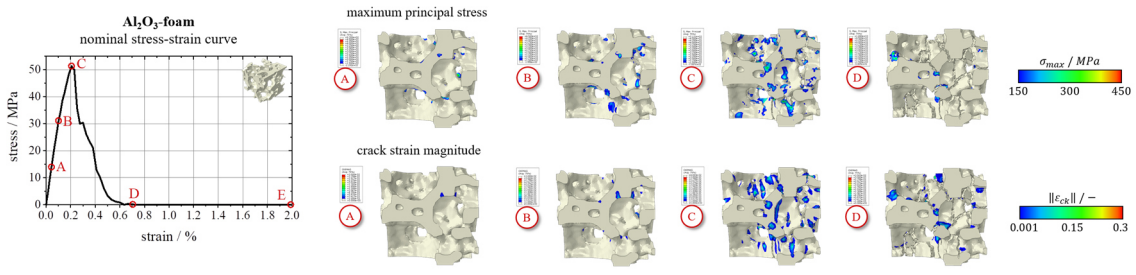


Abbildung 5.77 Übersicht der Schädigungsentwicklung im rekonstruierten keramischen Preformmodell unter Druck. Oben ist die Maximalspannungsverteilung dargestellt, unten die Rissöffnungsdehnung. Aus [82].

Erste Risse in der Keramik werden bei einer makroskopischen Spannung von 9 MPa beobachtet, wohingegen simulative Untersuchungen an der rekonstruierten Mikrostruktur in Schukraft et al. [82] erst bei 14 MPa Schädigung aufweisen. Dies kann am experimentellen

Vorgehen erklärt werden: Bereits bei geringen Abweichungen in der Planparallelität der Probenstirnfläche bzw. Druckstempelstirnfläche können lokale Spannungsüberhöhungen auftreten, die nicht von der Kraftmesszelle detektiert werden (vergleiche dazu auch Kapitel 5.2.2).

Mit zunehmender Belastung bilden sich neue Risse (vergleiche bei 19 MPa in Abbildung 5.29) und bestehende Risse wachsen hauptsächlich in Druckrichtung, da die maximalen Zugspannungen parallel dazu verlaufen (vergleiche hierzu auch die Modellierungen von Schukraft et al. [82] in Abbildung 5.77). Die Biegespannungen in den keramischen Stegen, die parallel zur Druckrichtung verlaufen, nehmen mit der weiteren Zunahme der makroskopischen Stauchung zu. Nach Ashby [269] und Gibson et al. [84] sind diese für das mechanische Verhalten von zellularen Schäumen von wesentlicher Bedeutung. In höherer zeitlicher Auflösung, wie es die Simulation in Schukraft et al. [82] zulassen würde, ist im weiteren Belastungsverlauf infolge der zunehmenden Biegespannungen eine Rissentstehung und -ausbreitung senkrecht und diagonal zur Druckrichtung zu beobachten. Durch die begrenzte zeitliche Auflösbarkeit im in-situ-Experiment kann im nächsten Schritt erst wieder das vollzogene spontane und spröde Versagen in der schwächsten Ebene der Materialstruktur festgehalten werden, wobei die vorab gebildeten Risse in den keramischen Stegen von einer Pore zur anderen wachsen und die gesamte Probe in mehrere Bruchstücke unterteilt. Obwohl der Keramikschaum einen hohen Porositätsgehalt von ca. 74 Vol.-% aufweist, zeigt die experimentelle Untersuchung kein ausgeprägtes zellulares Versagensverhalten, wie es in der Literatur von Meille et al. [85] für hochporöse Keramikschäume dargestellt wird. Das Versagen in einer Ebene in 45° zur Krafteinleitung ist ein Indikator für eine Mischung aus zellulärem und sprödem Schadensmerkmal. Aufgrund der besonderen Morphologie mit kleinen „Fenstern“ zwischen benachbarten Poren und dichten keramischen Stegen mit einer geringen Anzahl von Defekten, ist die keramische Preform hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften und dem Schädigungsbild eher mit geschlossenzelligen als mit offenzelligen Schäumen nach Studart et al. [46] vergleichbar. Daher weist sie im Vergleich zu anderen Preformherstellungsverfahren eine hohe Druckfestigkeit auf (vergleiche Kapitel 2.3.1). Um in der Auffassung von Meille et al. [85] das Schadensbild zu rechtfertigen, ist mit der höheren mechanischen Festigkeit auch ein höherer Porositätsanteil in der keramischen Preform notwendig, um den spröd-zellulären Schadensübergang beim Versagen unter Druck zu erreichen.

In einer makroskopischen Betrachtung des Schädigungsverhaltens kann festgestellt werden, dass die Energieabsorption der keramischen Preform beim Versagen im Vergleich zu monolithischen Keramiken höher ist (vergleiche die simulativen Ergebnisse in Schukraft et al. [82] mit beispielsweise Chen et al. [285]), jedoch deutlich niedriger im Vergleich zu schadenstoleranten Werkstoffen, wie Aluminium und seinen Legierungen, zum Beispiel die AlSi10Mg-Legierung EN AC-43.000 [195]. Das Schadensmuster des Keramikschaums auf der linken Seite in Abbildung 5.34 zeigt das endgültige Rissmuster. Die Risse verbinden benachbarte Poren direkt miteinander und der Anteil der Rissablenkung und Verzweigung ist gering. Dies führt zu einem spontanen Versagen und Spannungsabfall im Experiment (vergleiche Spannungs-Stauchungsdiagramm in Abbildung 5.29).

Bei der Herstellung des **Durchdringungsverbunds** können sowohl die offene Porosität der keramischen Preform als auch deren offen zugängliche Vorschädigung mit Metall infiltriert werden und stellen somit keine Schwachstellen mehr in Bezug auf die Schädigung des Durchdringungsverbunds dar. Darüber hinaus kann das Schädigungsverhalten durch die Kombination der beiden Werkstoffe in einem interpenetrierenden Phasenverbund deutlich beeinflusst werden. So zeigt der Durchdringungsverbund ein wesentlich

schadenstoleranteres Verhalten als die spröde keramische Preform. Dahingehend wird das Schädigungsverhalten im Folgenden diskutiert.

Für die verwendeten in-situ-Untersuchungsmethoden wurden entsprechend charakteristische Punkte entlang der Spannungs-Stauchungskurve ausgewählt, um mikroskopische und makroskopische Schädigungsphänomene und entsprechende Versagensmechanismen des Durchdringungsverbunds zu diskutieren. Es wurden verschiedene Schädigungsstadien ermittelt, die im Folgenden näher erläutert und herausgearbeitet werden.

Die ersten Anzeichen einer Schädigung sind bereits bei ca. 100 MPa im elastischen Bereich der Spannungs-Stauchungskurve in den Oberflächenuntersuchungen im Rasterelektronenmikroskop zu beobachten. Lokale Risse entstehen entlang von Ausscheidungen mit einer Länge von ca. 25 µm, daneben ist plastische Deformation im α-Aluminium zu beobachten. Hierbei stellt sich die Frage, warum an der Oberfläche Schädigungsphänomene zuerst in der metallischen Phase eintreten. Denn plastische Deformation und Rissbildung in den metallischen Ausscheidungen können nur dort stattfinden, wo die lokale elastische Stauchung in der keramischen Phase so hoch ist, dass die Streckgrenze der metallischen Phase bereits überschritten wird. Dies ist entsprechend der Beobachtungen der Druckversuche in Kapitel 5.2.2 makroskopisch nicht der Fall und damit für die lokale Stauchung nur wenig wahrscheinlich.

Andere Erklärungsansätze sind die hohen lokalen Eigenspannungen, welche in der Mikrostruktur bereits während der Herstellung Vorschädigung erzeugen können (vergleiche Kapitel 5.1.3) und die Möglichkeit, dass unter der für diese Methode ausschließlich sichtbaren Oberfläche Schädigung in der keramischen Phase auftritt, welche dann höhere Stauchungen zulässt. Diese ist jedoch auch in den 3D-CT Untersuchungen bei diesen geringen Spannungen nicht zu beobachten. Deshalb liegt die Schlussfolgerung nahe, dass innere Spannungen das Einsetzen von plastischer Deformation bzw. Schädigung in Form von Rissbildung in der metallischen Phase bei Spannungen bereits unterhalb von 100 MPa initiieren.

Für die in-situ-REM Versuche werden weitere Schäden an der Oberfläche bei einer Spannung von 200 MPa beobachtet. In den in-situ-CT Versuchen zeigen sich erste sichtbare Risse in der keramischen Phase, was auf einen Schadenseintritt zwischen 235 und 285 MPa schließen lässt. In der von D. Horny in Schukraft et al. [82] veröffentlichten Simulation zeigen sich erste Risse in der keramischen Phase ebenfalls bei 200 MPa (vergleiche Abbildung 5.78), was mit den in-situ-REM Experimenten übereinstimmt und sich für die spätere Sichtbarkeit von Rissen in den in-situ-CT Experimenten in der Auflösungsgrenze begründet. Risse, Grenzflächenablösungen und Infiltrationsdefekte mit Abmessungen unter 2,3 µm liegen unter der Voxel-Größe und können im CT-Experiment nicht erkannt werden. In Übereinstimmung zwischen den unterschiedlichen Untersuchungsmethoden und der Simulation von D. Horny (vergleiche Abbildung 5.78) bilden sich Risse in der keramischen Phase in der Nähe der Grenzfläche. Diese Risse, in den REM-Aufnahmen im Bereich von 30 µm groß, breiten sich in der Keramik aus und lassen lokale Ablösungen entlang der Phasengrenze erkennen, deren Bildung sich vor allem im Bereich des Spannungsniveaus von 335 bis 370 MPa beobachten lässt. Auch in anderen Metall-Keramik-Durchdringungsverbunden kommt es während des Schädigungsvorgangs zu gleichen Phänomenen (vergleiche für Aluminium-Aluminiumoxid Durchdringungsverbunde Roy et al. [69], Wang et al. [112], Agrawal et al. [117] oder Chang et al. [87]).

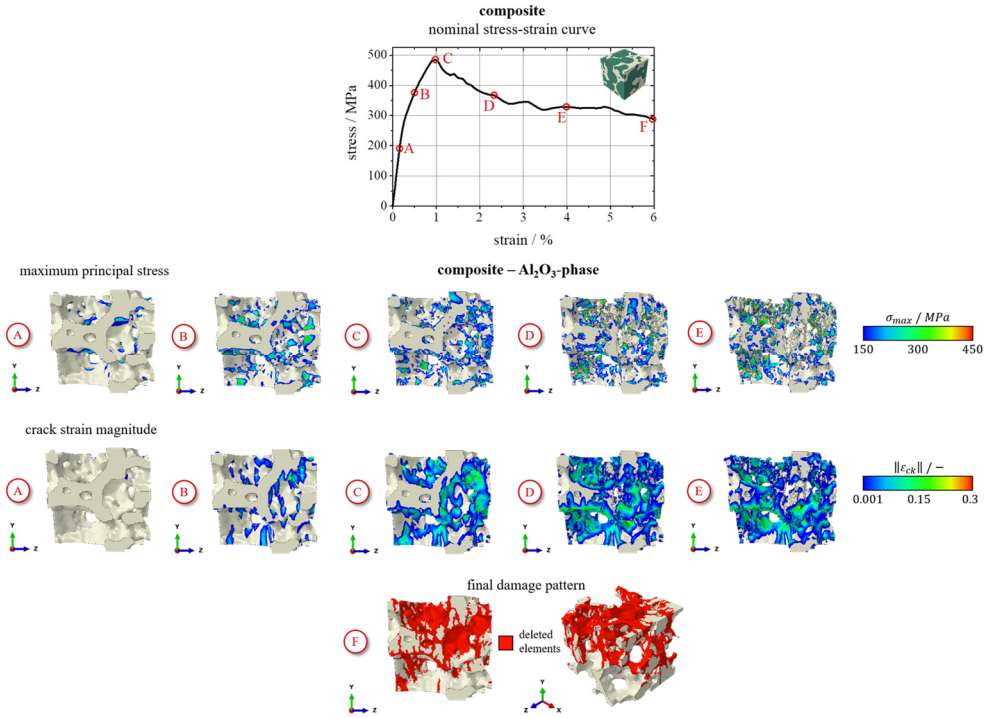


Abbildung 5.78 Übersicht der Schädigungsentwicklung im rekonstruierten Metall-Keramik-Durchdringungsverbund unter Druck. Oben ist das Spannungs-Dehnungs-Diagramm mit den Laststufen zu sehen, welche die Maximalspannungsverteilung in der oberen Probenreihe und in der unteren Reihe die Rissöffnungsdehnung, jeweils in der keramischen Phase, dargestellt. Unten im Bild ist der geschädigte Zustand in der keramischen Phase zu sehen. Aus [82].

Zur Lokalisierung des Schadenseintritts innerhalb der Probe wurden Informationen durch das makroskopische DVC-Verformungsfeld gewonnen. Dieses Verfahren wurde auch von Losch et al. [128] zur Bestimmung von Schädigung in einem MMC-Schaum verwendet und ist nach bestem Wissen erstmals in der Veröffentlichung Schukraft et al. [82] für Metall-Keramik-Durchdringungsverbunde publiziert worden. Trotz der geringeren Auflösungsgenauigkeit im Vergleich zur CT oder dem REM (vergleiche Kapitel 4), zeigt sich die lokale Stauchungskonzentration in guter Übereinstimmung mit dem ersten detektierten Riss in der mikroskopischen Analyse. Die DVC-Ergebnisse in Abbildung 5.33 zeigen ab „Laststufe 2“ ein Stauchungsmaximum nahe an der Probenoberfläche, was sich mit den in-situ-REM Experimenten deckt. Die Stauchung nimmt im Inneren des Volumens dort zu, wo erste Schädigung in Abbildung 5.31 und Abbildung 5.32 sichtbar wird (vergleiche Abbildung 5.33, „Laststufe 3“). Dies bestätigt die Annahme von Losch et al. [128], dass der lokale Schädigungseintritt mit der DVC-Auswertung bestimmt werden kann und zeigt die Stärke der Methode zur dreidimensionalen Veranschaulichung der Vorgänge im Materialinneren.

Die Stauchgrenze, welche für den Durchdringungsverbund im Mittel bei 364 MPa liegt und eine Standardabweichung von $\pm$36 MPa hat, beschreibt dabei die obere Grenze des *ersten Schädigungsstadiums* im Durchdringungsverbund, in dem es bereits innerhalb des linearen Anstiegs der Spannungs-Stauchungs-Kurve zur mikroskopischen Schädigungsbildung kommt.

Ähnlichkeiten mit der keramischen Preform, was das Auftreten und die Ausbreitung von Schäden betrifft, sind festzustellen, da Spannungskonzentrationen an der Ober- und Unterseite der kugelförmigen Hohlräume auftreten. Aufgrund der Stützwirkung durch die Aluminiumphase sind die Spannungen in der keramischen Phase des Durchdringungsverbunds weniger stark lokalisiert als in der ungefüllten keramischen

Preform (vergleiche dazu ebenfalls die simulativen Ergebnisse in Schukraft et al. [82]). Im Durchdringungsverbund wird aufgrund der seitlichen Begrenzung der keramischen Phase durch das Aluminium ein anderes Verhalten der Rissentstehung und -ausbreitung beobachtet, wie von Horiit et al. 1986 beschrieben [286]. Der Schädigungseintritt beschränkt sich deshalb nicht so lokal, wie bei der keramischen Preform, sondern ist stärker über das gesamte Probenvolumen verteilt (vergleiche Abbildung 5.30).

Beim *zweiten Schädigungsstadium* kommt es zu einem Wechsel des Schädigungsmechanismus, wobei die Rissausbreitung und Risszusammenschlüsse bis zur Dominanz der plastischen Verformung überwiegen. Dieses zweite Schädigungsstadium umfasst den Bereich um das Spannungsmaximum (siehe Abbildung 5.31, Abbildung 5.35, Abbildung 5.32und Abbildung 5.36). Beim Spannungsanstieg in diesem Stadium bis zum Spannungsmaximum ist ein deutliches abknicken der Kurve vom anfangs nahezu linearen Verlauf zu erkennen (siehe Abbildung 5.31, Abbildung 5.35, Abbildung 5.32 und Abbildung 5.36) was bereits auf eine Veränderung des Mechanismus hinweist. In der DVC-Auswertung macht sich dies in der Veränderung der makroskopischen Stauchungsverteilung auf der Probenoberfläche von „Laststufe 4“ zu „Laststufe 5“ bemerkbar (vergleiche Abbildung 5.33). Das bisherige Stauchungsmuster breitet sich nicht nur räumlich aus und steigt in seinem Maximalwert, sondern nimmt auch eine veränderte Gestalt an. In „Laststufe 5“ in Abbildung 5.33 zeigen die DVC-Ergebnisse einen zweiten Zweig der Stauchungskonzentration im entgegengesetzten 45°-Winkel zur Belastungsrichtung auf der Probenoberfläche. Und auch die Stauchungsverteilung im Inneren der Probe ändert sich erheblich, wie in der oberen Zeile ab „Laststufe 5“ von Abbildung 5.33 dargestellt ist.

Die Veränderung des Mechanismus wird auch bei der mikrostrukturellen Untersuchung in Abbildung 5.31 und Abbildung 5.32 beobachtet. Zwischen „Laststufe 4“ und „Laststufe 5“ nimmt die Bildung neuer Risse ab und ist nicht mehr das dominierende Phänomen. Mit zunehmender Stauchung werden Rissausbreitung und -vereinigung dominant, was von „Laststufe 6“ an zu sehen ist. Wie die Untersuchung der quantitativen Rissbewertung mit der statistischen Analyse für den Durchdringungsverbund in Abbildung 5.30 und Tabelle 5.14 zeigt, erreicht die Rissbildung ein Maximum zwischen „Laststufe 6“ und „Laststufe 7“. Ab dieser Laststufe setzt eine Dominanz der Rissvolumenzunahme ein. Diese Beobachtung stimmt sehr gut mit den Simulationsergebnissen von D. Horny in Schukraft et al. [82] überein.

Ein weiteres charakteristisches Verhalten in diesem zweiten Schädigungsstadium ist die Abnahme der Festigkeit nach Überschreiten des Spannungsmaximums. Dies kann beispielsweise bei „Laststufe 7“ in Abbildung 5.31 und Abbildung 5.32 beobachtet werden und geht mit dem Einsetzen der makroskopischen Scherung einher. Zu diesem Zeitpunkt nimmt die Widerstandsfähigkeit der keramischen Phase deutlich ab und die plastische Verformung der metallischen Phase wird dominant. Damit wird der Übergang zum *dritten und letzten Schadensstadium* eingeleitet.

In diesem letzten Schädigungsstadium wird die metallische Phase vollständig dominant und es setzt ein Abscheren der Probe unter 45°-Winkel zur Belastungsrichtung ein. Die makroskopische Stauchungsverteilung aus der DVC-Berechnung deutet bereits in „Laststufe 5“ auf dieses Ergebnis hin (siehe Abbildung 5.33) und bestätigt diese durch die Stauchungsabnahme im abscherenden und damit entlasteten Probenteil in „Laststufe 6“. Das mikroskopische als auch makroskopische Abscheren in 45° zur Belastungsrichtung deckt sich zwischen allen verwendeten Untersuchungsmethoden unter Druck und wird auch in verschiedenen Veröffentlichungen zu Metall-Keramik-Durchdringungsverbunden beschrieben (vergleiche Scherm et al. [70], San Marchi et al. [51], Wang et al. [113] und Wang

et al. [112]). Es kann auch für andere Durchdringungsverbunde gefunden werden, welche sich in der Eigenschaftskombination der beiden Phasen ähneln. Vergleiche beispielsweise Sun et al. [111] für einen Durchdringungsverbund aus Titan und einem spröden metallischen Glas auf Mg-Basis. Die spröde Natur der einen Phase kann durch die Duktilität der anderen Phase (des Leichtmetalls) gehemmt werden und zu einem insgesamt gutmütigen Versagen führen.

Die Mikrostrukturquerschnitte der „Laststufe 8“ und „Laststufe 9“ in Abbildung 5.32 zeigen eine ausgeprägte Rissbildung parallel zur Lastrichtung neben dem makroskopischen Riss in 45°-Richtung. Die hohe Anzahl an Rissen (vergleiche Tabelle 5.14) trägt zudem zur Energieabsorption des Durchdringungsverbunds und damit zum gutmütigen Versagen unter Druck bei. Ein weiterer relevanter Mechanismus, der zum gutmütigen Versagen des Durchdringungsverbunds beiträgt, ist die Rissüberbrückung der duktilen metallischen Phase. Sie kann im dritten Schädigungsstadium beobachtet werden und ist beispielsweise mit lilafarbenen Pfeilen in Abbildung 5.32 für „Laststufe 8“ und „Laststufe 9“ hervorgehoben sowie in der REM-Aufnahme der letzten Laststufe in Abbildung 5.36 zu sehen.

All diese Phänomene, die im Endstadium der Schädigung auftreten, führen im makroskopischen Verhalten zu einem Entfestigungseffekt nach dem Spannungsmaximum mit Spannungsabnahme, wie diese auch in Abbildung 5.15 in Kapitel 5.2.2.1 zu sehen ist. Die plastische Deformation des Metalls absorbiert bei dem hohen vorhandenen Metallgehalt genug Energie, um der Probe einen Restwiderstand zu verleihen und einen Totalausfall zu verhindern. Dies wird auch von Bandyopadhyay et al. [287] erklärt. Deshalb zeigt der Durchdringungsverbund nach dem Spannungsmaximum eine Restfestigkeit und die Spannung nimmt – abhängig von der individuellen Mikrostruktur der Probe – nur bis zu einem Plateauniveau von 250 bis 350 MPa ab.

In der Literatur lässt sich nur wenig zur detailierten Schädigungsuntersuchung von Metall-Keramik-Durchdringungsverbunden finden. Trotzdem sollen hier zu den vorhandenen Quellen Vergleiche gezogen werden, welche auch in Schukraft et al. [82] benannt wurden.

Unabhängig von der Zusammensetzung einer keramischen Phase mit einer metallischen oder polymeren zweiten Phase, beginnen die Durchdringungsverbunde unter statischer Belastung innerhalb der keramischen Phase zu brechen. In der Literatur gibt es nur eine Ausnahme für einen Cu/Al_2O_3-Verbund, welcher von Agrawal et al. [117] untersucht wurde. Die Erkenntnisse über die ausgebildeten Eigenspannungen in der intermetallischen Phase des Aluminiums aufgrund von Eigenspannungen ergänzen diese.

Eine Erhöhung der Schadenstoleranz ist bei der Kombination von spröden und duktilen Phasen in Durchdringungsverbunden durch Rissüberbrückungsmechanismen feststellbar. Ehrenfried et al. [110] beschreiben dieses Phänomen beispielsweise für ihren Keramik-Polymer-Durchdringungsverbund. Die duktile Phase (polymerbasiert oder metallisch) hält den Verbund zusammen und überbrückt den Riss in der keramischen Phase. Vergleiche dazu auch die bereits erwähnte Literatur von L.Wang et al. [112] und Agrawal et al. [117] oder Krstic [288] – die erstmals den Bruch Verbunde mit einer spröden Matrix und duktilen Partikeln untersucht haben.

Im Vergleich zu dynamischen Belastungsexperimenten, durchgeführt von F.-C. Wang et al. [113] und Li et al. [114], konnten Parallelen im Schädigungsverhalten festgestellt werden. In Übereinstimmung mit Li et al. beginnen Risse hauptsächlich innerhalb der Keramik an der Keramik/Aluminium-Grenzfläche. Sie beobachteten auch, dass sich Risse in der keramischen Phase zunächst in Druckrichtung ausbreiten, die dann durch

Grenzflächenentfestigungsmechanismen abgelenkt werden, bevor sie sich miteinander verbinden. In ihrer Beschreibung der Phänomene absorbiert die Al-Phase den größten Teil der Energie, sobald die keramische Phase ihren Zusammenhalt verloren hat. Dies deutet in deren Veröffentlichung bereits auf eine Änderung des Schadensmechanismus hin, welcher im Rahmen dieser Arbeit und den beiden Veröffentlichungen Schukraft et al. [82] und Schukraft et al. [95] bereits beschrieben wurde.

Ein weiterführender Abgleich des Schädigungsverhaltens unter Druck mit den Studien von Bandyopadhyay [36], Colombo [81], Chang et al. [87], Roy et al. [66], San Marchi et al. [51] und Licitra et al. [86] kann zum methodischen Vergleich der 2D und 3D Untersuchungen der Schädigungsdetektion unter uniaxialem Druck in einer weiterführenden Diskussion in Schukraft et al. [95] gefunden werden.

5.4.5.2 Quasistatische Zugschädigung

Im Vergleich der Abbildung 5.20 (aus 5.2.2.2) zeigt sich, dass besonders der Durchdringungsverbund und die IF-Aluminiumlegierung ein sprödes Versagensverhalten unter Zug aufweisen. Auch ist bei der Aluminiumlegierung im AR- und T6-Zustand keine Brucheinschnürung oder Abscheren zu beobachten, was sich in Abbildung 5.20 in einer ausgeprägten plastischen Zone mit hohen Bruchdehnungen ausdrücken würde, die für Aluminiumknetlegierungen häufig zwischen 15 und 25 % liegen (vergleiche Ostermann [129]). Dennoch lässt sich ein signifikanter Unterschied zwischen den mikrostrukturellen Zuständen und dem dazugehörigen mechanischen Verhalten erkennen, welche nachfolgend diskutiert werden. Die feine Mikrostruktur der Legierung im AR-Zustand weist eine sehr homogene Bruchfläche auf, ohne dass spezifische Vorschädigungen oder lokale Schwachstellen erkennbar wären, an denen die Rissbildung bevorzugt einsetzen würde. Dadurch kommt es über den Belastungszustand sehr lange zu einer homogenen Spannungsverteilung über den gesamten Bauteilquerschnitt mit einhergehender elastischer und anschließend elastisch-plastischer Dehnung. Unter Fortschritt der Belastung zum Beispiel an lokalen Poren (vergleiche Abbildung 5.38) bildet sich eine Schwachstelle und führt zur überkritischen Spannungskonzentration. Von dieser ausgehend, entsteht spontan ein Riss und durchzieht das Bauteil vollständig. Dabei durchtrennt der Riss sowohl die α-Aluminiumphase als auch die eutektische Zusammensetzung mit den Ausscheidungen und wird nur geringfügig und im Mikrometerbereich abgelenkt.

Bei der Legierung im infiltrierten Zustand bildet hingegen die grobe Mikrostruktur und die bereits nach der Herstellung vereinzelt sichtbaren Risse durch Eigenspannungen im Gefüge, vorwiegend an oder in den Ausscheidungen, Grundlage für Spannungsakkumulation und infolgedessen zur Anrissbildung. Größere elastisch-plastische Dehnungen werden von den nadel- und plättchenförmigen Ausscheidungen und deren spröder Natur unterbunden, da diese die α-Aluminiumphase in geometrisch geordneten Ausrichtungen durchziehen. So kommt es bereits nach deutlich geringerer Beaufschlagung von äußeren Spannungen zur versagenskritischen Rissbildung im Material. Der makroskopische Riss durchzieht die Probe vorwiegend entlang der Ausscheidungen, welche parallel zum Riss angeordnet sind. Die deutlich schwächere α-Aluminiumphase kann der äußeren Belastung nicht widerstehen und wird lokal dort bis zum Bruch sehr stark deformiert, wo Ausscheidungen an den Rissflanken nicht nahtlos ineinander über gehen (vergleiche Abbildung 5.40). Dies führt, abhängig von der Ausrichtung der Ausscheidungen in der Probe dazu, dass die Widerstandskraft variiert und somit, im Vergleich zur AR-Aluminiumlegierung, eine deutlich größere Streubreite der Festigkeiten und Bruchdehnungen entsteht. Die Untersuchung der Bruchflächen bestätigen diesen Schadensvorgang mit dem dominanten Siliziumanteil in der Bruchfläche und der

Morphologie facettierter, in sich glatter Bruchflächen, welche die Ausrichtung der siliziumhaltigen Ausscheidungen widerspiegeln.

Im Vergleich wird der Einfluss der Wärmebehandlung der T6-Aluminiumlegierung deutlich. Durch das Lösungsglühen und Abschrecken entsteht einerseits eine erhöhte Mischkristallverfestigung, durch das Anlassen und die gezielte Ausscheidung von Partikeln intermetallischer Phasen andererseits auch eine Ausscheidungshärtung (vergleiche beispielsweise Larráyoz Izcara et al. [131]). Diese zeigt sich in der höheren Festigkeit der α-Aluminiumphase, welche durch die höhere Festigkeit [289] die Spannung zwischen den intermetallischen Ausscheidungen länger überträgt. Dadurch kommt es zu einer höheren elastisch-plastischen Dehnung in der Probe, da sich vorerst keine lokalen kritischen Spannungen ausbilden und die äußere Last homogen in der Probe verteilt wird. Gleichzeitig wird dadurch die Widerstandsfähigkeit in der T6-Aluminiumlegierung gesteigert, was zu einer höheren Belastbarkeit und dadurch erst später zur kritischen Rissbildung führt (vergleiche Abbildung 5.19 und Abbildung 5.20). Die Bruchfläche in Abbildung 5.43 zeigt auch hier das finale Versagen an den großen und spröden Ausscheidungen deutlich, welches vergleichbar mit der IF-Aluminiumlegierung für beide Legierungszustände schließlich versagenskritisch ist. Die Streuung der Festigkeit wird auch hier im Vergleich zur AR-Aluminiumlegierung deutlich erhöht und begründet sich ebenfalls in der Rissausbreitung, welche von lokalen mikrostrukturellen Zusammensetzungen abhängig ist.

Das in Abbildung 5.18 dargestellte Spannungs-Dehnungs-Diagramm des Durchdringungsverbunds zeigt bereits bei geringer Spannung Plastizität und flacht bei höherer Dehnung ab. Der Durchdringungsverbund neigt zu einem Sprödbruch, der durch eine niedrige Zähigkeit und das plötzliche, katastrophale Versagen gekennzeichnet ist. Das Diagramm in Abbildung 5.18 deutet darauf hin, dass das Bruchverhalten von der spröden Keramik und den spröden Ausscheidungen dominiert wird. Wie zu erwarten, kommt es im Vergleich zur Aluminiumlegierung zu einer Änderung der Bruchmechanik, was durch die zusätzliche keramische Phase induziert wird. In Abbildung 5.45 ist der Bruch der keramischen Phase und die Ablösung der Grenzfläche zwischen Keramik und Legierung zu erkennen. In partikelverstärkten Aluminiumverbunden lässt sich ein sprödes Bruchverhalten unter Zug erkennen, das von den spröden Partikeln dominiert wird, wie beispielsweise in der Arbeit von Kaveendran et al. [290], welche einen mit Al_3Zr-Partikel verstärkten Verbundwerkstoff untersuchten. Interessanterweise kommt es im hier untersuchten Durchdringungsverbund beim Bruch trotzdem zu bruchzähigkeitssteigernden Mechanismen wie Rissverzweigungen. Trotz der höheren Sprödigkeit durch die keramische Phase und der „Kerbwirkung“, welche durch die unterschiedliche Steifigkeit in den Phasen an den Phasengrenzen erzeugt wird, hat der Durchdringungsverbund eine ähnlich große Probenverlängerung bis zum Bruch wie die Aluminiumlegierung im infiltrierten Zustand. Rissbildung an der Grenzfläche und die Grenzflächenablösung kann zur Rissumlenkung führen, außerdem überbrücken größere Bereiche von α-Aluminium den Riss bis zu einem gewissen Grad, was besonders durch die veränderte Mikrostruktur im Vergleich zur reinen Aluminiumlegierung zum Tragen kommt. Im Vergleich mit dem Versagen in der IF-Aluminiumlegierung wird deutlich, dass die Kerbwirkung der Ausscheidungen innerhalb der metallischen Phase einen größeren Einflussfaktor auf das Versagen unter Zug im infiltrierten Zustand hat, als die innere Kerbwirkung der keramischen Phase auf die metallische. Dies ist an den ausscheidungsdominierten Brüchen in der Bruchfläche des Durchdringungsverbunds im infiltrierten Zustand zu beobachten (vergleiche Abbildung 5.45) und lässt sich aus dem Schädigungsbild der IF-Aluminiumlegierung übertragen. Die Bruchfläche besteht vorwiegend aus Aluminiumoxid, was am Sauerstoffgehalt von $34 - 40\,\%$ und dem damit gekoppelten Aluminiumanteil von $22 - 27\,\%$ zu erkennen ist. Hinzu kommt der Anteil von

20 bis 27 % Silizium, an dem die Bruchfläche innerhalb oder an der Grenzfläche zu intermetallischen Ausscheidungen bricht. Werden die eisenhaltigen Ausscheidungen vernachlässigt, bleibt ausschließlich ein Anteil von 7 bis 18 % α-Aluminium übrig, an dem der Durchdringungsverbund duktil versagt, wie die Grübchen auf der Bruchfläche zeigen. Die Bruchrichtung, wie auch grundsätzliche Versagensmechanismen finden sich im Vergleich zu diesem Durchdringungsverbund in der Literatur, wie Scherm et al. [70] an einem Durchdringungsverbund mit ca. 45 − 48 Vol.-% Verstärkungsphase beschreiben. La Vecchina et al. [116] beobachteten an ihrem Durchdringungsverbund ein sehr ähnliches Schadensverhalten. Zhou et al. [120] untersuchten einen Al_2O_3-TiC-Aluminium Durchdringungsverbund und stellten ebenfalls die Grenzflächenablösung unter Zug fest. Der vorwiegende Rissverlauf in der keramischen Phase wird ebenfalls von Zhou et al. beschrieben. Srivatsan et al. [291] untersuchten eine partikelverstärkte Aluminiumlegierung (2009) und stellten dieselben Grübchen in der Bruchfläche der Aluminumlegierung fest. Ceschini et al. [292] untersuchten einen Aluminium (AA2618) Aluminiumoxid-Partikelverbund auf seine Zugeigenschaften und stellten neben der Grenzflächenablösung Schädigung der keramischen Phase, Grübchen und Scherbänder fest.

Bei den Proben des wärmebehandelten Durchdringungsverbunds (T6) konnte im Spannungs-Verlängerungs-Diagramm in Abbildung 5.20 c) kein merklicher Zuwachs an Dehnung mehr beobachtet werden. Hier kommt zum einen durch die verstärkte α-Aluminiumphase die Dominanz der Kerbwirkung der keramischen Phase deutlicher zum Tragen, zum anderen die beschränkte Bruchdehnung der keramischen Phase, welche einem dehnungsbestimmten Versagen unterliegt. Die durch Ausscheidungsverfestigung verstärkte α-Aluminiumphase hat durch ihre höhere Festigkeit einen maßgeblichen Einfluss auf das Bruchverhalten. Dort, wo im infiltrierten Zustand der Durchdringungsverbund noch durch große plastische Deformationen in Form von Grübchenbildung im Aluminium versagte, treten jetzt lokal deutlich weniger deformierte Bereiche der α-Aluminiumphase auf (vergleiche Bruchfläche in Abbildung 5.47). Dies zwingt die Risse bei der Schädigung stärker in die keramische Phase und in die Ausscheidungen, da die α-Aluminiumphase nicht mehr das schwächste Glied darstellt. In den Phasenanteilen der Bruchfläche wird dies neben dem farblichen Eindruck der EDX-Analyse in Abbildung 5.47 deutlich. Der erhöhte Sauerstoffanteil, kombiniert mit einem $\frac{2}{3}$ höheren Aluminiumanteil in der keramischen Phase, reduziert somit den α-Aluminiumanteil unter Vernachlässigung der eisenhaltigen Ausscheidungen (bei 42 % Sauerstoff bleibt von den 36 − 38 % Aluminium nur Anteil von 8 bis 11 % α-Aluminium in der Bruchfläche übrig). Die makroskopischen Auswirken dieser Verstärkung bleiben für das Bruchflächenbild ohne größere Auswirkungen. Dies zeigen beispielsweise die völlig glatten Brüche durch die Probe, unabhängig von der Mikrostruktur oder einer sichtlich steigenden Oberflächenrauheit.

5.4.5.3 Zyklische Zug- und Druckschädigung

Die zyklischen Be- und Entlastungsversuche unter Druck zeigen in der Auswertung, dass die Bestimmung des E-Moduls mit zunehmender Dehnung präziser wird und schließlich eine Streuung erreicht, welche zwischen den Zyklen einer Laststufe unter 1 % des absoluten E-Moduls liegen. Der E-Modulabfall beginnt hierbei bereits vor dem Erreichen des Spannungsmaximums, was auf das Einsetzen der Schädigung bereits vor dem Spannungsmaximum hindeutet, und fällt anschließend auf ein Niveau unter 90 GPa. Dies deutet auf einen deutlichen Verlust an Steifigkeit hin, welcher mit zunehmenden Laststufen weiter absinkt, bis er das Niveau von ca. 60 GPa erreicht.

Unter Zug ist die Bestimmung des E-Moduls für kleine Dehnungen ebenfalls schwierig, da diese in die Auflösungsgrenze der DIC-Auswertung fallen. Da unter Zug deutlich geringere

Dehnungen bis zum Bruchversagen auftreten, muss auch die Zyklierung bei deutlich geringeren Dehnungen stattfinden (im Bereich von 0,025 bis maximal 0,25 %, wobei die zyklischen Druckversuche in Bereichen bis 10 % Dehnung durchgeführt wurden). Dies hat neben dem kritischen Einfluss auf die Präzision der ersten Laststufen mit Streuungen bis zu 33 % des absoluten E-Moduls auch für die weiteren Laststufen einen höheren Einfluss auf die Wertestreuung. Diese stabilisiert sich für Dehnungen oberhalb von 0,05 % auf ca. 5 %. Hierbei lässt sich ein stabilisierter Wert des E-Moduls erkennen, der bei über 100 GPa liegt. Bei den zyklischen Druckversuchen lässt sich kein deutlicher Abfall des E-Moduls über die Zyklenzahl erkennen, was darauf hindeutet, dass das Schädigungsverhalten im Durchdringungsverbund erst unmittelbar vor dem fatalen Versagen der Probe durch Sprödbruch auftritt. Zuvor beschränkt sich die Schädigung auf sehr lokale Bereiche und plastische Deformationen, welche in der Detektion des E-Moduls nicht messbar sind.

Im Vergleich zu anderen Experimenten, in denen zyklische Versuche verwendet wurden, um die Entwicklung der Steifigkeit zu betrachten, wird Weidenmann et al. [219] und Scherm et al. [70] herangezogen:

Weidenmann et al. untersuchten einen diamantpartikelverstärkten Silber-Silizium und Aluminium-Kupfer Verbundwerkstoff. Mit einem Diamantpartikelanteil von 57 Vol.-% bis 72 Vol.-% variierte der E-Modul für den Silber basierten Verbund zwischen 300 und 425 GPa. In den zyklischen Be- und Entlastungskurven findet sich zu Beginn ein großer Unterschied zwischen den Be- und Entlastungs-Moduln. Der Entlastungsmodul liegt immer deutlich über dem Belastungsmodul. Eine Begründung findet sich in der auftretenden lokalen Mikroplastizität, welche mit steigender Zyklenzahl reduziert wird und sowohl zu einem Angleich der Be- und Entlastungsmodule führt als auch zu einem Plateau des Moduls. Unter Zug ist für diese Proben nur eine sehr geringfügig erkennbare Tendenz des Modulabfalls zu erkennen. Unter Berücksichtigung, dass es sich hierbei um einen metalldominierten Partikelverbund und nicht um einen Durchdringungsverbund handelt, können trotzdem Parallelen gezogen werden, die sich – im Rahmen der Aussagekraft der Werte ohne Standardabweichungen – ab dem Erreichen des Plateaus sehr gut mit den hier untersuchten zyklischen Zugversuchen decken.

Scherm et al. untersuchten einen Durchdringungsverbund aus einer porösen Al_2O_3-Preform, welche mit der AlSi9Cu3 Legierung infiltriert wurde. Der Keramikgehalt beträgt dabei 45 Vol.-%. Der pseudo-elastische Modul wurde mit Fitgeraden bestimmt. Der mittels akustischer Resonanzmessung bestimmte E-Modul liegt bei 155 GPa. Die Module, welche im zyklischen Be- und Entlastungsexperiment gemessen werden konnten, lagen bei 152 GPa für die ersten Zyklen und sanken im letzten Zyklus auf 140 GPa. Auch eine schrittweise Verbreiterung der Hysteresekurven und zunehmende Mikroschädigung im Durchdringungsverbund über die Zyklenzahl konnte beobachtet werden. Diese Erkenntnisse stehen in guter Übereinstimmung mit dem hier untersuchten Durchdringungsverbund und werden im Detail in Kapitel 6.3.3 mit den Erkenntnissen der anderen Unterkapitel dieser Arbeit in Bezug auf die Gefüge-Eigenschaftsbeziehungen unter Einfluss von Schädigung zusammengebracht und diskutiert.

5.4.5.4 Thermische Schädigung

Abbildung 5.52 zeigt, dass das Schließen von Rissen aus einer Vorschädigung, welche sich in Ausscheidungen in der Metallphase während der Herstellung gebildet haben, eine Folge der zunehmenden Druckeigenspannung in der metallischen Phase während des Aufheizens ist. Das Einsetzen der sichtbaren Rissbildung bei 350 °C im Durchdringungsverbund zeigt, dass die Schädigung ein weiteres Phänomen ist, das bei erhöhten Temperaturen über die

plastische Verformung hinaus geht. Außerdem zeigt der Materialaufwurf aus den zusammengedrückten Risshälften bei 450 °C in Abbildung 5.52 das damit einhergehende Kriechen (vergleiche Ashby [83]) und den daraus resultierenden verringerten Einfluss der metallischen Phase, der mit der zunehmenden Dominanz der keramischen Phase in diesem Temperaturbereich einhergeht. [138]

Um die Phänomene und deren Einsetzen in Bezug auf die Temperatur in Korrelation zu setzten, geben die durchgeführten Dilatometerexperimente mit schrittweise erhöhter Maximaltemperatur genaueren Aufschluss. Die auffällige Hysterese zwischen Aufheiz- und Abkühlkurve setzt zwischen 260 und 285 °C ein. Von Balch et al. [142] wird die Porosität in der metallischen Phase theoretisch diskutiert, numerisch von Sharma et al. [146] und experimentell von Huber et al. [143] und Skirl et al. [61] untersucht und für das Auftreten der Hysterese als ausschlaggebenden Grund aufgeführt. Auch wenn der Volumengehalt an keramischer Phase in den in der Literatur vorhandenen Untersuchungen für Durchdringungsverbunde deutlich größer ist und bei Skirl et al. Werte von 63 Vol.-% nicht unterschritten werden, lassen sich im relativen Verhalten Parallelen ziehen, welche auf denselben Phänomenen basieren und das Zusammenspiel der beiden Phasen maßgeblich beeinflussen. Wie Ausschnitt 2 in Abbildung 5.55 zeigt, sind in der metallischen Phase Poren zu erkennen, welche beim Heizen an Volumen verlieren und in welche sich die expandierende metallische Phase, unter anderem durch irreversibles Kriechen, erstrecken. In der Korrelation zu Abbildung 5.52 sind die schädigenden Phänomene im ersten Aufheizprozess in der Mikrostruktur erst bei höheren Temperaturen von ca. 350 °C zu erkennen. Diese zeigen das Überschreiten der kritischen inneren Spannungen, welche vom Durchdringungsverbund getragen werden können und resultiert in einem Überkreuzen der Aufheiz- und Abkühlkurven oberhalb von 310 °C. Nach Ashby [83] setzen Kriechprozesse nicht nur in Abhängigkeit der vorliegenden Temperatur, sondern auch der Spannungen ein, was das bereits auf die Temperatur bezogene, frühe lokale Einsetzen von Kriechen oberhalb von 265 °C und damit das Auftreten des Hystereseeffekts erklärt.

Beim Abkühlen treten innere Zugspannungen in der metallischen Phase des Durchdringungsverbunds auf und sorgen dort, wo die lokalen Spannungen zu hoch sind, für eine Ablösung der Grenzfläche oder das Aufbrechen der intermetallischen Phase (Ausschnitt 3 und 4 in Abbildung 5.55). Dort, wo beim Aufheizen plastische Deformation und Kriechprozesse zur Druckspannungsrelaxation auftreten, werden lokal höhere Zugspannungen beim Abkühlen erwartet, welche in Schädigung resultieren und beim thermischen Zyklieren im Material als Porosität verbleiben. Diese unterliegen einem zyklischen Verhalten was ihre Größe betrifft. Beim Aufheizen werden sie geschlossen und öffnen sich beim Abkühlen wieder. Durch die Zunahme dieser Schädigung, besonders im Bereich der Grenzflächen und intermetallischen Phasen innerhalb der metallischen Phase (vergleiche Abbildung 5.55), steigt der CTE bei höheren Temperaturen über die Zyklen an und erreicht schließlich identische Werte bei Raumtemperatur und an der Maximaltemperatur (vergleiche Abbildung 5.54 c)). Die verbleibenden inneren Spannungen im Durchdringungsverbund bauen sich immer weiter ab, sodass sich ab ca. 40 Zyklen ein Gleichgewichtszustand einstellt und der CTE einen konstanten Verlauf für die weiteren Zyklen aufweist (vergleiche Abbildung 5.54 c) und d)). Durch den Abbau der inneren Spannungen wird zudem das Einsetzen von Kriechen zu höheren Temperaturen verschoben (vergleiche Ashby [83]), was den Knickpunkt in den Aufheizzyklen von 300 zu über 325 °C verschiebt.

5.4.5.5 Thermo-mechanische Schädigung

Die dargestellten Ergebnisse unter thermo-mechanischer Ermüdung beruhen auf dehnungsgesteuerter Versuchsführung, wobei bei den durchgeführten Out-of-Phase Versuchen (vergleiche Kap. 2.4.3) die thermische Dehnung vollständig kompensiert wird. Dadurch kommt es bei höherer Maximaltemperatur zu einer Zunahme der mechanischen Dehnung (vergleiche Abbildung 5.76 a)). Zudem liegt die zugbelastete Phase immer bei niedrigen Temperaturen nahe der 50 °C und die unter Druck belastete Phase nahe der Maximaltemperatur vor.

Obwohl bei höherer Maximaltemperatur eine höhere Belastung durch die höhere mechanische Stauchung in der Probe zu erwarten wäre, zeigt sich eine Abnahme der Maximalspannung an der Maximaltemperatur mit steigender Maximaltemperatur. So erfährt die Probe mit $T_{Max} = 200$ °C eine maximale Druckspannung von 210 MPa, während die Probe mit $T_{Max} = 400$ °C nur noch eine maximale Druckspannung von 148 MPa erfährt. Dies zeigt die Abnahme der Druckfestigkeit des Durchdringungsverbunds unter erhöhter Temperatur, welche mit großen plastischen Deformationen einhergeht, wie auch der Verlauf des ersten Hysteresezyklus bei steigender Maximaltemperatur ab 300 °C belegt.

Dies führt in Folge der abnehmenden Festigkeit und der durch die höheren Maximaltemperaturen zusätzlich aktivierten inneren Materialprozesse dazu, dass der Durchdringungsverbund – abhängig von der gewählten Maximaltemperatur – ein unterschiedliches Schädigungsverhalten aufweist. Zwei grundlegende Unterscheidungsmöglichkeiten lassen sich auf Basis der durchgeführten Experimente festhalten. Eine erste Bereich lässt sich bis zu Temperaturen von 250 °C definieren. Gefolgt durch den Schädigungswechsel im Durchdringungsverbund zwischen 250 und 300 °C, lässt sich ab Temperaturen von 300 °C ein zweiter Bereich beobachten.

Für den „Niedrigtemperaturbereich“ bis oberhalb von 250 °C ergibt sich eine zyklische Verfestigung in der metallischen Phase des Durchdringungsverbunds, welche zu schmaler werdenden Hysteresen führt und damit die Mittelspannung tendenziell in den Druckbereich verschiebt, was für die drei Proben mit den Maximaltemperaturen von 200, 225 und 250 °C zu beobachten ist. Bei der Probe bei 200 °C verschiebt sich die Mittelspannung zu höheren Druckspannungen, sodass schließlich sogar die Maximalspannung im Druckbereich liegt. Für die Probe bei 225 °C verschiebt sich die Maximalspannung zuerst in den Druckbereich und nähert sich gegen Ende der Lebensdauer dann der Neutralspannung an. Die Probe bei 250 °C erfährt eine Verschiebung der Maximalspannung in den Druckbereich, welche zum Probenversagen hin wieder in den Zugbereich wandert, was sich durch die abnehmende Steifigkeit mit Einsetzen des Risswachstums erklären lässt. Durch die Verfestigung der Proben kommt es bei den „niedrigen“ Temperaturen erst spät zur Rissbildung. Dies bestätigt die lange konstant bleibende Spannungsamplitude bis über 100 Zyklen, was zudem die Aussage zulässt, dass die Lebensdauer des Durchdringungsverbunds unter „niedrigen“ Temperaturen von der Rissbildung dominiert wird. Sobald sich ein Riss bildet, wächst dieser über die folgenden Zyklen kontinuierlich und entlastet das umliegende Probenvolumen. Dies verhindert, dass weitere Risse gebildet werden, wie sich in den CT-Volumina der Proben erkennen lässt (vergleiche Abbildung 5.57), welche nur eine sehr geringe Anzahl an weiterer Schädigung bzw. Anrissen neben dem versagensverantwortlichen Riss aufweisen. Für höhere Temperaturen werden weitere, bereits gebildete Anrisse in ihrem Wachstum unterdrückt, wie in Abbildung 5.60 zu sehen ist. Bei der Probe mit der Maximaltemperatur von 200 °C ist die Rissausbreitung im Material an den Schwinglinien zu erkennen. Im Diagramm lässt sich die Rissausbreitung an der folglich sinkenden Spannungsamplitude erkennen (vergleiche Abbildung 5.75 a)). Für höhere Maximaltemperaturen und die damit einhergehenden

höheren Belastungen, resultierend durch die höheren mechanischen Totaldehnungen, nimmt die Sichtbarkeit der Schwinglinien ab (vergleiche Gelmedin et al. [293]) und im Bruchbild lässt sich nur noch der Ermüdungsbruch erkennen. Dieser erweist sich im Bruchbild durch die glatten Bruchflächen in und an der Grenzfläche zu den intermetallischen Ausscheidungen, welche vorwiegend eisenhaltig sind. Wie im Stand der Forschung beschrieben, hat Henne [165] in seiner Arbeit festgestellt, dass in AlSi10Mg-Legierungen die Risse nicht im Primärsilizium entstehen und in der Phase auch nach dem Versagen keine Risse zu erkennen sind. Diese Erkenntnis deckt sich mit den hier untersuchten Proben im „niedrigen“ Temperaturbereich. Der Riss wächst in einer Ebene senkrecht zur Belastungsrichtung der Probe und weist ein glattes und stumpfes Bruchverhalten in der keramischen Phase auf. Dies deutet darauf hin, dass die keramische Phase lokal nach Anrissbildung in der Ebene der Rissausbreitung versagt, während einige metallische Bereiche bis zum Lebensdauerende zusammenhalten. Diese zusammenhaltenden Bereiche sind die oft nachgiebigen α-Aluminiumbereiche, welche die Tendenz zu hoher plastischer Deformation und damit lokalem Spannungsabbau haben, welcher die Rissbildung und das Risswachstum verzögert (vergleiche hierzu auch die Erkenntnis von Harnischmacher, dass überalterte AlSi10Mg-Legierungen die höchste Lebensdauer aufweisen [164]). Die noch zusammenhängenden, metallischen Bereiche versagen schließlich im Gewaltbruch, wie an den Grübchen im Bruchbild zu erkennen ist (vergleiche Abbildung 5.57, Abbildung 5.58, Abbildung 5.60, Abbildung 5.61, Abbildung 5.63 und Abbildung 5.64). Innerhalb dieses „Niedrigtemperaturbereichs“ nimmt die Lebensdauer der Proben mit zunehmender Maximaltemperatur ab, wie beispielsweise in Abbildung 5.75 gesehen werden kann.

Für den „Hochtemperaturbereich“, bei den untersuchten Proben ab 300 °C beobachtet, ergibt sich ein anderes Schädigungsmuster. Die Proben zeigen ab diesen Temperaturen eine hohe zyklische Entfestigung, welche durch unterschiedliche Mechanismen bei erhöhter Temperatur im AlSi10Mg hervorgerufen wird (vergleiche Literatur in Kap. 2.4.3). Dadurch erfolgt ein gegenläufiger Effekt während des Zyklierens, der die Hysteresekurven nicht in den Druck, sondern in den Zugbereich verschiebt, da die reduzierte Festigkeit unter Druck bei den hohen Temperaturen plastische Deformation hervorruft (vergleiche Abbildung 5.65, Abbildung 5.68 und Abbildung 5.71). Für die AlSi10Mg-Legierung ist dieses Phänomen der zyklischen Entfestigung für das gesamte untersuchte Temperaturspektrum zu beobachten: Die Mittelspannung verschiebt sich nach Harnischmacher [164] durch den Druckspannungsabbau in der AlSi10Mg-Legierung unter hohen Temperaturen und der maximalen Zugspannungen bei der Minimaltemperatur in den Zugbereich (vergleiche 2.4.3). Daraus ergibt sich für die von Harnischmacher untersuchte AlSi10Mg-Legierung der gleiche Spannungsverlauf für die AlSi10Mg-Legierung, auch bei unterschiedlichen Temperaturen, wenn die höhere Dehnung durch die höhere Maximaltemperatur berücksichtigt wird. Für den Durchdringungsverbund nimmt die maximale Zugspannung bis 350 °C zu (von 64 auf 73 MPa) und sinkt für die Probe bei 400 °C wieder (67 MPa), was sich möglicherweise an der bereits im ersten Zyklus eintretenden Schädigung und damit verbundenen Abnahme der Steifigkeit erklären lässt oder aber in einer grundsätzlichen, statistisch bedingten geringeren Festigkeit. Für letzteres spricht, dass der Entlastungs-E-Modul der Probe im ersten Zyklus bei ca. 86 GPa liegt, was sehr gut mit dem temperaturabhängigen E-Modul der RFDA von 84 GPa übereinstimmt (vergleiche 5.2.1, z.B. in Abbildung 5.11). Außerdem tritt die Maximalspannung der Probe mit der Maximaltemperatur von 400 °C ebenfalls bei der mechanischen Totaldehnung oberhalb von 0,2 % auf (was im zeitlichen Verlauf der selben Temperatur entspricht, wie bei den Proben mit der Maximaltemperatur von 300 und 350 °C). Durch die um 22 MPa geringere Festigkeit im Druckbereich bestätigt sich die Annahme, dass diese Probe auch unter Zug eine geringere Festigkeit aufweist. Die Proben, mittels TMF im

„Hochtemperaturbereich“ getestet, zeigen einen direkten Abfall der Spannungsamplitude vom ersten Zyklus an und eine deutliche Zunahme der Zahl an Anrissen, welche nach dem Versagen der Proben in den Bruchhälften detektiert werden kann (vergleiche Tabelle 5.17). Dies ist durch die höheren Dehnungsamplituden und damit höhere Last in der Probe erklärbar, welche bereits im ersten Zyklus zur Bildung von Anrissen führt und durch die vorwiegende Bildung im Druckbereich, durch die abnehmende Druckfestigkeit unter erhöhter Temperatur, auch zur Bildung von Anrissen in einem Scherwinkel von 45° zur Lasteinleitung. Dies wird in den CT-Aufnahmen in Abbildung 5.66 und Abbildung 5.69 deutlich. Damit dominiert in den Proben unter der „hohen“ Temperatur ein risswachstumsgesteuertes Versagen, da sich Risse bereits in einem sehr frühen Stadium bilden und die Lebensdauer der Proben vom Risswachstum abhängt. Im Bruchbild der Proben lässt sich ebenfalls der Ermüdungsbruch an den glatt gebrochenen, eisenhaltigen Ausscheidungen erkennen, wo Risse vornehmlich wachsen. Da das Risswachstum für diesen Schädigungsbereich unter „hohen“ Temperaturen dominiert, werden gebrochene Keramikstege wiederholt zyklisch aufeinander gedrückt, was zu deren rauem Bruchbild und dem Absplittern einzelner Partikel führt, die sich in der Bruchfläche wiederfinden lassen. Die Grübchen in der α-Aluminiumphase lassen sich durch den Gewaltbruch in der weichen Aluminiumphase erklären, die bis kurz vor dem Versagen den Durchdringungsverbund noch zusammenhält. Dieser ist auch unter „niedrigeren“ Temperaturen zu finden. Eine weitere Art von Bruchmuster, die in diesem „Hochtemperaturbereich“ hinzukommt und die klare Abgrenzung vom „Niedrigtemperaturbereich“ bestätigt, ist die von scheinbar hohen plastischen Verformungen geprägte, raue und rissige Oberfläche des α-Aluminiums, welche mit steigender Maximaltemperatur flächenmäßig in der Bruchfläche zunimmt. Dieses Bruchmuster deutete auf die Erweichung der metallischen Phase hin und zeigt das Auftreten von Kriechschädigung, welche anteilsmäßig für steigende Temperaturen den Ermüdungsbruch aus der Bruchfläche verdrängt. Der deutliche Unterschied zum „Niedrigtemperaturbereich“ lässt sich an der steigenden plastischen Dehnungsamplitude in Abbildung 5.75 erkennen, als auch am Zusammenhang der Dehnungsamplitude und der Anrisslastspielzahl (vergleiche Abbildung 5.76 b) und c)). Durch die thermische Aktivierung kommt es zu Diffusionsprozessen, zu denen beispielsweise das Coble-Kriechen, für „niedrigere Temperaturen“ und das Nabarro-Harring-Kriechen für höhere Temperaturen gehört (vergleiche Maruyama [294]). Außerdem spielt, wie bereits erwähnt, das Einsetzen von Kriechen in Abhängigkeit von mechanischen Spannungen eine Rolle, wie es von Ashby et al. [83] unter anderem für Aluminium beschrieben wurde. Dadurch erhält die metallische Phase die Möglichkeit, den großen, äußeren mechanischen Dehnungen nachzugeben und sich durch das Kriechen entsprechend anzupassen. Damit werden metallische Bereiche zwischen gebrochenen Keramikstegen übermäßig plastisch verformt und erhalten über die Zyklen das rissige und raue Oberflächenbild. Schließlich ermüdet die metallische Phase in der Nähe der Grenzflächen an Ausscheidungen oder reißt an der noch zusammenhängenden Grenzfläche zwischen der Keramik und den sphärischen metallischen Bereichen, was kurz vor dem Probenbruch zu einem Anstieg der plastischen Dehungsamplitude führt (vergleiche Abbildung 5.75 b)). Dort bilden sich die domartigen Halbkugeln, welche an ihrem Übergang zur Probenhälfte die Kriechschäden aufweisen.

Damit erklärt sich die Zunahme der Lebensdauer des Metall-Keramik-Durchdringungsverbunds zwischen der Probe mit der Maximaltemperatur von 250 °C und der Probe mit der Maximaltemperatur von 300 °C, da im Temperaturbereich dazwischen ein Wechsel der Schädigungsmechanismen auftritt. Innerhalb des zusätzlich von Kriechmechanismen beeinflussten Schädigungsprozesses lässt sich die Abnahme der Lebensdauer bei Erhöhung der Maximaltemperatur so lange erkennen, solange der thermo-

mechanische Ermüdungsprozess in den Proben noch dominiert und nicht Kriechprozesse in der metallischen Phase die Dominanz des Versagens übernehmen. Die Stützwirkung der keramischen Phase kommt im Durchdringungsverbund vor allem durch die hohe Homogenität und die geringe Porengröße in der keramischen Preform zustande, welche die Rissbildung bei thermo-mechanischer Ermüdung verzögert und somit die Lebensdauer gegenüber bisherigen Durchdringungsverbunden tendenziell gesteigert werden kann. Ulrich [71] konnte in dem von ihm untersuchten Durchdringungsverbunden keinen Schädigungswechsel feststellen, was unter anderem an der Unterschiedlichkeit der Legierung (AlSi12) liegen kann. Für den bereits im Stand der Forschung erwähnten AlSi12-Al_2O_3-Durchdringungsverbund beobachtete Ulrich eine Lebensdauer von 238 Zyklen bei einem Temperaturbereich von 50 … 400 °C, 806 Zyklen bei einem Temperaturbereich von 50 … 350 °C und 4278 Zyklen für eine Temperaturbereich von 50 … 300 °C. Die Werte wurden dabei aus einem Lebensdauer-Diagramm in der Arbeit [71], auf S. 119 abgelesen. Der hier untersuchte Durchdringungsverbund hatte in demselben Temperatur-Prüfbereichen bei einer Maximaltemperatur von 400 °C eine Lebensdauer von 960 Zyklen, bei einer Maximaltemperatur von 350 °C von 940 Zyklen und bei einer Maximaltemperatur von 300 °C von 4790 Zyklen. Es gilt zu beachten, dass für jede Temperaturspanne ausschließlich eine Probe gemessen wurde und dass die tatsächliche Lebensdauer statistischen Schwankungen unterliegt. Somit kann hier kein Absolutwert für die Lebensdauer bei der jeweiligen Maximaltemperatur gegeben werden, aber die Aussage getroffen, dass die Lebensdauer für alle drei Temperaturen an den jeweils gemessenen Proben größer war, als in den von Ulrich untersuchten AlSi12-Al_2O_3-Proben.

5.5 Charakterisierung des Selbstheilungspotentials

In diesem Unterkapitel werden die Untersuchungen und Ansätze zur Heilung und Selbstheilung des Metall-Keramik-Durchdringungsverbunds vorgestellt. Der Grad der Vorschädigung der Proben, die den Heilungs- und Selbstheilungsansätzen unterzogen wurden, hatte im experimentellen Verlauf keinen nennenswerten Einfluss auf die Ergebnisse und wird im Folgenden daher nicht weiter betrachtet. Der Inhalt dieses Kapitels wurde überwiegend aus Horny et al. [234] und Schukraft et al. [174] zusammengestellt.

5.5.1 Vorversuche und Selbstheilungsansatz

Der erste, nur durch die Temperatur aktivierte Heilungsversuch (P-A-1-650, vergleiche Tabelle 4.2), bewirkte einen Ausfluss der in der Probe enthaltenen Aluminiumlegierung. Dies konnte zum einen aus einer Legierungsansammlung auf der Probenoberfläche (siehe Abbildung 5.79) und zum anderen aus den CT-Untersuchungen geschlossen werden. Wie die CT-Bilder zeigen, führte dieser Heilungsansatz zu einer 2,5-fachen Erhöhung der Porosität im Vergleich zum unbehandelten Zustand. Außerdem kommt es zu einer Porenumlagerung, d.h. einige Poren, die bereits vor dem Heilungsversuch im Material vorhanden waren, konnten danach nicht mehr an dieser Stelle gefunden werden. Ein solcher Porenverschluss ist in der Abbildung mit einem blauen Pfeil markiert. Eine genauere Analyse der Porenverteilung ist in Abbildung 5.80 dargestellt. Die Porosität der unbehandelten Probe ist grün eingefärbt, während die Porosität nach der Ausheilung rot eingefärbt ist. Bei der in Abbildung 5.79 dargestellten Rissdicke können nur geringe Veränderungen beobachtet werden. Einige Rissanteile werden im 2D-Schnitt dünner (grüner Pfeil), z.B. zeigt sich eine Abnahme der maximalen Rissbreite von 13,5 µm auf 6,5 µm. Andere Risse dagegen wurden durch die thermisch aktivierte Selbstheilung breiter (roter Pfeil), z.B. von 8,6 µm auf 15,1 µm. Der Heilungserfolg gemäß Gleichung 35 zeigt für diese beiden Werte $\eta = 51{,}8\,\%$ und $\eta = -75{,}6\,\%$. Die Rissmorphologie zeigt einen Einfluss auf die Rissgeometrie, da die Risse nach den Vorversuchen runder zu sein scheinen als im geschädigten Zustand.

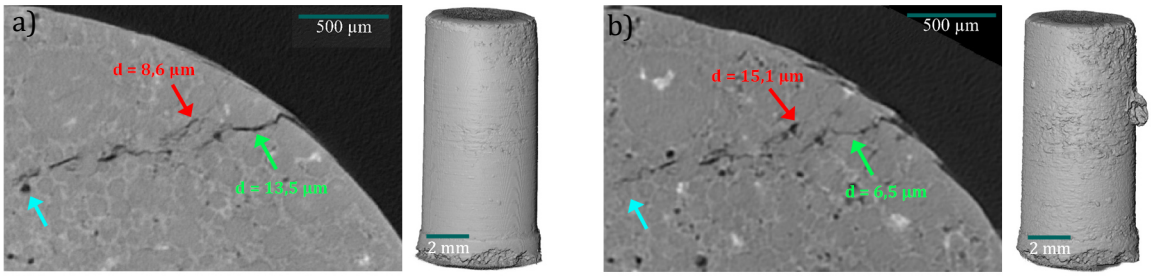


Abbildung 5.79 a) und b). Vorversuch zur Selbstheilung von Metall-Keramik-Durchdringungsverbunden an Probe P-A-1-650. a) zeigt den vorgeschädigten Zustand der Probe. Die Pfeile markieren markante Risse und Poren, die nach dem Selbstheilungsversuch in b) eine Veränderung erfahren haben. Aus [K6], bzw. [174].

Es wurde erwartet, dass die Anwendung von Gasdruck während der temperaturgesteuerten Ausheilung das Ausfließen der Legierung reduzieren bzw. vollständig verhindern würde und die Aluminiumschmelze stattdessen in die Risse zwingt. Die in der Gasdruckinfiltrationsanlage geheilten Proben weisen einen ähnlichen Zustand auf, wie die Probekörper aus den Vorversuchen. Ein Ausfließen der Aluminiumlegierung sowie eine erhöhte Porosität und nur geringe Veränderungen der Rissdicke konnten beobachtet werden. Verschiedene Einstellungen der Atmosphäre, des Vordrucks und der Temperatur führten nicht zu einer Verbesserung des Gefügezustands oder gar zur vollständigen Selbstheilung der Risse. Auch die Bornitridbeschichtung und das Einbetten in Gips einiger Proben (vergleiche Tabelle 4.2) hinderten die Aluminiumschmelze nicht am Herauslaufen aus der Probe. Das Aluminium sammelte sich entweder auf der nicht von Gips bedeckten Oberseite an oder infiltrierte die Gipsummantelung.

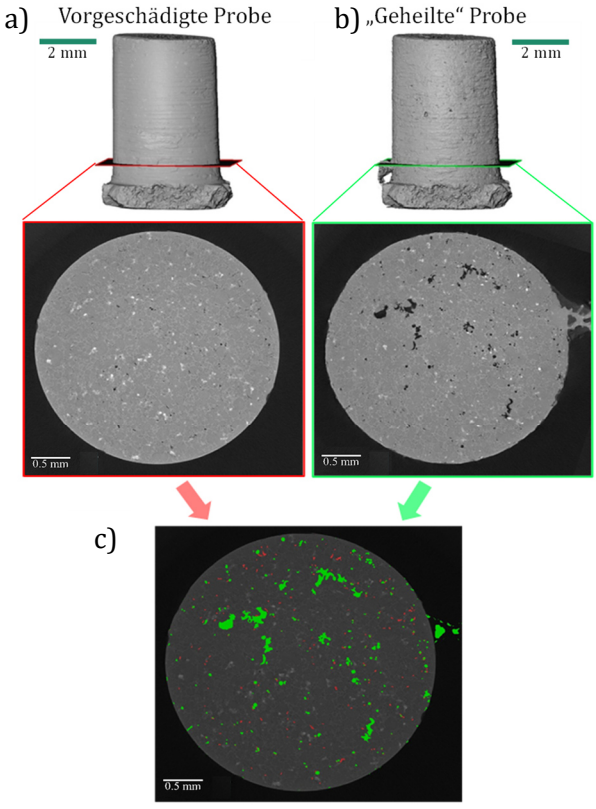


Abbildung 5.80 a) bis c). CT-Aufnahmen der Probe SH-Vac-0-630. a) Oben links vor dem Selbstheilungsversuch. b) Nach dem Selbstheilungsversuch. c) Veranschaulichung der Porosität vor (rot) und nach dem Selbstheilungsversuch (grün). Aus [234].

5.5.2 Legierungsunterstützter Heilungsansatz

Durch die Zugabe von zusätzlicher AlSi10Mg-Legierung vor der temperatur- und druckunterstützten Heilung konnte in der Probe H-Ar-60-700 ein teilweiser Rissverschluss beobachtet werden. Die oben beschriebene Methode der 3D-CT-Datenauswertung gibt Einblicke in die Probe, die Abnahme des Rissvolumens (vergleiche Abbildung 5.81 und Abbildung 5.82) und die lokale Bildung von Porosität im ehemaligen Rissbereich. Die Auswertung der CT-Daten ergibt für die geheilte Probe ein Rissvolumen von nur 0,6 Vol.-%, während die vorgeschädigte, nicht geheilte Probe ein Rissvolumen von 2,8 Vol.-% aufwies (vergleiche grün hervorgehobener Bereich auf der linken Seite in Abbildung 5.82). Dennoch blieben einige Teile des Risses nach der Heilung geöffnet. Außerdem konnte eine größere Ansammlung von Porosität in der Umgebung des Risses festgestellt werden, wie in Abbildung 5.81 gezeigt. Da diese Porosität in den CT-Bildern vor der Ausheilung nicht zu finden ist, kann auf eine Porenbildung durch die Ausheilung geschlossen werden. Die Hohlräume in der geheilten Probe haben eine kreisförmige Form; scharfe Rissspitzen sind in der Probe nicht mehr vorhanden. Abbildung 5.82 zeigt das 3D-Volumen des Risses vor und nach der Heilung der Probe H-Ar-60-700, was eindeutig auf eine starke Abnahme des Rissvolumens hinweist.

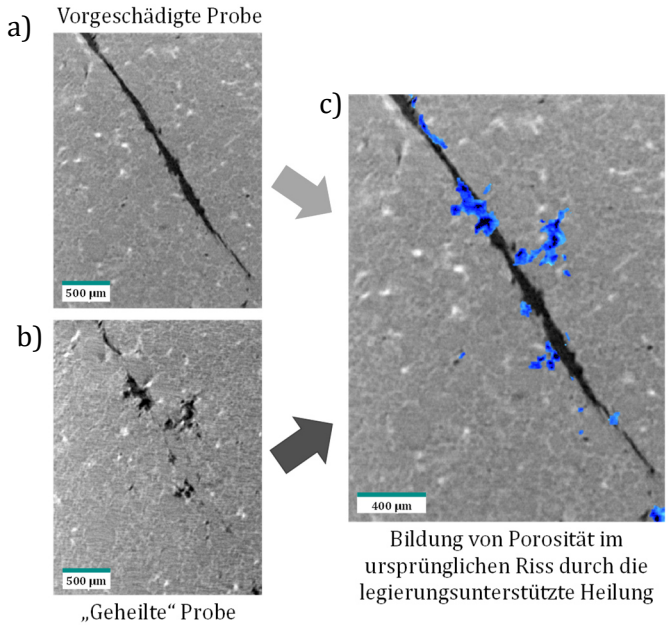


Abbildung 5.81 a) bis c). Vergrößerte CT-Aufnahmen der Probe H-Ar-60-700. a) Oben links im geschädigten Zustand. b) Unten links nach dem legierungsunterstützten Heilungsversuch. c) Vergleich der Porosität nach dem Heilungsversuch (blau) im Vergleich zum ursprünglichen Riss. Aus [234].

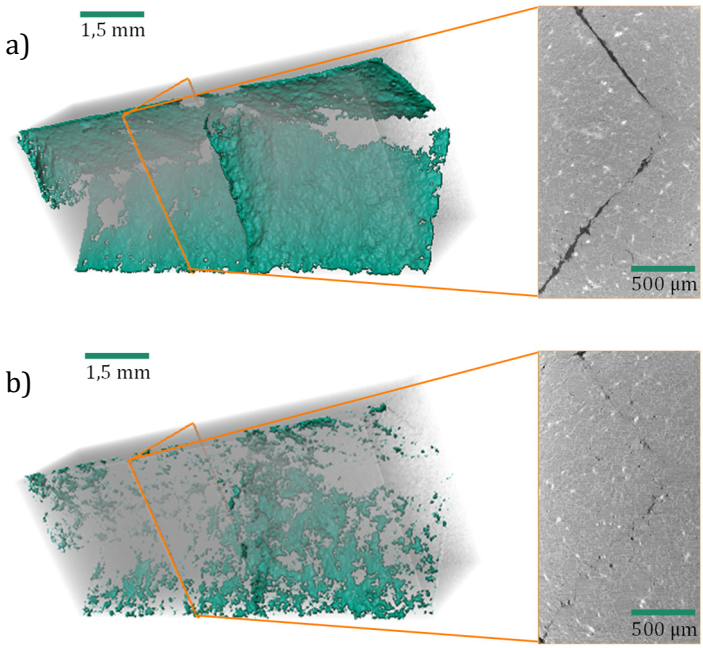


Abbildung 5.82 a) und b). Untersuchung des Heilungseinflusses auf das Rissvolumen – links als 3D Darstellung, rechts im Querschnitt. a) Oben der Riss vor der Heilung. b) Unten der Riss nach dem legierungsunterstützten Heilungsversuch. Aus [K6], bzw. [174].

5.5.3 Lotunterstützter Heilungsansatz

Ein weiterer Ansatz im Hinblick auf die Rissheilung ist der flussmittel- und lotgestützte Heilungsansatz. Abbildung 5.83 zeigt CT-Bildausschnitte der entsprechenden Probe SC-A-1-500 nach der Heilung, wobei die hellen Bereiche das Lot auf Zinnbasis darstellen, welches durch seine hohe Röntgenabsorption weißlich wiedergegeben wird. Durch die hohe Dichte und die damit verbundene hohe Röntgenabsorption des Zinns ist eine klare Unterscheidung zwischen Durchdringungsverbund und Lot möglich. Es ist deutlich zu erkennen, dass nicht nur der breite Scherriss mit dieser Methode geheilt wurde, sondern auch kleine Risse und durch das Rissnetzwerk zugänglich gemachte Porositäten durch das Lot gefüllt wurden. Einzelne Risse, die für das Lot schwer zugänglich waren, wurden jedoch nicht vollständig gefüllt, so dass die Rissspitzen offen bleiben, wie in den vergrößerten Bereichen der Abbildung 5.83 zu sehen ist.

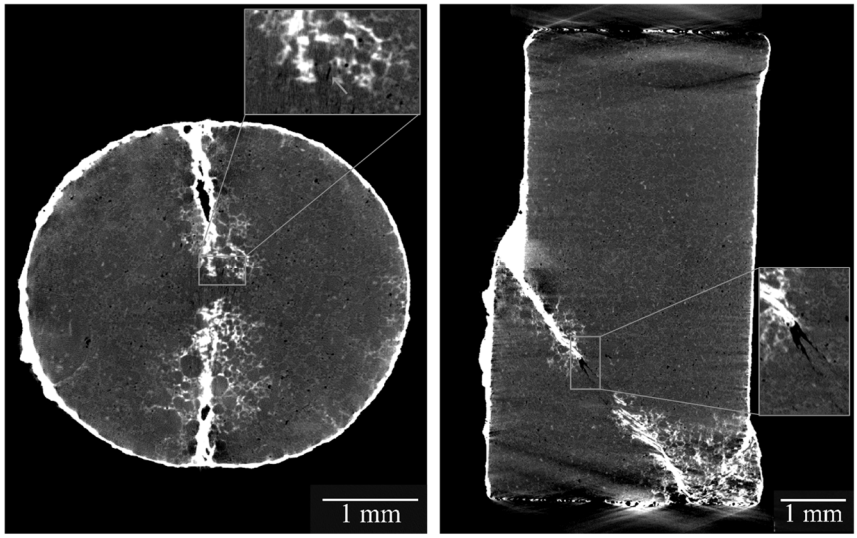


Abbildung 5.83 Horizontaler und vertikaler Schnitt durch den CT-Scan der zylindrischen Probe SC-A-1-500 nach dem lotunterstützten Heilungsansatz. Die hellen Bereiche entstehen durch die höhere Strahlabsorption der im Lot vorhandenen Elemente während dem CT-Scan. Aus [234].

Um den Einfluss der Heilung der Versuche zu vergleichen, wurde die elastische Konstante in Druckrichtung im ungeschädigten, geschädigten und geheilten Zustand nach dem Risslöten gemessen. Vier Proben wurden untersucht und die Ergebnisse sind als relative Steifigkeitswerte im Vergleich zu C_{22} der jeweiligen unbeschädigten Probe in Abbildung 5.84 dargestellt.

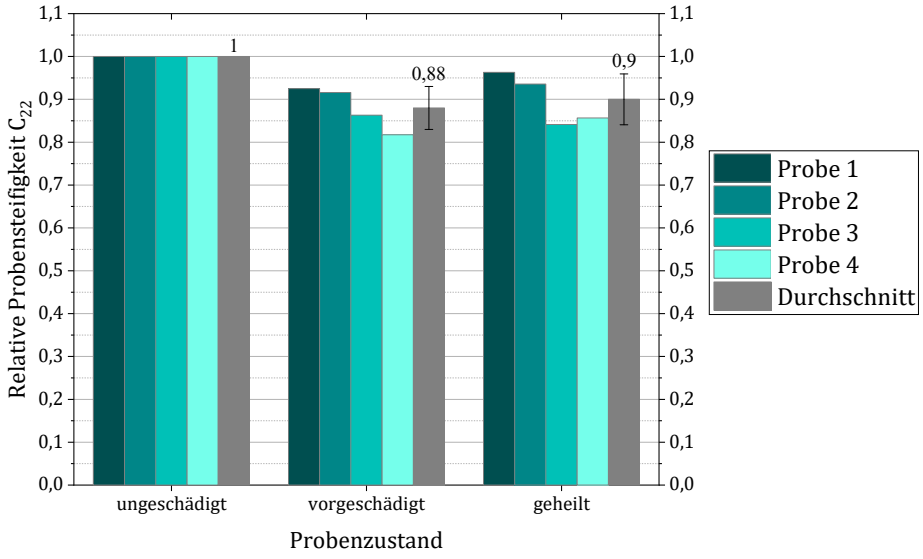


Abbildung 5.84 Relative Steifigkeit in der Zylinderachse, bzw. Lastrichtung (C22) der ungeschädigten, vorgeschädigten und durch den Lotansatz geheilten Durchdringungsverbundprobe. Die Ergebnisse von vier verschiedenen Proben, sowie deren Mittelwert und Standardabweichung sind aufgeführt. Aus [234].

Alle Proben zeigen eine deutliche Abnahme der Steifigkeit aufgrund der Schädigung und der Mittelwert des Steifigkeitsverlustes beträgt 12 ± 5 %. Da die gegebenen Experimente bei einem bestimmten Kraftabfall gestoppt wurden (vergleiche Kapitel 4.7), kann das Ausmaß der in jede Probe eingebrachten Schädigung nicht exakt gleich eingestellt werden, weshalb die Steifigkeit der geschädigten Proben zwischen 81,7 und 92,5 % der ursprünglichen Steifigkeit schwankt.

Eine Erhöhung der Elastizitätskonstante nach dem Risslöten wird für drei von vier Proben festgestellt. Wie die mikrostrukturellen Untersuchungen daraufhin gezeigt haben, hat Probe 3 eine andere Schädigungsstruktur als die anderen Proben und damit auch ein anderes Verhalten beim Löten, was die fehlende Steifigkeitserhöhung nach dem Löten erklären kann. Daher wird diese Probe für den weiteren Vergleich nicht berücksichtigt. Die Untersuchungen zeigen eine Zunahme in einem Bereich von 85,6 bis 96,3 % der ursprünglichen Steifigkeit, sodass sich für die bereinigte Auswertung ein Mittelwert von 91,8 % mit einer Standardabweichung von 5,5 % ergibt (unter Einbeziehung aller vier Proben wird ein Mittelwert von 90,0 % mit einer Standardabweichung von 5,9 % erreicht, wie in Abbildung 5.84 dargestellt). Die mikrostrukturelle Computertomographie zeigt, dass die Risse von der Oberfläche aus geheilt werden (vergleiche Abbildung 5.83). Risse im Inneren der Probe bleiben deshalb mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit offen, da sie für das von außen eindringende Lot nicht zugänglich sind.

Mit den in Abbildung 5.84 dargestellten Ergebnissen kann der mittlere experimentelle Heilungsgrad für die elastische Drucksteifigkeit mit $\eta_{C_{22}} = 31{,}7\ \%$ (zwischen 21,4 und 50,4 %) beziffert werden.

5.5.4 Diskussion des Selbstheilungspotentials

Der Diskussion der Ergebnisse zum Selbstheilungspotential vorab wird die Definition von (Selbst-)Heilung unter Berücksichtigung der Anwendbarkeit auf Metall-Keramik-Durchdringungsverbunde diskutiert. Die Unterscheidung in autonome und nicht-autonome Selbstheilung nach Ghosh et al. [178] ist nicht auf Metall-Keramik-Durchdringungsverbunde übertragbar, da immer eine Aktivierung durch einen externen Auslöser erforderlich ist, um in der metallischen Phase eine Selbstheilung anzuregen. Eine weiter gefasste Unterscheidung zwischen (nicht-autonomer) Selbstheilung und Heilung wird an dieser Stelle deshalb eingeführt. Der Begriff der Selbstheilung umfasst in Anlehnung an Ghosh et al. die Zufuhr von externer Energie, nicht aber die Unterstützung durch zusätzliches Material. Vor diesem Hintergrund werden die oben beschriebenen legierungs- und lotunterstützten Experimente als Heilungsexperimente definiert, während Experimente ohne zusätzliche Legierung zu den Selbstheilungsansätzen zählen.

Unter Berücksichtigung der in den vorangegangen Unterkapiteln vorgestellten Ergebnisse der Rissheilung kann der in Kapitel 4.7 erwähnte Heilungserfolg η bestimmt werden. Für den Heilungsansatz diente das aus der CT-Bildgebung ausgewertete Rissvolumen (siehe Abbildung 5.82) als Eigenschaft von Interesse für die Berechnung der Heilungseffizienz, die im Folgenden mit $\eta(V)$ bezeichnet wird. Diese Auswertung war für den Vorversuch und die Selbstheilungsansätze aufgrund der damit einhergehenden Zunahme der Porosität nicht möglich. Daher wurden bei den Selbstheilungsversuchen die in Abbildung 5.79 dargestellten Rissdickenänderungen zur Bestimmung von $\eta(d)$ herangezogen.

Einige Rissbereiche wurden durch die Behandlung schmäler oder breiter, auch wenn sich die Mehrzahl der Risse kaum veränderte. Infolgedessen konnten unterschiedliche Werte für $\eta(d)$ ermittelt werden. Die Verbreiterung des mit dem roten Pfeil in Abbildung 5.79 markierten Risses führt beispielsweise zu einem negativen Heilungserfolg $\eta(d)$ von $-75{,}6\ \%$, während der mit einem grünen Pfeil markierte Rissabschnitt dünner wurde und somit einen Heilungserfolg $\eta(d)$ von 51,8 % aufweist. Die erhöhte Porosität und die geringen Rissveränderungen in den selbstheilenden Proben liegt am Ausfluss von Aluminiumlegierung aus der Probe, der durch die schlechte Benetzung im Werkstoffsystem verursacht wird:

$$p_K = \frac{2 \cdot \delta \cdot \cos(\gamma)}{\frac{1}{2} \cdot d} \tag{38}$$

Der Kapillardruck p_K hängt von der Oberflächenspannung δ, dem Rissdurchmesser d und vom Kontaktwinkel γ zwischen Legierungsschmelze und Keramik ab.

Der Kontaktwinkel γ bestimmt zudem, ob eine Flüssigkeit eine Kapillare selbständig füllt oder nicht. Bei den nicht benetzenden Materialkombinationen von Aluminiumoxid und Aluminium ist der Wert von γ größer als 90° (vergleiche Basista et al. [189]), was zu einem negativen Kapillardruck p_K gemäß der Gleichung 38 führt.

Durch den hohen Kapillarwiderstand ist es für die Aluminiumschmelze günstiger, den Probekörper zu verlassen, als in enge Risse einzudringen. Dies erklärt den fehlgeschlagenen Vorversuch und bestätigt die physikalischen Triebkräfte, welche zu einem Ausfließen der Legierung anstelle einer effizienten Selbstheilung führten.

Im Gegensatz zur Theorie von Basista et al. [189] konnte der Kapillarwiderstand bei den Selbstheilungsversuchen mit dem gewählten Versuchsaufbau nicht durch Anlegen eines äußeren Gasdrucks von bis zu 60 bar überwunden werden. Auch der Ansatz einer zusätzlichen Barriere an der Probenoberfläche durch die formschlüssige Einbettung in Gips konnte das Ausfließen der Legierung nicht verhindern. Der noch schlechtere Benetzungswinkel von Bornitrid zur Aluminiumschmelze konnte die Risspenetration ebenfalls nicht begünstigen und zeigte keinen merklichen Einfluss auf die Verhinderung des Legierungsausflusses.

Durch Zugabe der gleichen Legierung, die in der Probe für den Heilungsansatz enthalten war, wirkte bei der thermischen Ausdehnung der Legierung ein Gegendruck auf die Probenoberfläche. Mit Hilfe des Gasdrucks infiltrierte die zusätzliche Legierung die Risse, was zu einer gleichmäßig verteilten Ausheilung mit einem Ausheilungserfolg $\eta(V)$ von 78,6 % bezogen auf das Rissvolumen führt. Ein weiterer Vorteil könnte die Geometrie des Parallelepipeds sein, wodurch der Riss für die zusätzliche Legierungsschmelze mit den größeren Oberflächen zu Volumenverhältnis besser zugänglich ist als bei den zylindrischen Proben. Die Restporosität innerhalb des gefüllten Risses ist das Ergebnis der Wärmeausdehnung der Legierung beim Abkühlen. In diesem Zusammenhang ist die leicht erhöhte Porosität nach der Ausheilung hervorzuheben, welche bei den selbstgeheilten Proben, aufgrund des Legierungsausflusses, in deutlich höherem Maße beobachtet wurde. Nach dem Vergleich der Porenposition aller selbstgeheilten Proben vor und nach den Selbstheilungsversuchen sind keine Muster oder Regelmäßigkeiten zu erkennen, was auf einen zufälligen Porenbildungs- und Umlagerungsprozess analog zu Abbildung 5.80 hinweist. In der geheilten Probe H-Ar-60-700 konnte die Mehrzahl der neu gebildeten Poren in unmittelbarer Nähe der Risse gefunden werden. Da das Ausfließen des probeneigenen Aluminiums durch die zugesetzte Legierung verhindert wurde, ist davon auszugehen, dass der ehemalige Poreninhalt während des Heilungsprozesses in die Risse gewandert ist. Wäre dies der Fall, dass die zugegebene Legierung nur als Medium zum Übertrag des äußeren Druckes auf die Probe und dem Verhindern des Ausfließens der Legierung aus der Probe diente, könnte man von einer Selbstheilung sprechen. Da es jedoch nicht möglich ist, die Fließbewegung der Schmelze während des Heilungsversuchs zu verfolgen, kann diese Annahme nicht bewiesen werden.

Die in Abbildung 5.83 dargestellten Ergebnisse des Lötversuchs zeigen, dass das Flussmittel die Passivierungsschicht an der inneren Oberfläche des Materials entfernen konnte und so zu

einem verbesserten Benetzungsverhalten des Lots an der inneren Materialoberfläche des Durchdringungsverbunds führte. Das Lot dringt sowohl in breite Risse als auch in kleinere Hohlräume ein. Damit belegen diese Versuche das Vorhandensein einer Oxidschicht innerhalb des Risses. Dort, wo das Flussmittel lokal in schlecht zugängliche Rissspitzen nicht eindringen konnte, fand auch keine verbesserte Oberflächenbenetzung und damit keine Infiltration der Risse in der Probe statt. Obwohl das Lotmaterial mechanisch schlechtere Eigenschaften im Vergleich zu dem in der Probe enthaltenem AlSi10Mg aufweist, verspricht dieser Heilungsansatz eine Verbesserung der mechanischen Eigenschaften des Durchdringungsverbundes im Vergleich zur geschädigten Probe, da scharfkantige Rissspitzen durch diesen Ansatz gefüllt werden, wodurch lokale Spannungskonzentrationen reduziert werden [177]. Im Übertrag auf den Anwendungsfall ist dabei die vollständige Heilung besonders in mechanisch belasteten Bauteilregionen ein ausschlaggebender Faktor, da nicht vollständig gefüllte Rissspitzen, wie sie in Abbildung 5.83 zu sehen sind, im Falle einer erneuten Belastung weiterhin als potenzieller Ort für die Rissausbreitung bestehen bleiben.

Die Minimierung lokaler Spannungen nach Grabowski et al. [177] kann auch nach dem Heilungsansatz beobachtet werden. Obwohl die gefüllten Risse nach der Heilung lokale Restporosität aufweisen, sind die entstandenen Hohlräume kugelförmig und auch im geschädigten Zustand vorhandene Rissspitzen wurden durch die Ausheilung verrundet. Dieser Effekt ist ebenfalls für die Vorversuche der Selbstheilung in Abbildung 5.79 zu erkennen, wenn auch in weniger ausgeprägter Form.

6 Diskussion

Entsprechend dem Titel dieser Arbeit werden in diesem Kapitel die beiden großen Bereiche „Herstellung“ und „Charakterisierung“ ganzheitlich diskutiert und in einen Gesamtkontext gestellt. Da die Herstellung unweigerlichen Einfluss auf die Eigenschaften des Durchdringungsverbunds hat, wird der Schwerpunkt der Diskussion auf das Zusammenspiel aus Gefüge- und Eigenschaftsbeziehungen gelegt werden. Im ersten Unterkapitel werden wichtige Aspekte des Herstellungsprozesses beleuchtet, die sowohl zu einer erfolgreichen Herstellung beitragen als auch ein grundlegendes Verständnis über den Durchdringungsverbund aufzeigen. Im zweiten und dritten Unterkapitel wird darauf aufgebaut, bevor ein übergeordneter Vergleich der Eigenschafen gezogen und erfolgsversprechende Parameteranpassungen für die Selbstheilung, auch aus dem Verständnis der anderen Gefüge-Eigenschafts-Beziehungen heraus diskutiert werden.

6.1 Durchdringungsverbundherstellung

Wie bereits im Unterkapitel 5.1.4.3 diskutiert, kommt es bei der Gasdruckinfiltration lokal zu Infiltrationsfehlern (vergleiche Basista et al. [189]) und damit der Ausbildung von Restporosität. Demnach kann die Qualität der Infiltration chargenabhängig, aber auch lokal in der Probe unterschiedlich sein. Um die dafür verantwortlichen Phänomene zu beleuchten und den Hergang der Infiltration als solchen im Detail zu erklären, wird – auch im Vergleich zur Literatur – der Herstellungsprozess und die Infiltration der Metallschmelze in die Poren diskutiert. Dabei stellt sich die Frage der Infiltrierbarkeit in Abhängigkeit der variierbaren Parameter. Dazu zählen zum einen die Temperatur, welche einen Einfluss auf die Viskosität der Schmelze (vergleiche Hur et al. [295]) und die Oberflächenspannung hat (vergleiche Anson et al. [296] oder Sarou-Kanian et al. [297]). Zum anderen das Vakuum, welches während des Heizprozesses in der Prozesskammer anliegt und das eng verbunden mit der Temperatur die Oxidation der Schmelze und damit deren Viskosität und Oberflächenspannung (vergleiche Naka et al. [52]), als auch den Benetzungswinkel (vergleiche Hashim et al. [57]) beeinflusst. Ein weiterer wichtiger Parameter, der die Infiltrationsgüte maßgeblich mit beeinflusst, ist der Infiltrationsdruck, mit dem die Schmelze in die keramische Preform infiltriert wird und der den natürlichen Widerstand der Benetzung bei der Infiltration überwindet. Gil et al. [298] untersuchten den Einfluss von Infiltrationsdrücken auf die gasdruckunterstützte Infiltration von flüssigem Aluminium, in drei verschiedenen keramischen Preformen aus Aluminiumoxid, wobei die Porositäten 63, 74 und 80 % betrugen. Die geschlossene Porosität variierte zwischen 10,5 und 1,5 %. Die zweite Preform ähnelt, abgesehen von der höheren geschlossenen Porosität von 4,6 % (was geringfügige Einflüsse auf die Mikrostruktur und Tortousität hat), dem hier untersuchten Materialsystem. Eine vollständige Sättigung der offenen Porosität mit Quecksilber konnte laut Messungen bei ca. 95 bar erreicht werden. Die experimentelle Durchführung mit Aluminium zeigte eine Sättigung von 82,2 % bei einem Infiltrationsdruck von 2,5 bar. Der Verlauf ähnelt einem beschränkten Wachstum und erreicht bei niedrigeren Drücken von beispielsweise 1,6 bar eine Sättigung von 61,3 %, wohingegen bei einem Infiltrationsdruck von 1,4 bar lediglich eine Sättigung von 31,9 % erreicht wird. Die Mikroskopieaufnahmen der unterschiedlichen Infiltrationssättigungen in Gil et al. [298] bestätigen die in dieser Arbeit aufgestellte Hypothese durch die Kapillardrucksimulation in VG Studio Max (vergleiche Kapitel 5.1.1) an der untersuchten Preform. Zuerst werden Kanäle zwischen großen „Fenstern“ in den Porenverbindungen gebildet, welche die Metallschmelze netzwerkartig in der Preform verteilen. Dann werden die Cluster zwischen den Netzwerken gefüllt. Schließlich ergießt sich der Schmelzestrom in Poren mit den kleinsten Poren“fenstern“ zu den Nachbarporen. Auch in computertomographischen Aufnahmen einer „schlecht infiltrierten“

Probe kann dieses Phänomen bestätigend beobachtet werden und ist in Abbildung 5.8 (Kapitel 5.1.3) gezeigt.

Die benötigten Drücke in der Kapillardrucksimulation sind im Vergleich zur Publikation von Gil et al. für den Anfangsfüllgrad um eine halbe Größenordnung geringer, da der Sprung zwischen einer Sättigung von 20 und 70 % schon bei 0,5 bar auftritt (siehe Abbildung 6.1). Dies kann an der Tortousität und Morphologie der „Fenster“ liegen, welche die einzelnen offenen Poren miteinander verbinden. Die geringere geschlossene Porosität verringert die Tortousität insgesamt, da dadurch eine direktere Zugänglichkeit ohne Barrieren von geschlossenen Poren zwischen den einzelnen offenen Poren vorliegt. Die durchgeführte Quecksilberporosimetrie dieser Arbeit zeigt an der untersuchten keramischen Preform, dass der Sprung in der Sättigung (von 14 auf 57 %) ebenfalls bei ca. 0,5 bar stattfindet (siehe ebenfalls Abbildung 6.1).

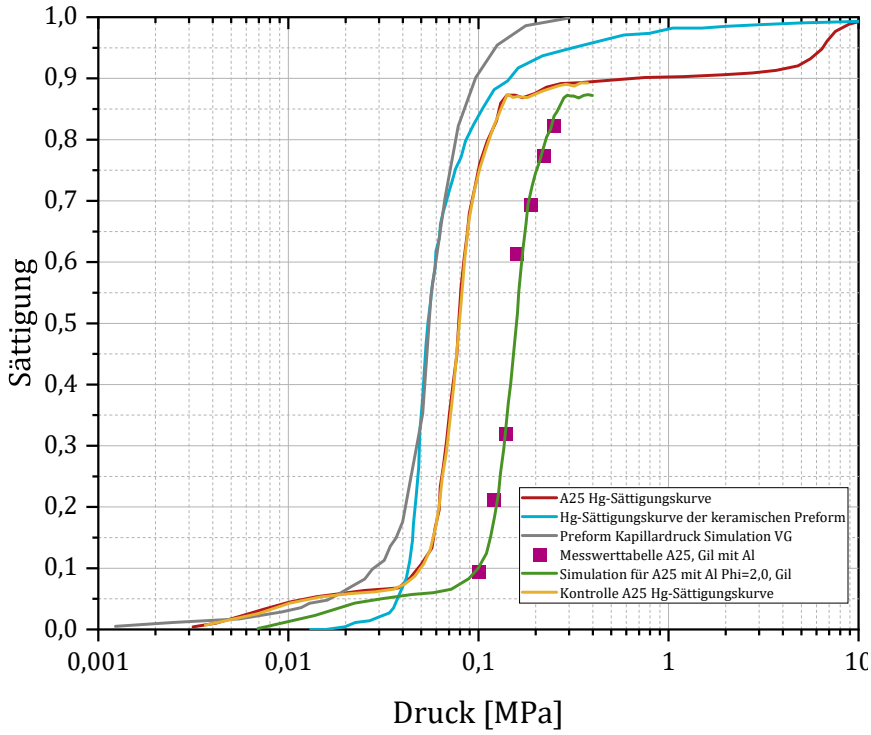


Abbildung 6.1 Sättigung einer mit flüssigem Metall infiltrierten, porösen keramischen Preform in Abhängigkeit vom Infiltrationsdruck. Vergleich von Literaturwerten (Gil et al. [298]), einer Kapillardruck Simulation und experimentell gemessener Daten. Unterschieden wird zwischen zwei unterschiedlichen keramischen Preformen (A25 und der in dieser Arbeit verwendeten „Preform“), sowie der Metallschmelze (Quecksilber und Aluminium).

Der Benetzungswinkel von Quecksilber auf Aluminiumoxid liegt bei ca. 140° (Tabellenwert in der Software Pascal 440 von ThermoScientific [299]), wohingegen der Benetzungswinkel von Aluminium auf Aluminiumoxid für Temperaturen von 700 bis 750 °C ein relativ großes Spektrum an Werten in der Literatur erfährt. Diese reichen von 90° (vergleiche Klinter et al. [300]) über Werte oberhalb 100° (z.B. 105° von Jonas et al. [301] oder ca. 125° von Shen et al. [302]) bis hin zu Werten oberhalb des Benetzungswinkels von Quecksilber (ca. 160° von Nicholas [303] und ca. 170° von Wolf et al. [304]). Die große Streuung der Werte kann mehrere Ursachen haben und zeigt, dass es an dieser Stelle keine einheitliche Meinung in der Literatur gibt. Gründe sind der mögliche Eintrag von Sauerstoff in die Schmelze, welcher den Benetzungswinkel bei konstanter Temperatur auch über die Zeit ändern kann (siehe Bao et al. [53]) und außerdem abhängig von der Zusammensetzung der Legierung ist (vergleiche Hur et al. [295]). Ein weiterer Grund, neben der Prüfatmosphäre, kann die

Oberflächenbeschaffenheit der in festem Aggregatszustand vorliegenden Aluminiumoxidkeramik sein, welche durch eine sehr hohe Strukturierung und Oberfläche bis hin zu totaler Nichtbenetzung führen kann, wie es der Lotuseffekt beschreibt (vergleiche Maleprade et al. [305]).

Aus den mikroskopischen Aufnahmen in den Ergebnissen von Gil et al. [298] kann diese strukturell bedingte schlechte Benetzbarkeit beobachtet werden. Neben den strukturellen Unterschieden in der keramischen Preform (Tortousität und allgemeine Porenbeschaffenheit) und dem anderen Versuchsaufbau (möglicherweise veränderter Oxidationseinfluss auf die Schmelze) führt das dazu, dass dort ein größerer Benetzungswinkel zwischen Aluminiumschmelze und keramischer Preform vorliegt. Dies führt wiederum zu einer Verschiebung der Sättigungskurve zu höheren Drücken, um dieselbe Sättigung wie bei Quecksilber zu erreichen (vergleiche Abbildung 6.1). In der Diskussion von Gil et al. wird dieser Zusammenhang der großen Schwankungen in der Benetzung von Aluminium zu Aluminiumoxid ebenfalls thematisiert, wenn es um den Fitparameter φ für die Simulation der Aluminiumschmelzensättigung in der keramischen Preform im Vergleich zum Verlauf der experimentellen Quecksilbersättigung geht. Wird die Oberflächenspannung von Aluminium und Quecksilber im Vergleich betrachtet, so fällt auf, dass die Oberflächenspannung von Quecksilber mit $0{,}48\,\frac{\mathrm{N}}{\mathrm{m}}$ ca. halb so groß ist, wie für Aluminium bzw. dessen Legierungen ($1{,}05\,\frac{\mathrm{N}}{\mathrm{m}}$ für reines Aluminium, Sarou-Kanian [297] und 0,844 bis $0{,}889\,\frac{\mathrm{N}}{\mathrm{m}}$ für die A356 Legierung, Anson [296]) und damit auch die Infiltrationsdrücke für die gleiche Sättigung in der Größenordnung der Oberflächenspannungsunterschiede liegen. Dies deckt sich konsistent mit der verwendeten Oberflächenspannung der verwendeten, schlecht benetzenden Flüssigkeit in der Kapillardrucksimulation, die im Vergleich zu Quecksilber in einer ähnlichen Größenordnung lag ($0{,}436\,\frac{\mathrm{N}}{\mathrm{m}}$) und deshalb auch zu einem sehr ähnlichen Verlauf der Sättigung führt. Der Einfluss des Skalierfaktors φ von Gil et al. ist damit maßgeblich von der Oberflächenspannung dominiert und bringt darüber hinaus die Erkenntnis für diese Arbeit, dass die Infiltrationsqualität durch eine modifizierte Oberflächenspannung der Legierung, wie beispielsweise durch Strontium (vergleiche Anson et al. [296]), verbessert werden könnte. Der Infiltrationsdruck von bis zu 60 bar in dieser Arbeit liegt mit einem zufriedenstellenden Infiltrationsergebnis zudem deutlich unterhalb der Infiltrationsdrücke, die bei Gil et al. [306] notwendig waren, um die in beiden Veröffentlichungen identischen Preformen zu infiltrieren. Infiltrationsdrücke bis zu 103 bar waren dort notwendig, um vergleichbare Infiltrationsqualitäten bei gegebener Mikrostruktur zu erzielen. Das wiederum machte den Verlaufsunterscheid und die Parallelen in den benötigten Druckverhältnissen aus und wird Abbildung 6.1 bestätigt.

Ein weiterer, letzter Parameter, ist die Abkühlgeschwindigkeit. Sie hat einen maßgeblichen Einfluss auf das Gefüge und ist in diesem Fall, anlagenbedingt nahe dem thermodynamischen Gleichgewicht bei Abkühlraten, kleiner $10\,\frac{\mathrm{K}}{\mathrm{min}}$. Dies führt dazu, dass sich eine Erstarrung der Schmelze in großen nadelförmigen Ausscheidungen und der dazwischen befindlichen α-Aluminiumphase ergibt, ohne über die Übersättigung von Mischkristallen die warm- oder kalt ausgelagerte Ausscheidungshärtung zu beinhalten (vergleiche z.B. Abbildung 5.6, Abbildung 5.17 oder Voncina et al. [256]). Außerdem spielt die Größe der Ausscheidungen und der Zustand des Mischkristalls für die mechanischen Eigenschaften, besonders im Hinblick auf die Ausbildung von Eigenspannungen und die Abweichung im thermischen Ausdehnungskoeffizienten, durch die ihrer lokalen Ausdehnung eine relevant werdende Rolle. Auf diese wird jedoch im Zusammenhang der Gefüge-Eigenschafts-Beziehungen im nächsten Unterkapitel eingegangen.

6.2 Gefüge-Eigenschafts-Beziehungen keramischer Preformen

6.2.1 Der untersuchten keramischen Preform

Die in dieser Arbeit verwendete keramische Preform zeigt durch ihre kompakten keramischen Stege und die enge Porengrößenverteilung gute mechanische Eigenschaften. Nach der Behauptung von Nowak et al. [307], dass eine zu geringe Festigkeit der keramischen Stege zur Zerstörung dieser bei Infiltration führt, kann für die hier untersuchte keramische Preform geschlussfolgert werden, dass die Festigkeit ausreichend hoch ist. Dies bestätigt auch die Druckfestigkeit der keramischen Preform, ebenfalls im Vergleich zu anderen keramischen Preformen, wie sie in Kapitel 2.3.1 aufgeführt sind.

In der Veröffentlichung von Horny et al. [188] wurde die in dieser Arbeit verwendete keramische Preform experimentell und numerisch untersucht. In nachfolgendem Abschnitt werden Erkenntnisse daraus in die Diskussion der Gefüge-Eigenschafts-Beziehungen einfließen und die Erkenntnisse über die Preform aus experimenteller Sicht komplettieren. Im Vergleich zwischen dem experimentell bestimmten E-Modul mittels UPS, übersteigen die Ergebnisse für den effektiven Elastizitätsmodul aus den Simulationen diesen für die keramische Preform um ca. 50 % (vergleiche Tabelle 5.8 und Tabelle 6.1).

Tabelle 6.1 Steifigkeitskoeffizienten und elastische Konstanten (in GPa), sowie die Querkontraktionszahl (einheitenlos) für die modellierte keramischen Preform,aus [188].

Material	C_{11}	C_{22}	C_{33}	C_{44}	C_{55}	C_{66}	C_{12}	C_{13}	C_{23}	E_{11}	E_{22}	E_{33}	E_{eff}	**ν**
Al_2O_3-Preform	33,7	35,2	37,8	13,6	12,8	12,0	8,8	8,9	9,0	30,0	31,0	33,0	31,0	0,21

Eine mögliche Ursache ist, dass dem Porenvolumen eine kleine, aber von Null verschiedene Steifigkeit zugewiesen werden musste. Dies führt zu einer Überschätzung der Steifigkeit in den numerischen Untersuchungen des Schaums. Auch die Wahl der Größe des repräsentativen Volumenelements (engl. Representative Volume Element (RVE)) spielt bei der Simulation eine wichtige Rolle. Abhängig davon, ob in der Volumeneinheit lose oder zusammenhängende Strukturen vorhanden sind, hat dies einen starken Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften. Daneben spielt der gewählte Ausschnitt in Abhängigkeit des Anteils an keramischer Phase eine ausschlaggebende Rolle und kann gleichzeitig dafür genutzt werden, die elastischen Eigenschaften in Abhängigkeit des keramischen Volumengehalts zu bestimmen und in Bezug zu analytischen Modellen zu setzen (vergleiche Kapitel 5.2.3.1).

Über die elastischen Grenzen hinaus zeigen die Gefüge-Eigenschaftsbeziehungen der keramischen Preform ein quasi-elastisches Verhalten, wobei lokale Schädigung unter Druckspannungen eintritt (vergleiche hierzu das Spannungs-Stauchungs-Diagramm in Abbildung 5.15 in Kapitel 5.2.2.1 mit dem Einsetzen der ersten Risse in Abbildung 5.29). Diese Risse konzentrieren sich, wie in der Diskussion der quasistatischen Druckschädigung in Kapitel 5.4.5.1 nach Kirsch [284] beschrieben, geometrisch am Porenrand. Darüber hinaus wird deutlich, dass die im Bildausschnitt sichtbare Vorschädigung nicht zum Versagensgeschehen der keramischen Preform beigetragen hat. Trotzdem ist davon auszugehen, dass Vorschädigung in der keramischen Preform in versagensrelevanten Bereichen mit zur Schwächung des Materials beiträgt und Auslöser für die Schädigungsinitiierung sein kann. Dies bestätigt die Weibullstatistik, welche mit einem Weibulparameter $m = 13{,}7$ und dem Lageparameter $\sigma_0 = 43{,}2\,\mathrm{MPa}$, bei einer Ausfallwahrscheinlichkeit von 63,2 % eine gewisse Streuung lässt, welche auf die größten Fehler in den Keramikstegen, unter anderem durch Vorschädigung, zurückzuführen ist.

Im Vergleich zum Durchdringungsverbund ist dort die bis zu dreimal höhere Stauchung bei maximaler Druckspannung bemerkenswert (ca. 1 % gegenüber 0,25 % nomineller Bruchstauchung). Zwar ist die hier aufgenommene Bruchsstauchung durch die bereits erwähnten Herausforderungen in der präzisen Bestimmung mit Vorsicht zu betrachten, jedoch lässt sich dieses Phänomen, ohne größere Erklärungen dazu, auch in den Messdaten von anderen Veröffentlichungen wie z.B. bei Boczkowska et al. [89], beobachten. Außerdem wird dieser Effekt in Ergänzung zwischen Simulation und Experiment deutlich (vergleiche Schukraft et al. [82]). Die metallische Phase wirkt der von außen einwirkenden Spannung in der keramischen Phase entgegen und stützt diese, sodass das dehnungsdominierte Versagen in der keramischen Phase und die in Folge dessen einsetzende Rissbildung erst später eintreten (vergleiche ausführlicher in Schukraft et al. [82]). Darüber hinaus spielen die durch die Herstellung gebildeten Eigenspannungen im Durchdringungsverbund eine zusätzliche Rolle und überlagern die äußeren Spannungen (vergleiche hierzu Horny et al. [234]).

6.2.2 Vergleich zu anderen keramischen Preformen

Der Vergleich der Gefüge-Eigenschafts-Beziehungen der keramischen Preform wurde bereits in Horny et al. [188] und [K1] veröffentlicht. Nachfolgende Diskussion ist deshalb stark an diese Veröffentlichungen angelehnt.

In der Literatur wird häufig davon ausgegangen, dass keramische Schäume bzw. Preformen ohne Nachweis annähernd homogen sind und die Porenmorphologie wird nur durch eine mittlere Poren- bzw. Zellen- und Fenstergröße oder einen Poren-pro-Zoll-Wert (engl. Pore per Inch (ppi)) quantifiziert. In vielen Fällen führen bereits die Herstellungsverfahren zu einer gewissen Heterogenität oder zu gerichteten mikrostrukturellen Verteilungen, wie aus dem Stand der Forschung in Kapitel 2.2.2.1 deutlich wird. Im Vergleich zu einigen anderen Studien über Keramikschäume auf Aluminiumoxidbasis mit einer vergleichbaren Porosität, die auf unterschiedliche Weisen hergestellt wurden, weist der untersuchte Keramikschaum eine höhere Druckfestigkeit auf (vergleiche Kapitel 2.3.1).

An den genannten Beispielen aus der Literatur in Kapitel 2.3.1 wird insgesamt deutlich, dass nicht nur die Porengröße für die mechanische Stabilität von keramischen Schäumen verantwortlich ist. Auch die aus dem jeweiligen Herstellungsverfahren resultierende Mikrostruktur spielt eine entscheidende Rolle für die mechanische Festigkeit. Beispielsweise beim Replikaverfahren weisen die keramischen Stege oft Poren im Inneren auf, wie es in den Publikationen von Hadi et al. [76], Acchar et al. [80], Boczkowska [64] und Dolata [308] zu sehen ist. Der von Studart et al. [46] gegebene Überblick über verschiedene keramische Schäume, in denen die Druckfestigkeit in Abhängigkeit von der Porosität und dem Herstellungsverfahren dargestellt wird, wird an dieser Stelle noch einmal aufgegriffen und in Bezug zu der hier untersuchten keramischen Preform gestellt. Die keramische Preform kann in dem Diagramm (siehe Abbildung 6.2) im oberen Bereich der Druckfestigkeit der offenporigen Aluminiumoxidschäume eingeordnet werden, der sich von 0,15 bis 100 MPa (für relative Dichten von 0,04 bis 0,54) erstreckt. Die sehr homogene Porenverteilung im Inneren der Keramik und die dichten Keramikstege, sowie die enge Porengrößenverteilung mit einem geringen mittleren Porendurchmesser von 34,8 µm und einen Median des Porendurchmessers von 39,4 µm, sind die ausschlaggebenden mikrostrukturellen Gründe für die hohe Belastbarkeit der in dieser Arbeit verwendeten keramischen Preform. Im quasi-elastischen Bereich trägt zusätzlich die plättchenförmige Anordnung einiger Körner im Preformgefüge zur Rissüberbrückung bei, sodass das Versagen über die Anrissbildung hinaus verzögert werden kann. Durch die hohe mechanische Belastbarkeit tritt bei Überschreiten der kritischen Last ein vergleichsweise sprödes Versagen ohne die Ausbildung eines charakteristischen Plateaus in einem dreistufigen Versagensprozess auf, wie es für viele

keramische Schäume mit ähnlichen Keramikanteilen der Fall ist (vergleiche Meille et al. [85]). Deren Festigkeiten liegen meist bei einem Bruchteil der hier untersuchten Preform (vergleiche Prabhakaran et al. [77]).

Somit lässt sich für die keramische Preform im Vergleich zu anderen keramischen Preformen und keramischen Schäumen im Allgemeinen festhalten, dass nicht nur die mechanischen Eigenschaften herausstechen, sondern durch die homogene Mikrostruktur und gute Infiltrierbarkeit (vergleiche Abbildung 6.1) auch die Eignung als keramische Preform für einen Durchdringungsverbund. Damit ist mit einem verhältnismäßig geringen Keramikgehalt von 26 % eine hohe Festigkeit erreicht, wie sie verglichen mit anderen Herstellungsverfahren erst bei deutlich höheren keramischen Anteilen und ausschließlich mit teilweise geschlossener Porosität und damit stabileren Zellwänden erreicht wird (vergleiche Studart et al. [46] in Abbildung 6.2).

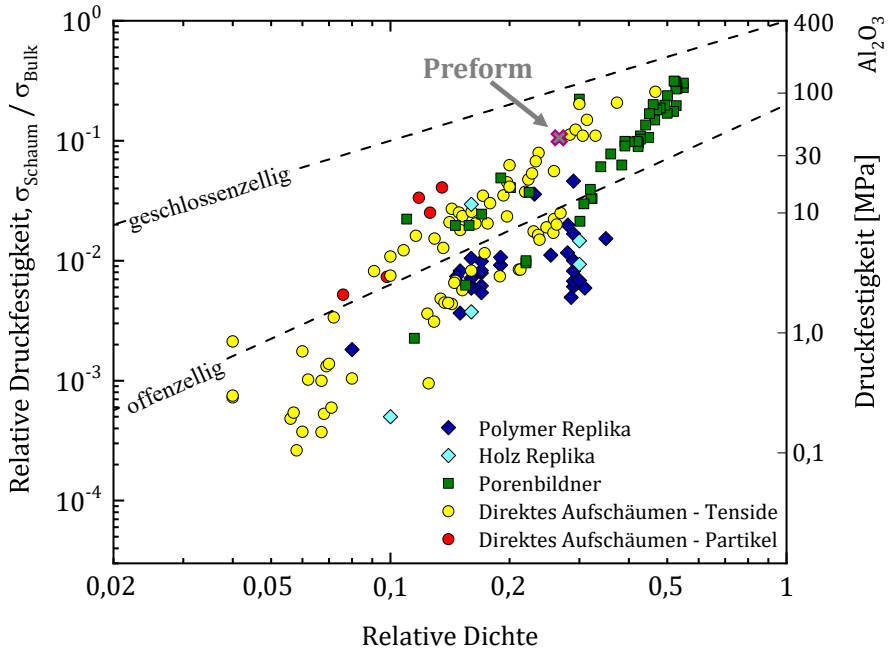


Abbildung 6.2 Vergleich der zusammengestellten mechanischen Kennwerte für keramische Preformen aus der Literatur mit der hier verwendeten keramischen Preform. Literaturwerte wurden von Studart et al. [46] zusammengetragen.

6.3 Gefüge-Eigenschafts-Beziehungen des IMCCs

Über die Gefüge-Eigenschaften der keramischen Preform hinaus und deren prägenden Einfluss auf das Durchdringungsverbundgefüge (vergleiche Kapitel 2.2.2.1), spielt die metallische Phase im Durchdringungsverbund eine wichtige Rolle, die in der Gesamtheit der Gefüge-Eigenschafts-Beziehungen des Durchdringungsverbunds nachfolgend diskutiert wird. Dabei lässt sich eine Untergliederung in die drei Bereiche „Herstellbedingte Gefüge-Eigenschafts-Beziehungen“, „Wärmebehandlungsbedingte Gefüge-Eigenschaftsbeziehungen“ und „Schädigungsbedingte Gefüge-Eigenschafts-Beziehungen“ finden, welche den Fokus auf die jeweils zugrundeliegenden Phänomene legt.

6.3.1 Herstellbedingte Gefüge-Eigenschafts-Beziehungen

Zu den herstellbedingten Gefüge-Eigenschafts-Beziehungen, welche einen maßgeblichen Einfluss auf das Materialverhalten haben, zählen vor allem die Porosität und die Ausbildung

der Phasengrenze und Gefügemorphologie. Alle drei werden durch die Herstellung und dafür gewählte Parameter beeinflusst was entsprechend in den nachfolgenden drei Unterkapiteln diskutiert wird.

6.3.1.1 Einfluss der Porosität

Wie die Mikrostruktur der keramischen Preform in Kapitel 5.1.1 zeigt, können für die Bildung von Porosität im Durchdringungsverbund einerseits herstellbedingte Risse in der keramischen Phase verantwortlich sein oder andererseits die geschlossene und damit nicht zugängliche Porosität in der Preform oder nicht vollständig infiltrierte, offene Porosität. Auf die Vermeidung letzterer wurde bereits im vorgehenden Kapitel 6.1 ausführlich eingegangen. Die geschlossene Porosität ist in der vorliegenden keramischen Preform sehr gering, unterliegt zwar lokalen Schwankungen, kann aber in der weiteren Betrachtung vernachlässigt bzw. für die Betrachtung in die nicht infiltrierbare offene Porosität integriert werden.

Durch die Herstellung werden entstandene Risse in der keramischen Preform genauso wie die offene Porosität gefüllt und spielen deshalb ebenfalls keine ausschlaggebende Rolle für die mechanische Performance. Für die Rolle in Bezug auf die thermischen Eigenschaften könnten größere, vor allem in die untersuchte Raumrichtung ausgeprägte Vorschäden in der keramischen Preform, einen Einfluss haben, da diese eine Anisotropie in der Verteilung der Phasen erzeugt. Jedoch konnte im Rahmen der Beobachtungen dieser Einfluss nicht bestätigt werden. Deshalb kann geschlussfolgert werden, dass die Vorschädigungen in der keramischen Preform durch die Infiltration eine unterkritische Rolle spielt.

Die verbleibende Porosität durch nicht vollständig infiltrierte Poren in der keramischen Preform und die davon abhängige Größe der relativen Dichte des Durchdringungsverbunds zeigen einen proportionalen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften. Die bewusste Untersuchung von porösen Proben wurde verwendet, um die Zusammenhänge mit den elastischen Eigenschaften zu untersuchen (vergleich Abbildung 5.8 und Abbildung 5.14). Bis auf wenige Ausreißer wird in Abbildung 5.14 der linear-proportionale Zusammenhang der relativen Dichte und der Steifigkeit bzw. des Elastizitätsmoduls in der Grafik deutlich.

Über den elastischen Bereich hinaus, zeigte die über die gesamte Arbeit durchgeführte Dokumentation der lokalen Position der Probenentnahme im Gussblock bei Herstellung eines Probenbatchs, dass auch hier Zusammenhänge erkennbar sind. Proben die bei der Entnahme aus dem unteren Teil des Gussblocks entnommen wurden, wiesen bei den Zugversuchen eine höhere Zugfestigkeit auf (im Mittel 143 MPa), wohingegen Proben aus dem oberen Teil des Gussblocks eine mittlere Zugfestigkeit von ausschließlich 76 MPa aufwiesen. Einerseits wird hierbei die Akkumulation von Porosität während der Herstellung deutlich, die für die Probenherstellung im Labormaßstab gewissen Schwankungen unterlag (vergleiche Kapitel 5.1.3, wo die gesamte Porosität im Mittel auf 0,6 % bestimmt wurde, aber auch einzelne Proben untersucht wurden, bei denen Porositäten im Bereich von 2-3 % gefunden wurden). Andererseits zeigte sie die hohe Sensitivität der Zugfestigkeit auf das Vorhandensein bzw. Schwankungen von Porosität im Subprozentbereich. In den Druckversuchen konnte eine solche Sensitivität nicht festgestellt werden, was in Bezug auf die Schädigung in Kapitel 6.3.3 diskutiert wird.

6.3.1.2 Einfluss der Grenzfläche

Neben der Infiltrationsgüte, abhängig vom Infiltrationsdruck und der Benetzung (vergleiche Kapitel 6.1), spielt die Grenzfläche eine wichtige Rolle im Durchdringungsverbund für eine gute Anbindung und einen guten Lastübertrag zwischen keramischer und metallischer Phase. Hier konnte im Rahmen der Arbeit mit den untersuchten Methoden (beispielsweise REM-

Aufnahmen in Kapitel 5.1.3) eine stoffschlüssige Verbindung zwischen Keramik und Metall festgestellt werden. Diese wird begünstigt durch den Legierungsbestandteil Magnesium, wie beispielsweise von Hashim et al. [57] und Lloyd et al. [309] bereits in der Literatur beschrieben ist. Auch in den untersuchten Lastfällen und den damit verbundenen Schädigungsmechanismen tritt keine vollständige Ablösung an den Grenzflächen zwischen metallischer und keramischer Phase auf, sondern Risse entstehen sowohl in der keramischen Phase, in den metallischen Ausscheidungen bzw. deren Grenzflächen zum α-Aluminium und sind so ein weiteres Argument, das die gute Grenzflächenanbindung bestätigt.

Kauffmann et al. [310] untersuchten ausführlich die Grenzfläche zwischen flüssigem Aluminium und festem Aluminiumoxid. Sie stellten eine schichtweise Anlagerung der flüssigen Aluminiumatome fest, wobei der Einfluss der vorhandenen Kristallstruktur im festen Zustand einen Einfluss auf die Aluminiumatome im flüssigen Zustand hatte und dieser mit den Schichten im Abstand zum Aluminiumoxid abnahm. Detaillierte Untersuchungen zur Grenzflächenausbildung bei der Herstellung wurden von Levi et al. [311] durchgeführt, welche die Grenzflächeninteraktion während der Herstellung von aluminiumoxidfaserverstärkten Aluminiumlegierungen mit variierenden Anteilen an Magnesium und Kupfer untersuchten. Sie stellten fest, dass sich $MgAl_2O_4$-Spinelle an der Grenzfläche der magnesiumhaltigen Aluminiumlegierungen zu den Fasern ausbildeten, welche eine gute Anbindung und Lastübertragung herstellten, was wiederum im Einklang mit Hashim et al. [57] steht. Die Anbindung von Aluminiumlegierungen und Aluminiumoxid wurden in Bezug auf den Lastübertrag von Roy et al. untersucht, welche eine gute Anbindung an der Grenzfläche und der Verteilung von Eigenspannungen feststellten. In den nachfolgend genannten Veröffentlichungen finden sich bestätigende Untersuchungen dazu wieder: Roy et al. [66], Roy et al. [69], Roy et al. [312] und Roy et al. [313] und in Withers et al. [314]. Für die mikrostrukturellen Zusammenhänge gibt es Grenzflächenuntersuchungen mittels TEM, die beispielsweise von Kim et al. [315] durchgeführt wurden. Dabei stand die Grenzflächenuntersuchung zur Grenzflächenstruktur und der Energieniveauanpassung auf Nanometerebene im Fokus. Weitere Veröffentlichungen zur Grenzfläche, auch mittels FIB-TEM, finden sich in Maurya et al. [316] und Chang et al. [317]. Chang et al. fanden neben den $MgAl_2O_4$-Spinellen auch Aluminium- und Magnesium-Stickstoffverbindungen, wie AlN und Mg_3N_2, welche in Kontakt mit der Stickstoffatmosphäre gebildet wurden und nach ihren Aussagen – auch im Vergleich zu den Magnesiumverbindungen – eine deutliche Steigerung der Benetzung hervorrufen. Daneben fiel bei ihren Untersuchungen auch die Ausbildung von $MgSi_2$ Ausscheidungen an manchen Punkten an der Grenzfläche auf. In der Licht- und rasterelektronenmikroskopischen Betrachtung des Durchdringungsverbunds dieser Arbeit fällt eine gehäufte Anlagerung von Primärsilizium an der Grenzfläche auf, welche sich durch den Herstellprozess erklären lässt. Die keramische Preform dient für die heterogene Keimbildung zur Anlagerung von Siliziumatomen aus der Schmelze bereits als bestehender Keim und verringert die zu überwindende Oberflächenenergie, was zu stabilem Kornwachstum führt. Da diese nach dem Scheilschema (vergleiche Mrvar et al. [257] in Voncina et al. [256] für das tenäre System Al-Si-Mg) bei den höchsten Temperaturen gebildet werden, finden sich diese vorwiegend an der Grenzfläche zur keramischen Phase. Diese haben sowohl durch die hohe Belastung an Eigenspannungen, welche sich während der Herstellung ausbilden, als auch durch ihr sprödes Verhalten demzufolge die Tendenz, bereits bei der Herstellung Risse zu bilden (vergleiche Kapitel 5.1.3). Darüber hinaus sind sie auch primärer Ausgangspunkt für Rissinitiierung unter quasistatischer mechanischer und thermischer Belastung, wie in Kapitel 6.3.3 diskutiert wird.

6.3.1.3 Einfluss der Gefügeausbildung

Die Ausbildung der intermetallischen Phasen zeigt durch den Herstellungsprozess in der Gasdruckinfiltrationsanlage eine deutliche Vergröberung der Mikrostruktur (vergleiche Abbildung 5.6 und in der Literatur Voncina et al. [256]). Durch die gegebene äußere Struktur der keramischen Preform ergibt sich für die metallische Phase im Durchdringungsverbund eine beschränkte räumliche Ausdehnung, welche sich auf die Größe der intermetallischen Ausscheidungen auswirkt. Außerdem bilden die Grenzflächen zur keramischen Phase heterogene Kristallisationszentren, an denen eine einfachere Keimbildung stattfinden kann und damit eine höhere Keimzahl bei gleicher Schmelzentemperatur vorliegt. Dies führt zu einer feineren Verteilung der intermetallischen Ausscheidungen im Durchdringungsverbund, was die geringere Anfälligkeit gegen Zugversagen im Vergleich zur IF-Aluminiumlegierung ohne keramische Verstärkung erklärt (vergleiche Abbildung 5.19). Dadurch wird deutlich, dass die Gefügeausbildung durch die Sprödigkeit der intermetallischen Phasen (vergleiche Ilschner et al. [10] und Bargel et al. [318]) einen maßgeblichen Einfluss auf die Eigenschaften des Durchdringungsverbunds haben. Die intermetallischen Phasen spielen eine wichtige Rolle, auch in Abhängigkeit der Art der Schädigung. Dies wird in Kapitel 6.3.3 ausführlicher in Bezug auf den schädigungsbedingten Einfluss der Gefüge-Eigenschafts-Beziehungen diskutiert.

Für die Homogenität des Gefüges ist darüber hinaus die Morphologie der keramischen Preform und die Ausbildung des metallischen Gefüges während der Erstarrung bei der Herstellung ausschlaggebend. Dabei zeigen die Mikrostrukturaufnahmen, dass es keine gerichtete Erstarrung nach der Infiltration gibt (vergleiche Kapitel 5.1.3), was zur homogenen und isotropen Eigenschaft beiträgt. In Bezug auf die elastischen Eigenschaften wurde die Morphologie neben den experimentellen Untersuchungen von Horny et al. [188] numerisch untersucht und in Bezug auf den Volumenanteil der Phasen ausgewertet. Der Durchdringungsverbund folgt in seinem elastischen Verhalten in guter Übereinstimmung dem Hill-Modell [267] (vergleiche Abbildung 5.21). Dies bestätigt für den elastischen Bereich die isotropen Eigenschaften, die geringe Restporosität und die gute Anbindung der Grenzfläche über die experimentelle Bestimmung des Anisotropieindexes hinaus (vergleiche Kapitel 5.2.1).

6.3.2 Wärmebehandlungsbedingte Gefüge-Eigenschafts-Beziehungen

Die Wärmebehandlung des Durchdringungsverbunds lässt sich in der Auflösung der verwendeten Untersuchungsmethoden an der Mikrostruktur nicht nachweisen. Eine Abnahme der scharfen Kanten von Primärausscheidungen hin zur Verrundung deutet sich bei den T6-Proben im Vergleich zum IF-Zustand an, ist jedoch nicht ausreichend signifikant, um quantifiziert werden zu können. Die Theorie der Ausscheidungshärtung (vergleiche Kapitel 2.4.1) bestätigt die Lösung von Silizium und Magnesium während des Lösungsglühens von der Korngrenze der intermetallischen Phasen in der α-Aluminiumphase, welche dann durch Abschrecken in einem übersättigten Mischkristallzustand außerhalb des thermodynamischen Gleichgewichts vorliegt. Durch das Anlassen scheiden sich fein verteilte intermetallische Phasen aus, zu denen im vorhandenen Legierungssystem Mg_2Si, β-AlFeSi und α-AlFeSiMg gehören (vergleiche Arrabal et al. [130]). Die Ausscheidungen liegen im Nanometerbereich und sind mit REM Aufnahmen nicht aufzulösen, unter anderem, weil die sogenannte „Anregungsbirne“ deren Größe überschreitet. Diese fein verteilten Ausscheidungen haben einen weitreichenden Einfluss auf die Festigkeit der metallischen Phase. Unberührt von der Ausscheidungshärtung bleiben hingegen die elastischen Eigenschaften, wie die elastischen Untersuchungen bestätigen (siehe Tabelle 6.2).

Tabelle 6.2 Übersicht der elastischen Konstanten mit Standardabweichung für die T6-AlSi10Mg-Legierung, sowie den T6-Durchdringungsverbund mittels UPS ermittelt. Alle Werte sind in GPa gegeben.

Material	C_{11}	C_{22}	C_{33}	C_{44}	C_{55}	C_{66}	C_{12}	C_{13}	C_{23}	E_{11}	E_{22}	E_{33}	E_{eff}
AlSi10Mg	115,4	111,2	115,8	28,6	28,2	28,8	55,7	53,2	50,2	77,0	75,7	75,5	80,2
	±0,63	±0,12	±0,11	±0,11	±0,33	±0,51	±1,61	±6,50	±1,79	±0,56	±0,48	±0,39	±4,37
IMCC	141,3	142,0	140,5	43,5	44,0	43,8	53,4	51,5	54,2	111,4	111,3	111,8	114,5
	±2,07	±1,57	±1,66	±0,18	±0,63	±0,64	±5,05	±0,54	±1,77	±1,75	±0,72	±0,68	±3,53

Im elastisch-plastischen Verhalten zeigt sich eine deutliche Zunahme der Widerstandsfähigkeit, sowohl der Aluminiumlegierung, als auch des Durchdringungsverbunds unter Druckbelastung. Die Zunahme der Festigkeit zeigt zudem eine Abnahme der Wertestreuung für den Durchdringungsverbund, was den Einfluss der verfestigenden Mechanismen (vergleiche Kapitel 2.1.2 und 2.4.1) deutlich macht. Unter Druckbelastung steigt die mechanische Performance der T6-Aluminiumlegierung über den der Legierung im Anlieferungszustand (AR). Unter Zugbelastung ist ebenfalls eine deutliche Steigerung der Eigenschaften zwischen der Legierung im infiltrierten Zustand und im wärmebehandelten Zustand zu erkennen, jedoch können die Eigenschaften der Legierung im Anlieferungszustand nicht übertroffen werden. Grund hierfür sind die bereits in Kapitel 6.3.1.3 erwähnten großen und nadelförmigen intermetallischen Phasen, welche durch ihr sprödes Verhalten die Rissinitiierung bis hin zum Bruchversagen beschleunigen, auch über die Festigkeitssteigerung der α-Aluminiumphase hinweg. Dies erklärt, warum sich das Versagensbild der Legierung nach der T6-Wärmebehandlung bezüglich der Plastifizierung ähnlich zur Legierung im infiltrierten Zustand verhält.

Unter Zugbelastung führt die Wärmebehandlung neben der Steigerung der Festigkeit zu einer Änderung des Bruchverhaltens. Die höhere Festigkeit der ausscheidungsgehärteten α-Aluminiumphase verringert die großflächige plastische Schädigung mit Grübchenbildung und erzwingt das Risswachstum durch ihre höhere Festigkeit in die Ausscheidungen und in die keramische Phase, was in den Mikrostrukturaufnahmen von Abbildung 5.47 zu sehen ist. Hingegen zeigt sich nach der Beschreibung von Harnischmacher für die AlSi10Mg-Legierung unter thermo-mechanischer Ermüdung ein gegenteiliges Bild. Durch die Festigkeitssteigerung der α-Aluminiumphase ergeben die verfestigenden Mechanismen eine Spannungskonzentration, im Vergleich zum Spannungsabbau, welche in einer überalterten oder nicht ausgehärteten α-Aluminiumphase vorliegt. Dadurch wachsende Spannungskonzentrationen führen zu einer Anrissbildung und damit dem früheren Versagen der Probe (vergleiche Harnischmacher [164]).

Im direkten Vergleich der AlSi10Mg-Legierung im Durchdringungsverbund zwischen infiltriertem und wärmebehandeltem Zustand konnten keine Quellen gefunden werden, jedoch lässt sich ein Vergleich mit Lichtenberg et al. [134] ziehen: Der Einfluss der Festigkeitssteigerung durch die T6-Wärmebehandlung wurde in einem AlSi10Mg-basierten Verbundwerkstoff mit metallischen Glasplättchen aus $Ni_{60}Ni_{20}Ta_{20}$ diskutiert. Die Festigkeit des Verbunds unter uniaxialer Druckbelastung ist durch die Wärmebehandlung entlang der Partikelrichtung von 408 MPa vor der Wärmebehandlung auf 427 MPa nach der Behandlung gestiegen. Senkrecht zur Partikelrichtung stieg die dargestellte Maximalspannung von ca. 310 MPa auf ca. 370 MPa, um 19 %. Die Untersuchungen an der unverstärkten AlSi10Mg-Vergleichslegierung zeigten Steigerungen in der dargestellten Maximalspannung von ca. 200 MPa auf ca. 350 MPa um 75 %. In der Morphologie der Legierung zeigten sich Sekundärausscheidungen in der Nähe der metallischen Glasplättchen in der Größenordnung von ca. 10 µm. Vergleichswerte aus anderen Quellen geben unter uniaxialem Zug für die

AlSi10Mg-Legierung Festigkeiten von 180 – 193 MPa in unbehandeltem Zustand und nach einer T6-Wärmebehandlung Festigkeiten zwischen 260 und 365 MPa an (vergleiche Zygula et al. [135], Cai et al. [133] und Kempen et al. [136]). Im Vergleich hierzu konnte die Festigkeitssteigerung in der AlSi10Mg-Legierung in dieser Arbeit in derselben Größenordnung beobachtet werden (vergleiche Abbildung 5.17), wohingegen die Steigerung der Festigkeit unter Druckbelastung für den Durchdringungsverbund in dieser Arbeit mit 48 % deutlich über der beobachteten Festigkeitssteigerung von Lichtenberg et al. liegt.

6.3.3 Schädigungsbedingte Gefüge-Eigenschafts-Beziehungen

Die Schädigung spielt eine wichtige Rolle im Verständnis für die Belastbarkeit sowie deren Grenzen im jeweiligen Einsatzbereich. Außerdem kann das detaillierte Verständnis über das spezifische Materialversagen dazu beitragen, die Lebensdauer durch gezieltes Entgegenwirken der jeweiligen Schädigungsmechanismen zu verlängern bzw. in der Konzeption der Materialentwicklung und -auslegung diese bereits im Vorfeld weitestgehend zu vermeiden. In diesem Unterkapitel werden die bereits vorgestellten Untersuchungen zur jeweiligen Schädigung in Zusammenhang gebracht, einzelne Wirkmechanismen und deren Auswirkung bei unterschiedlicher äußerer Belastung gegenübergestellt und ein Abgleich mit der Literatur durchgeführt. Es wird auf die drei großen Bereiche der Zusammenhänge in der mechanischen Schädigung, der mechanischen und thermischen Schädigung und der mechanischen, thermischen und thermo-mechanischen Schädigung eingegangen.

6.3.3.1 Zusammenhänge in der mechanischen Schädigung

Wird das Einsetzen der **Schädigung unter quasistatischem Zug und Druck** verglichen, so lässt sich erkennen, dass die mechanische Schädigung unter Druckbelastung an lokalen Stellen in der Mikrostruktur bereits vor Erreichen der Stauchgrenze erreicht wird (vergleiche Kapitel 5.2.2), wohingegen die Zugproben bis unmittelbar vor Bruch keine merkliche Schädigung in der Mikrostruktur aufweisen. Das rein elastische Verhalten des Durchdringungsverbunds geht für Druckbeanspruchung in ein quasielastisches Verhalten über, während makroskopisch im Rahmen der Aufzeichnungsgenauigkeit noch ein linearer Zusammenhang zwischen Spannung und Stauchung besteht. Innerhalb der Probe treten an einigen Stellen bereits plastische Deformationen beziehungsweise lokales Versagen in Form von Rissbildung auf (vergleiche Abbildung 5.31, Abbildung 5.32 und Abbildung 5.36). Für die Druckversuche erklärt sich das frühe Eintreten der plastischen Deformation bzw. Rissbildung in den intermetallischen Phasen durch die Verteilung an Eigenspannungen, welche herstellungsbedingt im Durchdringungsverbund vorliegen. Hierdurch steht die metallische Phase unter Druckspannungen, wie die thermischen Untersuchungen von Schukraft et al. [138] zeigen.

Werden die absoluten Spannungswerte zwischen Zug- und Druckbelastung verglichen, fällt auf, dass der Durchdringungsverbund für Werte des Einsetzens quasi-elastischen Verhaltens unter Zug bereits die maximale Festigkeit erreicht bzw. schon überschritten hat. Das spröde Bruchversagen lässt sich anhand der Mikrostruktur des Durchdringungsverbunds erklären:

Da die durchdringenden Phasen unter Zugbelastung strukturelle Kerben am Übergang der Phasen durch die unterschiedlichen mechanischen Eigenschaften aufweisen, entstehen dort kerbwirkende Eigenschaften im Durchdringungsverbund (vergleiche dazu auch die Simulation in Schukraft et al. [82]). Die in Kapitel 6.2 diskutierte Gegenkraft der metallischen Phase auf die keramischen Stege, welche die Bruchdehnung im Vergleich zur keramischen Preform im Durchdringungsverbund erhöhen, wird durch die äußeren Zugkräfte reduziert. Dies erklärt ebenfalls die verringerte Bruchdehnung unter Zug. Dies führt ab einer gewissen Dehnung zu einem Risseintrag in der keramischen Phase, damit zur

Querschnittsflächenreduktion und einem lokalen Spannungsanstieg der noch zusammenhängenden Bereiche. Hieraus erklärt sich das schnelle Versagen nach Anrissbildung unter Zug, ohne ausgeprägte beobachtbare Merkmale an Schädigungseintritt. Die plastische Deformation des α-Aluminiums (vergleiche Grübchenbildung in Abbildung 5.45) ist deshalb neben dem Sprödversagen der intermetallischen Phasen ein wenig dominanter Mechanismus zur Steigerung der Schadenstoleranz unter Zug.

Ein weiterer Aspekt ist die Ausbildung von Eigenspannungen durch den unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten der Phasen. Diese beschleunigt den Schädigungseintritt unter Zug im Durchdringungsverbund und hat für den T6-Zustand ausschlaggebende negative Folgen. Die Keramik steht hierbei unter Zugspannungen, wie neben den thermischen Untersuchungen von Schukraft et al. [138] auch in der Literatur beobachtet wurde (vergleiche Delannay [140] und Roy et al. [69]). Nach Delannay [140] bauen sich im Allgemeinen in Metall-Keramik-Verbunden Zugeigenspannungen in der metallischen Phase und Druckeigenspannungen in der keramischen Phase auf. Roy et al. [69] untersuchten die interne Lastübertragung in einem interpenetrierenden MMC (vergleiche Kapitel 2.3.3). Die Lastübertragung findet hierbei von der nachgiebigeren metallischen auf die steifere (intermetallische und Aluminiumoxid-) Phase statt. Dadurch werden die ohnehin spröden intermetallischen Phasen, sowie die keramische Phase überproportional belastet und versagen spontan unter Zug, bevor unter betragsmäßig gleicher Druckbelastung eine makroskopische Schädigung zu erkennen ist.

Die durch Gasdruckinfiltration erzeugte Mikrostruktur zeigt, dass für die Belastung unter Zug ein negativer Einfluss auf die mechanische Performance in der Aluminiumlegierung entsteht (vergleiche in Abbildung 5.19 und Abbildung 5.20 und der Erklärung in Kapitel 6.3.1.3). Dies wirkt sich für den Durchdringungsverbund weniger stark aus, wie auch die höhere „Bruchdehnung“ für den IF-Durchdringungsverbund im Vergleich zur IF-Aluminiumlegierung zeigt, da die Ausbildung der metallischen Mikrostruktur durch die keramische Phase positiv beeinflusst wird (vergleiche Erklärungen zur heterogenen Keimbildung in Kapitel 6.3.1). Durch die Wärmebehandlung kann eine deutliche Steigerung der Festigkeit in der α-Aluminiumphase erzeugt werden, welche sich sowohl auf die Festigkeit der Aluminiumlegierung als auch auf den Durchdringungsverbund auswirkt. Dies führt, wie in Kapitel 5.4.1.3 beschrieben, zu einer Änderung des Bruchverhaltens, da Risse vermehrt in die keramische Phase und intermetallischen Phasen gezwungen werden.

Die sonst für Rissbildung unter Zug anfällige Struktur wird in ihrer Widerstandskraft verbessert. Sie weist jedoch weiterhin die nadelförmigen intermetallischen Phasen mit ihren spitzen Kanten auf, an denen sich – durch strukturelle Kerben – lokale Spannungsspitzen bilden, die für das kritische Versagen versagenseinleitend sind. Dadurch können, neben den oben erwähnten und unter Zug schwächenden Mechanismen, weder die mechanischen Kennwerte der Aluminiumlegierung noch des Durchdringungsverbunds unter Zug durch die Wärmebehandlung übertroffen werden. Unter Druckbelastung hingegen wirken sich all die unter Zug schwächenden Mechanismen nicht aus und die höhere Härte der intermetallischen Phasen kommt positiv zum Tragen. Folglich übersteigt die T6-Festigkeit für Legierung und Durchdringungsverbund unter quasistatischem Druck die Festigkeit der AR-Aluminiumlegierung und der T6-Durchdringungsverbund die Festigkeit des IF-Durchdringungsverbunds deutlich (vergleiche Abbildung 5.17).

Die Sensitivität unter quasistatischer Zugbelastung ist, wie die Diskussion in Kapitel 6.3.1.1 gezeigt hat, gegenüber der Porosität im Durchdringungsverbund deutlich höher als bei Druck. Grund ist die lokale Rissinitiierung an den durch Poren verursachten Schwachstellen, welche

eine Verkleinerung des lasttragenden Querschnitts und damit eine Erhöhung der Spannung erzeugen. Außerdem ist die Grenzflächenablösung bzw. Rissbildung an diesen Stellen einfacher, wie auch die Mikrostruktur in Abbildung 5.8 zeigt. Unter Druck, beziehungsweise für die Bestimmung des Elastizitätsmoduls mittels UPS, lässt sich dieser drastische Einfluss der Porosität nicht beobachten. Zwar entstehen Schwankungen in den Messwerten, welche zu einer Reduktion der Eigenschaften führen, jedoch liegen diese bei geringen Porositäten im Streubereich von wenigen Prozent. Deshalb konnte eine direkte Abhängigkeit der Probenentnahmeposition in Korrelation mit den elastischen Eigenschaften nicht festgestellt werden (vergleiche unter anderem [LP1]).

Die **zyklischen Entlastungsversuche** unter Druckspannung zeigen einen Abfall des E-Moduls vor Erreichen des Spannungsmaximums. Dieser bestätigt die Beobachtungen aus Kapitel 5.4.1.1, dass Keramikstege bereits vor dem Erreichen des Spannungsmaximums brechen und der Durchdringungsverbund einen quasi-elastischen Bereich aufweist. Unter zunehmender Schädigung verliert der Durchdringungsverbund an Steifigkeit und verlässt bereits in der Schädigungsphase I den (quasi-)linear-elastischen Zusammenhang. Dies rechtfertigt die Darstellung der Spannungs-Stauchungs-, bzw. Spannungs-Dehnungsdiagramme in Kapitel 5, ohne eine Steifigkeitskorrektur, da diese – abhängig vom Schädigungsgrad – über den Verlauf der Kurve variiert und für die individuellen Proben nicht eindeutig zugeordnet werden kann. Diese Beobachtungen machten auch Scherm et al. [70] in einem AlSi9Cu3/Al_2O_3-Durchdringungsverbund bei einem Keramikgehalt von fast 50 % . Unter Zug deutet sich zum einen in den Spannungs-Dehnungsdiagrammen für den Durchdringungsverbund ein sehr frühes Einsetzen der Plastizität an, wie in Kapitel 5.4.2 beschrieben ist, zum anderen ein Anstieg der Steifigkeit innerhalb der ersten Laststufen. Eine Begründung findet sich in der auftretenden lokalen Mikroplastizität, welche mit steigender Zyklenzahl abgebaut bzw. durch lokale Verfestigung unterdrückt wird. Dies führt zum einen zu einem Angleich der Be- und Entlastungsmodule, zum anderen auch zu einem Plateau des Moduls (vergleiche Abbildung 5.51). Dies deckt sich mit den Beobachtungen für die quasistatischen Zugversuche (vergleiche Abbildung 5.18), bei denen ebenfalls ein sehr frühes Einsetzen der Plastizität beobachtet werden konnte. Die von Weidenmann et al. [219] für ihre Experimente aufgeführte früh einsetzende Mikroplastizität lässt sich auf das Verhalten des Durchdringungsverbunds im Spannungs-Dehnungsdiagramm übertragen. Jedoch liegt diese unterhalb der beobachtbaren Auflösung der in-situ-Zugversuche, bzw. unterhalb der Oberfläche, da in Kapitel 5.4.5.4 solche Phänomene nicht beobachtet werden konnten. Durch die geringe elastische Dehnung von maximal ca. 0,015 % und die insgesamt steifen Proben liegt die plastische Dehnung für die Zugproben mit konstantem Querschnitt über die Prüflänge von 18 mm verteilt (vergleiche Tabelle 3.3 in Kapitel 3.3) in einem Bereich weniger Mikrometer. Für die gekerbten Proben der in-situ-REM Untersuchungen liegt die plastische Dehnung deshalb im Nanometerbereich. Der Anstieg der Steifigkeit innerhalb der ersten Laststufen im zyklischen Zugbereich lässt sich möglicherweise durch das Schließen von Mikroporosität – vor allem im Bereich der Grenzfläche zwischen metallischer und keramischer Phase – erklären, welche durch die zusätzlich geschaffene Kontaktfläche im Rahmen der Laststeigerung zu einer Erhöhung des E-Moduls beitragen. Ab Dehnungen größer 0,2 % lässt sich ein leichter Abfall des Moduls in den zyklischen Entlastungsversuchen erkennen, der jedoch in der Standardabweichung der Absolutwerte untergeht. Wenn Schädigung im Durchdringungsverbund entsteht, ist unter Zug ein zeitnahes fatales Versagen, wie im ersten Abschnitt dieses Unterkapitels beschrieben, zu erwarten. Ein gebildeter Riss wächst innerhalb weniger Zyklen bzw. bei Krafterhöhung zur nächsten Laststufe unaufhaltsam bis zum Probenversagen, wie in Abbildung 5.50 dargestellt. Dabei ist keine der

untersuchten Proben während des Zyklierens zerstört worden, sondern alle Proben versagten spontan zwischen den Laststufen.

6.3.3.2 Zusammenhänge von mechanischer und thermischer Schädigung

Wie in Kapitel 5.2.3.1 und 5.3.4 erörtert, konnte ein temperaturabhängiger Zusammenhang sowohl der elastischen Eigenschaften als auch des Wärmeausdehnungskoeffizienten für sich gegenseitig durchdringende Metall-Keramik-Verbundwerkstoffe untersucht werden. Das Hystereseverhalten tritt oberhalb einer bestimmten Temperatur auf. Für den untersuchten Durchdringungsverbund liegt diese Temperatur zwischen 260 und 285 °C. Dies ist relevant für die Bauteildimensionierung und den Einsatz in Umgebungen mit erhöhten Temperaturen, wo eine Änderung des Verhaltens berücksichtigt werden muss. Hierfür wird in diesem Unterkapitel eine ausführliche Diskussion der Zusammenhänge und Wirkmechanismen dahinter erörtert, um die Verbindung der beobachteten Phänomene werkstoffkundlich zu begründen. Da die Inhalte dieser Diskussion im Rahmen des Forschungsprojektes, das dieser Arbeit zugrunde liegt, mit dem Fokus auf der Dilatometrie- und der RFDA-Methode in der Veröffentlichung von Schukraft et al. [137] publiziert wurden, finden sich einige der Kernaussagen in diesem Abschnitt wieder. Deren Inhalt wurde besonders in Bezug auf die Schädigung maßgeblich erweitert und wird in den Gesamtzusammenhang gestellt.

Wie die Diskussion der Ergebnisse und der Vergleich mit der Literatur bereits zeigten, spielt das komplexe Gefüge und die Wechselwirkung der Phasen eine Schlüsselrolle für die untersuchten Phänomene. Eigenspannungen im Material, deren Abnahme in der Metallphase mit steigender Temperatur, das Einsetzen von Kriechen und Plastizität in Verbindung mit Veränderungen der Porosität, Grenzflächenablösung und Defekten beeinflussen die untersuchten Eigenschaften. [137]

Roy et al. [144] stellten bei der Untersuchung von anisotropen interpenetrierenden Phasenverbunden fest, dass es eine Korrelation zwischen dem Elastizitätsmodul und der thermischen Ausdehnung gibt. Mit Blick auf die durchgeführten Untersuchungen wird diese Korrelation erweitert, da ein direkter Zusammenhang zwischen den Effekten besteht, die in den elastischen Eigenschaften unter erhöhten Temperaturen und in den thermischen Ausdehnungsversuchen im Allgemeinen auftreten.

Untersuchungen zu Eigenspannungen im Durchdringungsverbund haben bereits die komplexe Interaktion innerhalb des interpenetrierenden Verbundes und die Lastübertragung bei Raumtemperatur unter Belastung nachgewiesen (vergleiche unter anderem [69, 91, 92, 118, 119]). Wie diese Studie zeigt (im Vergleich zu Studien mit höheren Keramikgehalten von Skirl et al. [61], Hoffman et al. [139] und Balch et al. [142]), beeinflussen die Materialkombination und das Phasenverhältnis die thermische Ausdehnung, die Dominanz der beiden Phasen und verschiedene Mechanismen. Bei hohen Temperaturen (weit über dem 0,4-fachen der absoluten Liquidustemperatur der metallischen Phase) dominiert die keramische Phase den Verbund und schränkt die thermische Ausdehnung ein.

Skirl et al. [61] stellten die Dominanz der keramischen Phase für das thermische Verhalten des Verbundwerkstoffs bei hohen Keramikgehalten über 75 Vol.-% fest. Bei niedrigeren Keramikgehalten ist nach ihren Aussagen der Haupteinfluss der beiden untersuchten Hysteresephänomenen neben Porosität und anfänglichen Defekten im Material, auf die Metallphase und die Wechselwirkung an der Grenzfläche zurückzuführen.

Auf mikrostruktureller Ebene wird durch die Expansion der metallischen Phase in die Hohlräume, die Mikroporosität und damit die thermische Ausdehnung verringert [142]. Nach Prielipp et al. [60] geschieht dies bereits bei Porosität unterhalb der sichtbaren Auflösung,

was diese mit TEM-Untersuchung verifizierten. Dies bestätigt die Aussagen nach Balch et al. [142], dass der CTE in einem Durchdringungsverbund bereits bei einem sehr geringen Porositätsanteil gesenkt wird. Dies kann bei der Aktivierungstemperatur oberhalb von 265 °C im CTE-Abfall der Kurve (vergleiche Abbildung 5.25), in der Mikrostruktur bei den in-situ-REM Untersuchungen (vergleiche Abbildung 5.55) und in der Erklärung des Hystereseanteils des E-Moduls beobachtet werden, welcher durch die Verringerung der Porosität steigt (vergleiche Abbildung 5.22).

Skirl et al. [61] vermuteten für die temperaturabhängige Dehnungshysterese in dem von ihnen untersuchten Durchdringungsverbund, dass die Legierung bei Erwärmung aus den keramischen Oberflächenkanälen austritt und bei Abkühlung wieder zurückfließt. Mit den verwendeten Untersuchungsmethoden konnte dies von Skirl et al. [61] nicht beobachtet werden und auch die in-situ-REM Untersuchungen zeigten ein solches Ausdehnen der Legierung aus dem Durchdringungsverbund nicht innerhalb der auflösbaren Größenordnung. In Übereinstimmung der beobachteten Ergebnissen dieser Arbeit im CTE-Verlauf (vergleiche Kapitel 5.3.3) und in Bezug auf die Selbstheilungsexperimente in Kapitel 5.5.1, kann darauf geschlossen werden, dass es für die Aluminiumschmelze günstiger ist sich durch Ausfließen aus der Probe auszudehnen. In Kombination mit der Oxidschichtbildung, welche die innere Rissoberfläche bedeckt, erklärt dies, warum die Volumenänderung nicht zu einer Expansion in das freie Rissvolumen ins Probeninnere hinein führt. Damit erklärt sich die Ausflusstendenz der Legierung nach Überschreiten der Solidustemperatur.

Beim thermischen Zyklieren lässt sich ein Anstieg des CTEs bei Temperaturen oberhalb von 300 °C erkennen, welcher im Aufheizzyklus deutlicher zum Tragen kommt als beim Abkühlen. Die korrelierbaren Untersuchungen der thermischen in-situ-REM Versuche zeigten die Entstehung von Schädigung im Durchdringungsverbund (vergleiche Kapitel 5.4.3) in Form von Rissen und Grenzflächenablösung. Delannay beschreibt hierzu in guter Übereinstimmung, dass thermische Wechselbeanspruchung in metallischen Verbundwerkstoffen zu einer Verformung oder Verschlechterung der Verbundeigenschaften als Folge der Schadensakkumulation führen kann [140].

In Korrelation dazu zeigen sowohl wiederholte RFDA-Messungen des Durchdringungsverbunds bei hohen Temperaturen und thermische Zyklen zur CTE-Bestimmung eine Abnahme des Elastizitätsmoduls bei Raumtemperatur, was die aufgestellte Hypothese, dass Schädigung die Ursache dafür ist, bestätigt (vergleiche Kapitel 5.2.1 und 5.4.3). Auch die Abschreckversuche in Wärmeträgeröl in Kapitel 5.4.3 reihen sich in sehr guter Übereinstimmung in diese Erkenntnis, da das Abkühlen auf Raumtemperatur durch die unterschiedlichen CTEs zu einem Zusammenziehen der metallischen Phase und damit zur Schädigung im Material führt, was eine Abnahme des E-Moduls zur Folge hat. Darüber hinaus liefert diese Erkenntnis die Bestätigung, dass sich der Materialzustand bei erhöhter Temperatur (z.B. 500 °C) nicht „einfrieren“ lässt, um ihn bei Raumtemperatur zu untersuchen. Das schnelle Abkühlen verstärkt den komplexen Zusammenhang aus Wechselwirkungen in der metallischen Phase, an der Grenzfläche und zwischen den Phasen in Bezug auf beschleunigte Schädigung. Hierzu zählt das Lösen und Ausscheiden von Atomen, Mischkristallbildung, Kriechen, Erholung, Eigenspannungsumlagerung, Vergrößerung bzw. Verkleinerung von Porosität, sowie die Ablösung an Phasengrenzen. Für den temperaturabhängigen E-Modul untersuchten Castillo-Hernandez et al. [141] unterschiedliche metallische Verbunde Mg_2Si, Mg_2Sn und deren Mischkristalle in RFDA-Hochtemperaturmessungen und fanden ebenfalls eine Hysterese für den Elastizitätsmodul. Die Autoren führten das Hystereseverhalten auf einen Mikrorissheilungsprozess zurück, der bei hohen Temperaturen auftritt, sowie auf ein Wiederaufreißen der Risse in der

Abkühlungsphase aufgrund von thermischer Belastung. Auch diese Erkenntnis fügt sich sehr gut in das Gesamtbild der Schädigungsvorgänge unter thermischem Zyklieren und dem Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften und lässt sich in den in-situ-REM Untersuchungen in Abbildung 5.55 zu sehen ist. Ein Ausheilen der Risse kann hierbei nicht mit Sicherheit nachgewiesen werden, was auch die zunehmende Schädigung in Korrelation mit der E-Modulabnahme nahelegt, jedoch verschließen sich Risse unter zunehmender Temperatur wieder.

6.3.3.3 Zusammenhänge von mechanischer, thermischer und thermo-mechanischer Schädigung

Die bereits erwähnte Zug-/Druckanisotropie des Durchdringungsverbunds, welche durch die jeweils unterschiedlich dominierenden Schädigungsmechanismen hervorgerufen wird (vergleiche Kapitel 5.4.1 und 6.3.3.1), spielt auch im Zusammenhang mit den Schädigungsmechanismen der anderen Belastungsformen eine ausschlaggebende Rolle. Hinzu kommt eine Abnahme der Steifigkeit des Durchdringungsverbunds mit zunehmender Temperatur (vergleiche Kapitel 5.2.1), deren Ursachen im vorigen Unterkapitel diskutiert wurden. Die dahinter stehenden Mechanismen führen unter hohen Temperaturen zusätzlich zu einer Abnahme der Festigkeit. Im vorliegenden Out-of-Phase TMF-Versuch liegen höhere Temperaturen vorwiegend im Druckbereich des zyklischen Prozesses vor. Darüber hinaus steigt die Belastung durch die höhere mechanische Totaldehnung bei höheren Prozesstemperaturen. Deshalb verändert sich das Bruchbild der TMF-Proben mit steigender Maximaltemperatur. Ab 250 °C setzt neben dem relativ glatten Ermüdungsbruch, senkrecht zur Lastrichtung zusätzliches Druck-Scherversagen ein, wie es bei den Druckversuchen bei Raumtemperatur (vergleiche Kapitel 5.4.1) beobachtet werden kann und sich in einem Scherversagen in 45° zur Lastrichtung zeigt.

Bei einer weiteren Erhöhung der Maximaltemperatur setzen weitere Schädigungsmechanismen durch TMF-Belastung ein, welche bereits für die thermische Schädigung der CTE-Proben im Bereich zwischen 265 und 285 °C, als auch im selben Temperaturbereich für die elastischen Eigenschaften auftreten. Bei den TMF-Versuchen zeigt sich ein deutlicher Mechanismenwechsel in der Schädigung mit weitreichenden Auswirkungen auf die zyklische Lebensdauer, der zwischen den Maximaltemperaturen von 250 und 300 °C zu beobachten ist. Die zyklische Verfestigung, welche die Hysteresen der einzelnen Zyklen für Temperaturen bis 250 °C in den Druckbereich verschoben hat, kehrt sich ab 300 °C zu einer zyklischen Entfestigung um. Die Hysteresekurven verschieben sich in den Zugbereich – durch hohe plastische Deformationen, Kriecheffekte und Spannungsrelaxationen, aber auch bereits genannte Effekte wie die Rissbildung, Grenzflächenablösung, etc. (vergleiche in den vorherigen beiden Unterkapiteln 6.3.3.1 und 6.3.3.2). Diese Beobachtungen lassen sich für alle drei Belastungsfälle, der mechanisch-elastischen E-Moduluntersuchung, der thermischen CTE-Untersuchung und der TMF-Untersuchungen, sehr gut in Einklang bringen. Das bestätigt das thermisch aktivierte Einsetzen von Schädigung oberhalb von 265 °C. Während die geänderten Schädigungsmechanismen unter mechanisch-elastischer und thermischer Belastung zu einem Einsetzen von Schädigung mit einem Beschleunigen des Versagens einhergehen, wird die zyklische Lebensdauer durch diesen Mechanismenwechsel unter TMF-Belastung verlängert (vergleiche Abbildung 5.75). Da für die TMF-Versuche im Temperaturbereich 50 … 300 °C und darüber die Rissbildung vom ersten Zyklus an präsent im Durchdringungsverbund ist, kommt es in der risswachstumsdominierten Lebensdauer vermehrt darauf an, was den Riss wachsen lässt und wie zusätzlich entstehende Spannungen abgebaut werden können. Hier wirken sich sowohl die unter Druckbelastung verringerte Festigkeit bei den hohen Temperaturen als auch Kriechprozesse positiv auf die Lebensdauer

aus, da sie lokale Spannungskonzentrationen um den Riss innerhalb des Zyklus‘ abbauen können und damit das beschleunigte Risswachstum unterdrücken. So zeichnet sich ein „Sprung in der Anrisslastspielzahl“ bei 50 % Spannungsabfall von 13 auf 620 Zyklen ab, was einer Erhöhung der Lebensdauer um das über 47-fache entspricht (vergleiche Tabelle 5.17).

Im Bruchbild wird dieser geänderte Schädigungsmechanismus ebenfalls deutlich und untermauert die These, was sich einerseits an der deutlich steigenden Zahl der Rissbildung (vergleiche Tabelle 5.17 in Kapitel 5.4.4) zeigt. Andererseits wird dies sowohl an der Dominanz des Risswachstums, welches sich an den Keramikpartikeln in der metallischen Phase, in der über die Zyklen stetig wachsenden Bruchfläche zeigt, als auch an der einsetzenden Kriechschädigung in der Bruchfläche deutlich (vergleiche Abbildung 5.66, Abbildung 5.69, Abbildung 5.72 und Abbildung 5.76).

So zeigt sich, dass die diversen Versuche und Untersuchungsmethoden einen weitreichenden Einblick in die Schädigungsmechanismen des Metall-Keramik-Durchdringungsverbunds gegeben haben und teilweise gegenläufige Effekte aufweisen, was den Einfluss auf die Lebensdauer betrifft. Durch das Verständnis des Einflusses der jeweiligen Mechanismen ist es jedoch möglich, den Durchdringungsverbund, begonnen von der Herstellung, so zu manipulieren, dass sein Gefüge den geforderten Eigenschaften entspricht und sich positiv auf die Lebensdauer auswirkt.

Für eine möglichst hohe Druckfestigkeit wäre so beispielsweise eine wärmebehandelte metallische Phase von Vorteil, welche durch Versetzungsverfestigung die Widerstandsfähigkeit des Durchdringungsverbunds zusätzlich zu der homogenen und feinporigen keramischen Mikrostruktur verstärkt.

Für eine Anwendung unter Zugbelastung wäre neben einer sehr hohen Infiltrationsqualität ohne Restporosität ein feines metallisches Gefüge von Vorteil mit einem fein dispergierten eutektischen Gefüge. Darüber hinaus wäre eine Legierung mit sehr geringem Eisenanteil erstrebenswert, welcher sich im wärmebehandelten Zustand in intermetallischen Phasen oft als versagensbeteiligt herausstellt und in anderen Veröffentlichungen, beispielsweise von Amsterdam et al. [108] in einem rezyklierten Aluminium-MMC-Schaum als versagensverursachend herausstellte.

Unter thermo-mechanischer Beanspruchung wäre ebenfalls ein geringer Eisengehalt in der Legierung von Vorteil, wohingegen Primärsilizium (vergleiche Henne [165]), wie auch ein sehr grobes Gefüge für eine lange Lebensdauer von Vorteil wären, da diese das Risswachstum verlangsamen. Hinzu kommt, dass eine möglichst überalterte metallische Phase von Vorteil ist, die durch frühes Einsetzen plastischer Deformation Spannungen im Gefüge abbaut und in einem Temperatureinsatzgebiet oberhalb von 265 °C durch das Einsetzen von Kriechen eine zusätzliche Zähigkeit und Duktilität erfährt.

Im Übertrag dazu können die Untersuchungen von Hartmann [173] ergänzt werden, der in seiner in seiner Dissertation den Einfluss der Form der Verstärkungen von Metallmatrix-Verbundwerkstoffen auf deren Lebensdauer untersuchte und feststellte, dass partikelverstärkte MMCs eine bessere Performance gegen zyklisches Versagen aufzeigten als faserverstärkte MMCs. Ein direkter Vergleich kann durch die unterschiedlichen Prüfbedingungen nicht gezogen werden, aber es wird deutlich, dass das Gefüge einen maßgeblichen Einfluss auf die Eigenschaften hat und die Fasern mit ihren spitz zulaufenden Enden versagensbeschleunigend wirken und der Verstärkung in diesem Anwendungsfall entgegenwirken. Im direkten Vergleich mit Ulrich [71], der eine deutlich gröbere keramische Preform verwendete und damit tendenziell geringere Lebensdauern im TMF erzielte

(vergleiche Kapitel 5.4.5.5) zeigt sich, dass in diesem Bereich die Gefüge-Eigenschaftsbeziehungen und der dahinter liegende Schädigungsmechanismus einen relevanten Einfluss auf die Lebensdauer, Performance und Nachhaltigkeit des Materials hat.

So können aus den hier gezogenen Schlüssen der Diskussion wichtige Erkenntnisse für die weitere Materialentwicklung, die Herstellung, sowie Dimensionierung und Auslegung von Bauteilen gezogen werden, die im Falle eines Zielkonflikts dazu beitragen, den Durchdringungsverbund als Konstruktionswerkstoff für die gesuchten Eigenschaften richtig einzusetzen.

6.4 Selbstheilungspotential an Durchdringungsverbunden

Der in dieser Arbeit untersuchte AlSi10Mg/Al_2O_3-Durchdringungsverbund ist im Vergleich zu speziell entwickelten Metallverbundwerkstoffen, zur Heilung der metallischen Phase, nicht zielgerichtet dafür entwickelt worden. Der große Unterschied der Schmelztemperaturen von Metall und Keramik, die mikrostrukturelle Anordnung in der vollständigen Durchdringung und die Tatsache, dass Risse im Durchdringungsverbund in der hochschmelzenden keramischen Phase versagenskritisch sind, bieten ein vielversprechendes Selbstheilungspotenzial für diese Art der Metall-Keramik-Durchdringungsverbunde und wurden deshalb im durchgeführten Selbstheilungsversuch untersucht.

Gerade beim Aufschmelzen der metallischen Phase zur Aktivierung der Selbstheilung bietet der Metall-Keramik-Durchdringungsverbund mit der keramischen Phase ein mögliches Rückgrat für die notwendige, mechanische Mindeststabilität. Daher wurde davon ausgegangen, dass die Heilung des Durchdringungsverbunds eine besondere, zusätzliche Eigenschaft des Materials aufgrund seiner interpenetrierenden Mikrostruktur sein könnte, die als eine Vielzahl verbundener, niedrig schmelzender Röhren oder als ein vaskuläres Netzwerk aus Aluminiumlegierung innerhalb einer Keramik angesehen werden kann.

Die Untersuchungen zeigten jedoch, dass über die mikrostrukturellen Voraussetzungen hinaus, relevante physikalische Phänomene eine ausschlaggebende Rolle für den Erfolg der Selbstheilung spielen. Die durchgeführten Untersuchungen des (Selbst-)Heilungspotentials dienen deshalb als ersten Ansatz, die experimentelle Umsetzbarkeit der Selbstheilung an Durchdringungsverbunden zu erforschen. Aus den Erkenntnissen werden Schwerpunkte für zukünftige Weiterentwicklungen abgeleitet, wie auch konkrete, zu behandelnde Fragestellungen zu diskutieren.

Erklärungsansätze für die Beobachtungen des Legierungsausflusses während der Selbstheilungsversuche sind in den physikalischen und chemischen Eigenschaften der Aluminiumlegierung zu finden, erweitern das Verständnis über die Infiltration und Herstellung des Durchdringungsverbunds (vergleiche Kapitel 6.1) und werden nachfolgend mit Erkenntnissen aus der Literatur in den Kontext gesetzt.

Ein wichtiger und ausschlaggebender Effekt ist die natürliche Oxidschicht von Aluminiumlegierungen, die nicht nur einen Oberflächenwiderstand darstellt (vergleiche Ostermann [319]), sondern auch die Benetzung mit zunehmender Schichtdicke verschlechtert. Experimente zur Benetzung zeigten in der Literatur eine Minimierung des Kontaktwinkels bis auf 90° mit abnehmender Oxidschichtdicke (vergleiche Li [320]). Bei Temperaturen über 500 °C bilden sich 1.000-mal dickere Oxidschichten als bei entsprechend niedrigeren Temperaturen (vergleiche Ostermann [319]). Daraus lässt sich schließen, dass sich beim Aufheizen auf die Ausheilungstemperatur von 650 °C eine sehr dicke Oxidschicht innerhalb der Risse bildet, welche eine Benetzung und damit die Selbstheilung verhindert. Außerdem wirkt sich eine verbleibende Oxidschicht im ehemaligen Riss, auch nach

Heilungserfolg als innere Kerbe im Material aus und kann in Form einer Schwachstelle zur Schädigungsinitiierung führen.

Ansätze hierfür wären im untersuchten System von Aluminium-Aluminiumoxid, zu höheren Infiltrationstemperaturen zu gehen. Dies würde zwar eine Modifikation des momentan vorhandenen Aufbaus erfordern, aber durch die Verlagerung des Reaktionsgleichgewichts zu einer natürlichen Reduktion der oxidierten Aluminiumoberfläche führen, wie es für die Gleichgewichtsreaktion von Kohlenstoffdioxid und Kohlenstoffmonoxid nach Boudouard bekannt ist [321]. Dies würde die Benetzung der Aluminiumschmelze deutlich verbessern (vergleiche Bao et al. [53]). Für die gezielte Umsetzung von Selbstheilung an Metall-Keramik-Durchdringungsverbunden ist auch ein Wechsel auf ein anderes Metallsystem denkbar, welches eine deutlich geringere Oxidanfälligkeit hat oder durch gezielte Legierungszusammensetzung die Oxidation unterdrückt (wie es beispielsweise von Zhu et al. [322] an der TiAl4822 Legierung durch Molybdänzugabe erreicht wurde). Auch die Optimierung der Anlagenkomponenten, wie des Tiegels (vergleiche Zhang et al. [323]) verringern die Oxidationsanfälligkeit der Schmelze während dem Prozess. Darüber hinaus sind auch prozesstechnische Ansätze denkbar, welche die Reduktion während des Aufschmelzens der metallischen Phase initiieren. Hierbei müssten grundlegende Veränderungen am Prozessaufbau in Betracht gezogen werden, um die Kammer der Gasdruckinfiltration weitestgehend oxidfrei zu gestalten und weitere Sicherheitsvorkehrungen, für ein gefahrenfreies Handling beispielsweise wasserstoffhaltiger Atmosphären unter hohen Drücken. Dass diese Ansätze erfolgsversprechend sind, zeigte der lotunterstützte Heilungsansatz (vergleiche Kapitel 5.5.3), wo durch das Flussmittel die Oberflächenoxidation und die Verbesserung der Benetzung zu einem erfolgreichen Eindringen in das Rissinnere aufgehoben wurde.

Die vorhandene Barriere des Benetzungswinkels zwischen der Mikroporosität der keramischen Preform und der Aluminiumschmelze bedarf darüber hinaus Lösungsansätze, um das Ausfließen der Legierung einerseits zu verhindern. Andererseits die Gesamtheit der Triebkräfte so weit zu verschieben, dass auch sehr schwer zugängliche Stellen, wie Rissspitzen im geschädigten Durchdringungsverbund von der Legierung erreicht werden und ein Selbstheilungserfolg stattfindet. Ansatzpunkte sind vor allem die Kapillarkräfte, um die Schmelze im Verbund zu halten und das Aufbringen eines äußeren Drucks, der in seiner Richtung und seinem Betrag dem Kapillardruck entgegenwirkt (vergleiche Gleichung 38) und diesen überwindet. In Kapitel 2.2.2.2 wurden unterschiedliche Infiltrationsverfahren vorgestellt, welche in Kombination mit der Gasdruckinfiltration erfolgsversprechende Konzepte aufweisen, wie beispielsweise die ultraschallunterstützte Infiltration (vergleiche in der Übersicht von Sree Manu et al. [38]), welche zusätzlich den negativen Kapillardruck überwinden könnte und Infiltration in die Risspitzen aufzeigen. Dass dies grundsätzlich möglich ist, zeigte bereits der Erfolg des Heilungsansatzes (vergleiche Kapitel 5.5.2). Durch die Zugabe zusätzlicher Legierung mit der Gasdruckbeaufschlagung wurde ein homogener, äußerer Gegendruck zur inneren Volumenexpansion und dem negativen Kapillardruck aufgebaut und die Legierung im Inneren der Verbundprobe hierdurch in das offene Rissvolumen gezwungen, was zu einem Heilungserfolg und einer deutlichen Steigerung des Heilungskoeffizienten führte (vergleiche legierungsgestützter Heilungswert $\eta(V) = 78{,}6\ \%$). Ein weiterer Ansatz, welcher in Bezug auf die verbesserte Benetzbarkeit unternommen werden könnte, um den Erfolg der Selbstheilung an Durchdringungsverbunden zu ermöglichen, ist eine Modifikation des Materialsystems. Neben dem Wechsel auf eine besser benetzende Metallschmelze, wie die bereits in der Literatur erwähnte verbesserte Benetzung aluminiumbasierter Legierungen durch Zugabe von Magnesium (vergleiche Zhong et al. [56]), ist die Beschichtung der keramischen Preform bereits im Vorfeld der Infiltration ein Ansatz,

welcher die Selbstheilung verbessern könnte, da die Triebkraft des negativen Kapillardrucks deutlich reduziert werden könnte. Ansätze für die Beschichtung wurden an Durchdringungsverbunden bereits von Roy et al. [66] in Bezug auf die mechanischen Eigenschaften untersucht und sind in der Keramikindustrie beispielsweise für den Einsatz zur metallischen Kontaktierung von Keramiken bekannt und etabliert (vergleiche Liu et al. [324]).

Um das Potential der Selbstheilung über den Stand der experimentellen Ergebnisse hinaus einzuordnen und einen Ausblick für die Weiterentwicklung dieser Möglichkeit zu geben – auch in Bezug auf den nachhaltigeren und langlebigeren, wie auch wirtschaftlicheren Einsatz dieser Materialgruppe – wird ein übergeordneter Vergleich mit den simulativen Ergebnissen aus Horny et al. [234] gezogen.

In dieser Studie beruhen die numerischen Untersuchungen auf idealisierten Modellannahmen, die zu einer möglichen Abweichung vom realen Materialverhalten führen, aber das Potential an Performancesteigerung zeigen, welches eine erfolgreiche Selbstheilungsbehandlung auf einen bereits geschädigten Durchdringungsverbund hat. Neben der Aussage über den möglichen Heilungserfolg in Abhängigkeit vom Schädigungsgrad konnte gezeigt werden, dass für eine Schädigung bis 1 % plastischer Dehnung eine Heilung bis nahezu dem Ausgangszustand des hergestellten Durchdringungsverbund erreicht werden kann und für Vorschädigungen größerer plastischer Dehnungen Heilungserfolge bis zu einer mechanischen Steifigkeit und Festigkeit von $54 - 63$ und $67 - 80$ % der Ausgangssteifigkeit und -Festigkeit (vergleiche Abbildung 6.3).

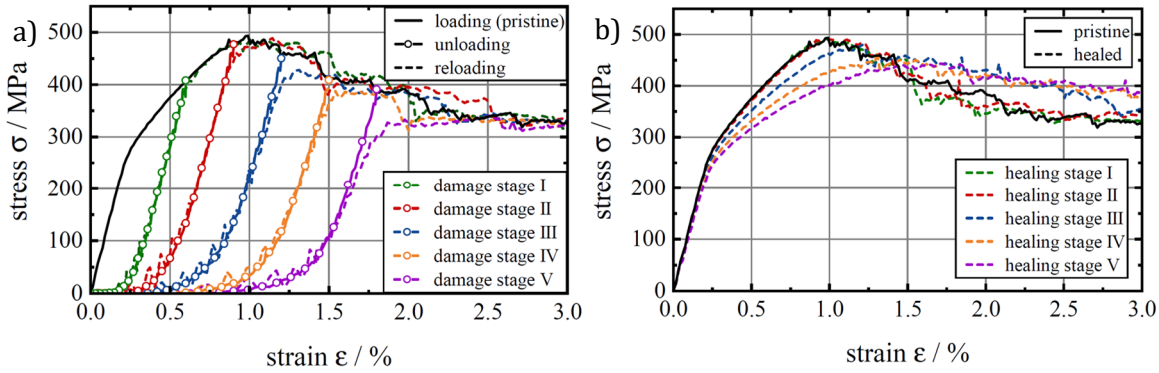


Abbildung 6.3 a) und b). Selbstheilungspotential des rekonstruierten Durchdringungsverbunds in Abhängigkeit des geschädigten Zustands im Modell. a) Druckbelastung mit Entlastung an unterschiedlichen Laststufen (I-V) und anschließender, erneuter Belastung. b) Druckfestigkeit des geheilten Durchdringungsverbunds nach unterschiedlicher Vorschädigung (Laststufe I-V aus a)). Aus [234].

Damit wurden im Rahmen dieser Arbeit wichtige Erkenntnisse über die Möglichkeit und das Potential der Selbstheilung an Durchdringungsverbunden erarbeitet. Es wurden Ansätze aufgezeigt, welche weitere Forschungsansätze und Lösungsmöglichkeiten über die, nach bisherigem Wissensstand aufgetretenen Herausforderungen hinweg, bieten, um die Erkenntnis im Bereich der Selbstheilung an Durchdringungsverbunden voranzutreiben.

6.5 Einordnung des IMCCs in die Welt der Werkstoffe

Dieses Kapitel knüpft an die gewonnenen Erkenntnisse aus den Gefüge-Eigenschafts-Beziehungen des Durchdringungsverbunds an und trägt mit der Einordnung des Durchdringungsverbunds in die Welt der Werkstoffe dazu bei, ein tieferes Verständnis über die Möglichkeiten und Grenzen des Materialsystems zu bekommen.

6.5.1 Steigerung der Eigenschaften im Vergleich zur AlSi10Mg-Legierung

In Abbildung 6.4 werden die quantitativen Eigenschaften der AlSi10Mg-Legierung dem AlSi10Mg-Al_2O_3-Durchdringungsverbund, jeweils im infiltrierten Zustand, gegenübergestellt. Die Eigenschaften sind auf die Größe der AlSi10Mg-Legierung normiert.

Es wird deutlich, dass die mechanischen Eigenschaften durch die verstärkende, keramische Phase bei nur geringer Zunahme an Dichte im Durchdringungsverbund sowohl in Bezug auf die elastischen Eigenschaften im gesamten anwendungsrelevanten Temperaturspektrum als auch unter Druckbelastung gesteigert werden können. Die Einbußen unter Zugbeanspruchung sind vergleichsweise gering.

Die spezifische Steifigkeit des Durchdringungsverbunds kann somit bei Raumtemperatur um 31 % gesteigert werden und durch die deutlich temperaturbeständige keramische Verstärkung bei 500 °C sogar um 44,5 %. Die Stauchgrenze steigt um 83,8 % und übersteigt die Steifigkeitssteigerung deutlich.

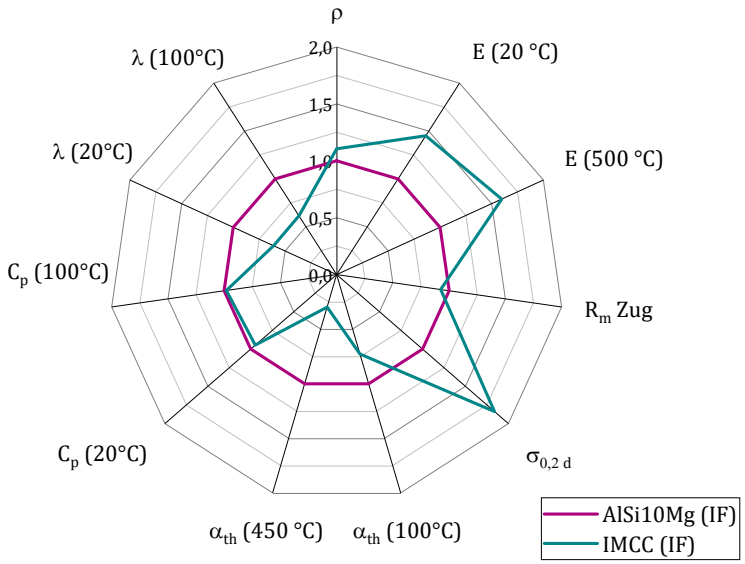


Abbildung 6.4 Darstellung ausgewählter physikalischer, mechanischer und thermischer Eigenschaften für die IF-AlSi10Mg-Legierung und den IF-AlSi10Mg-Al_2O_3-Durchdringungsverbund im Vergleich.

Die thermischen Eigenschaften zeigen einen Rückgang in der thermischen Ausdehnung, wie er besonders in der Kombination mit anderen Konstruktionswerkstoffen, wie beispielsweise Stählen gefordert ist. Die Wärmekapazität geht durch die keramische Verstärkung nur leicht zurück, wohingegen die Wärmeleitfähigkeit durch die Durchdringungsstruktur deutlich stärker eingeschränkt wird.

6.5.2 Vergleich zu anderen Konstruktionswerkstoffen

Um den Durchdringungsverbund mit anderen Konstruktionswerkstoffen zu vergleichen, werden verschiedene Ashby-Diagramme [8] angewandt, anhand derer spezifische Eigenschaften, als auch thermische Eigenschaften gegenübergestellt und diskutiert werden.

In Abbildung 6.5 sind der spezifische E-Modul auf der Abszisse und die spezifische Druckfestigkeit gegeneinander aufgetragen.

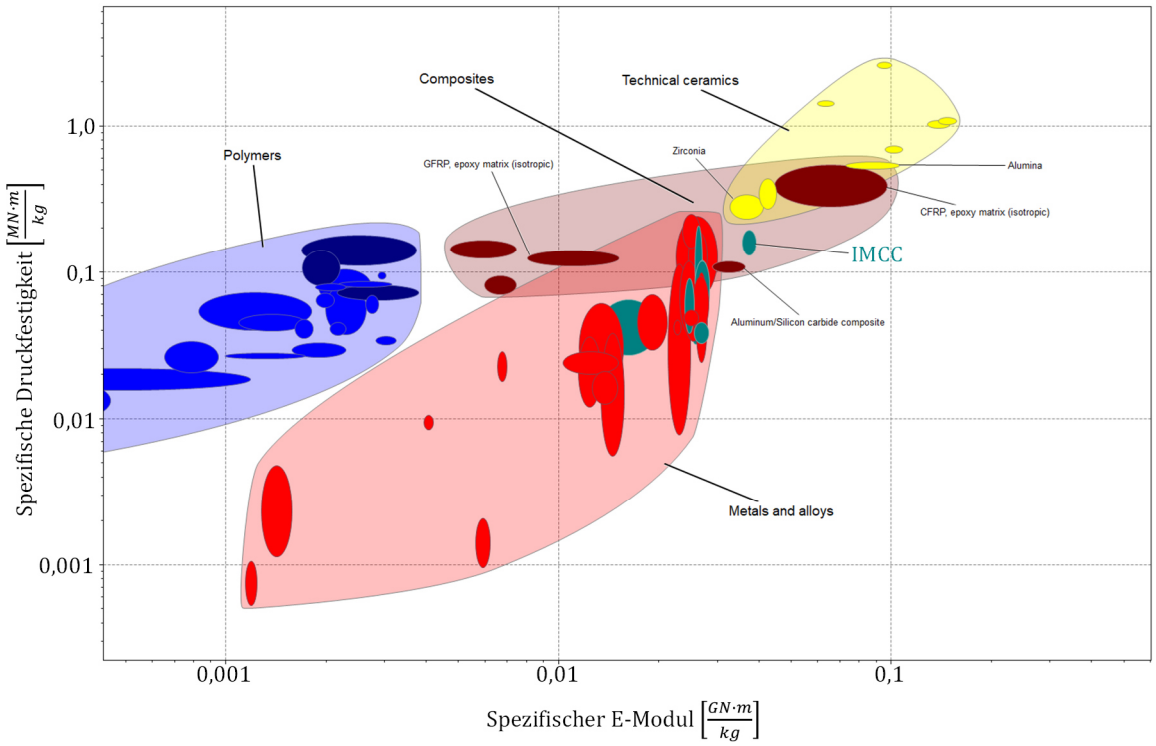


Abbildung 6.5 Werkstoffauswahldiagramm nach Ashby – Spezifische Druckfestigkeit über dem spezifischen E-Modul. Hierbei sind die Werkstoffklassen zusammengefasst und der Durchdringungsverbund durch eine eigene Beschriftung hervorgehoben. Aus [325] erstellt.

Der Durchdringungsverbund liegt zwischen den Werkstoffklassen metallischer und keramischer Werkstoffe und ist von der Werkstoffklasse der Verbundwerkstoffe eingeschlossen. „Isotrope kohlenfaserverstärkte Kunststoffe“ weisen hierbei höhere spezifische Eigenschaften auf, wobei der Begriff der Isotropie für faserverstärkte Werkstoffe in Betrachtung aller Raumrichtungen mit Vorsicht zu betrachten ist, da es sich meist ausschließlich um eine Isotropie in einer Ebene handelt. Die in der Datenbank [325] hinterlegten MMCs beschränken sich auf SiC-Partikel verstärktes Aluminium. Dieser erreicht, abhängig vom Partikelvolumengehalt, einen ähnlichen spezifischen E-Modul, jedoch nicht dieselbe spezifische Druckfestigkeit. Im Vergleich zu Titanlegierungen hat der Durchdringungsbund eine vergleichbare spezifische Druckfestigkeit, wobei die spezifische Steifigkeit durch die keramische Verstärkung im Vergleich erhöht wird. Auch im Vergleich zu Gusseisen ist eine deutlich bessere Performance zu erkennen, was durch die geringe Dichte des Durchdringungsverbunds bei gesteigerten mechanischen Eigenschaften im Vergleich zum Aluminium erklärbar ist. Beim Vergleich mit den technischen Keramiken schneidet der Durchdringungsverbund in dieser Eigenschaftsauftragung insgesamt schlechter ab. Durch die die Kombination der beiden Phasen (metallisch und keramisch) werden jedoch die Vorteile beider im Durchdringungsverbund vereint und so zählt neben der verbesserten mechanischen Performance im Vergleich zu den metallischen Werkstoffen die deutliche Steigerung der Schadenstoleranz im Vergleich der keramischen Werkstoffe zu einem Vorteil, welcher das Einsatzgebiet im Vergleich zu technischen Keramiken erheblich erweitert.

In einer zweiten Gegenüberstellung werden die thermischen Eigenschaften zu anderen Werkstoffgruppen gegenübergestellt:

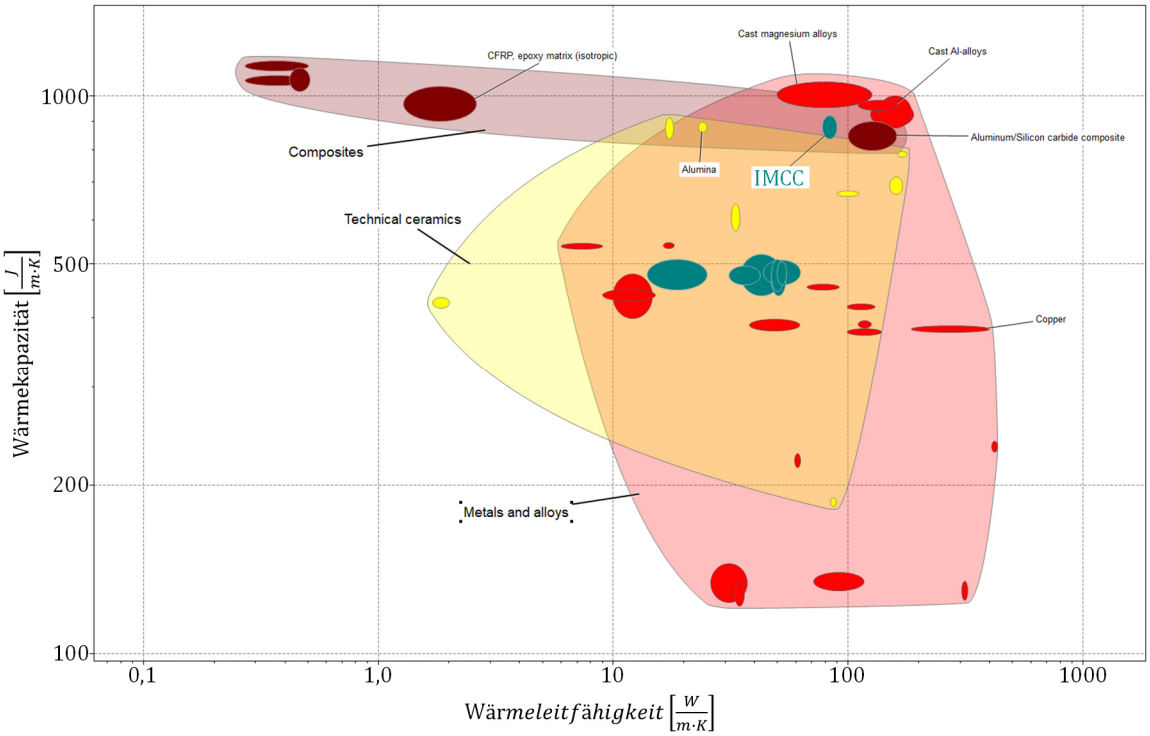


Abbildung 6.6 Werkstoffauswahldiagramm nach Ashby – Wärmekapazität über Wärmeleitfähigkeit. Hierbei sind die Werkstoffklassen zusammengefasst und der Durchdringungsverbund durch eine eigene Beschriftung hervorgehoben. Aus [306] erstellt.

Da die Wärmeleitfähigkeit von Naturwerkstoffen und Polymeren sehr gering ist (vorwiegend im Bereich von 0,1- 3$\frac{W}{m \cdot K}$), werden diese in der Auftragung in Abbildung 6.6 vernachlässigt. In der Abbildung zeigt sich die hohe Überlappung der Werkstoffklassen. Die polymerbasierten Verbundwerkstoffe liegen, wie Naturwerkstoffe und Polymere, durch die geringe Wärmeleitfähigkeit sehr weit links im Diagramm, besitzen jedoch eine hohe Wärmekapazität. Wie in Kapitel 6.5.1 beschrieben, ordnet sich der Durchdringungsverbund im Vergleich zu Aluminium auf beiden Achsen näher am Ursprung ein. Die Wärmekapazität ist vergleichbar mit Aluminiumoxid, durch den metallischen Anteil wird die Wärmeleitfähigkeit gesteigert. Im Vergleich zu Magnesium als Leichtbaumetall ist die Wärmekapazität geringer, aber die Wärmeleitfähigkeit vergleichbar. Für die dargestellten, partikelverstärkten MMCs verhält es sich gerade umgekehrt und die Wärmekapazität ist vergleichbar, die Wärmeleitfähigkeit durch die durchdringende Struktur der keramischen Phase stärker reduziert, als dies für eine Partikelverstärkung der Fall ist.

Weitere, allgemeine Vergleiche von Metall-Keramik-Durchdringungsverbunden können im Reviewartikel von Kota et al. [58] gefunden werden. Um abschließend in der Einordung des Durchdringungsverbunds noch auf zwei konkrete Anwendungsbeispiele einzugehen, welche bereits in der Einleitung angeklungen sind (vergleiche Kapitel 1.1) und bei welchen der Durchdringungsverbund Einsatz finden könnte, sind nachfolgend noch weitere Ashby-Diagramme dargestellt.

Bei der Weiterentwicklung der Mobilität im Individualverkehr spielen PKWs, gerade im ländlichen Raum mit teilweise sehr eingeschränkter Einbindung in den öffentlichen Nahverkehr eine wichtige Rolle. Die Emissionsbelastung kann durch Leichtbaukomponenten verringert werden und spielt besonders dort eine Rolle, wo ungedämpfte Massen auftreten. Die Weiterentwicklung von Bremsscheiben ist besonders im Rennsport und der Luxussparte in den vergangenen Jahrzehnt massiv in den Fokus genommen worden. Im öffentlichen

Personennahverkehr werden jedoch häufig noch Bremsen auf Gusseisenbasis verbaut. Durch den Einsatz von aluminiumbasierten Durchdringungsverbunden kann zum einen die Rostanfälligkeit behoben werden, zum anderen durch die guten spezifischen Eigenschaften die Masse reduziert. Hierbei würde sich die Anwendung in der Performance zwischen der klassischen Gussbremsscheibe und der Hochleistungs-CMC Bremsscheibe eingliedern, wäre, was die Wirtschaftlichkeit betrifft, deutlich preiswerter und auch im Recycling einfacher zu handhaben, als CMCs. In Abbildung 6.7 ist die spezifische Druckfestigkeit über der Wärmeleitfähigkeit aufgetragen. Beide Größen sind neben der Verschleißfestigkeit ausschlaggebend bei der Dimensionierung von Bremsscheiben und zeigen, dass die Wärmeleitfähigkeit des Durchdringungsverbunds mit SiC konkurrieren kann und die spezifische Druckfestigkeit sogar deutlich über Gusseisen liegt, was eine Gewichtseinsparung durch die Materialsubstitution verspricht.

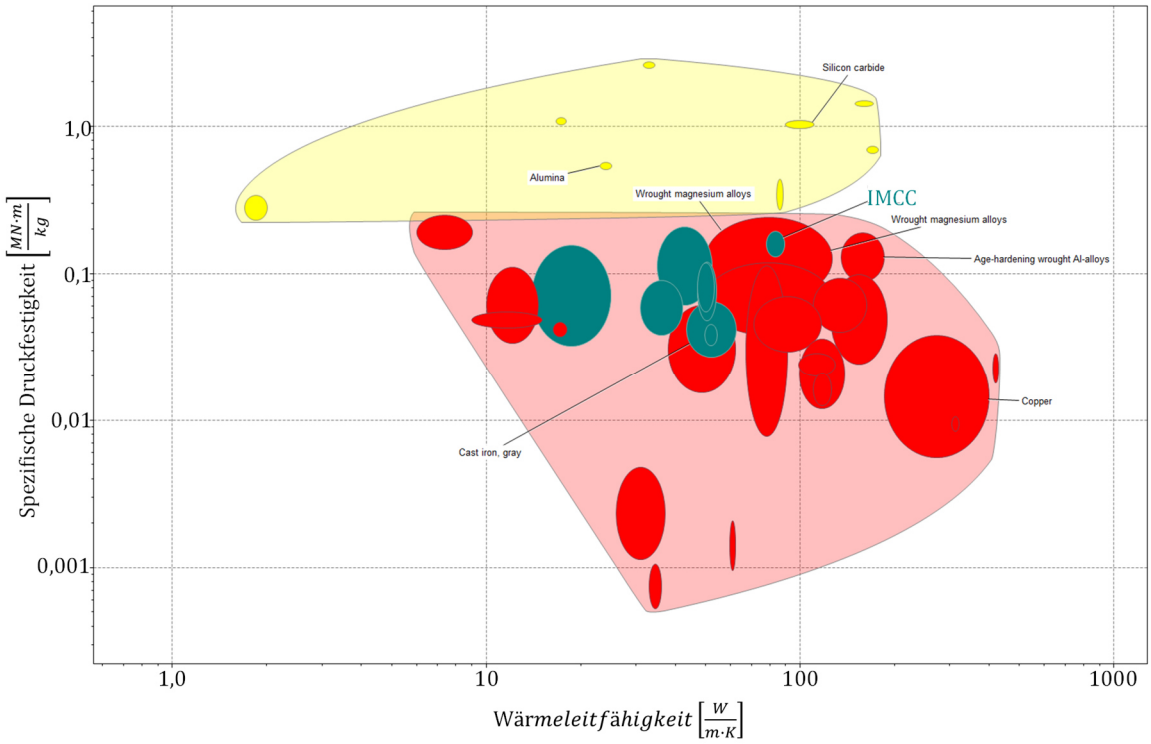


Abbildung 6.7 Werkstoffauswahldiagramm nach Ashby – Spezifische Druckfestigkeit über Wärmeleitfähigkeit. Hierbei sind die Werkstoffklassen zusammengefasst und der Durchdringungsverbund durch eine eigene Beschriftung hervorgehoben. Aus [306] erstellt.

Ein weiteres Beispiel, das ebenfalls auf die Mobilität bezogen werden kann, auf den Einsatz von Wasserstoff als erneuerbaren und kohlenstofffreien Energieträgern abzielt, in der Anwendung aber deutlich weiter gefasst werden kann, ist der Einsatz von aluminiumbasierten Durchdringungsverbunden in der Wasserstoffverbrennung. Durch die kubisch flächenzentrierte Kristallstruktur ist Aluminium deutlich resistenter gegen die Wasserstoffversprödung als beispielsweise ferritische Stähle oder Titan, welches keiner Atmosphäre mit mehr als 150 ppm Wasserstoff ausgesetzt werden darf (bei TiV13Cr11A13 ist die Toleranz etwas höher und beträgt bis zu 200 ppm) [326].

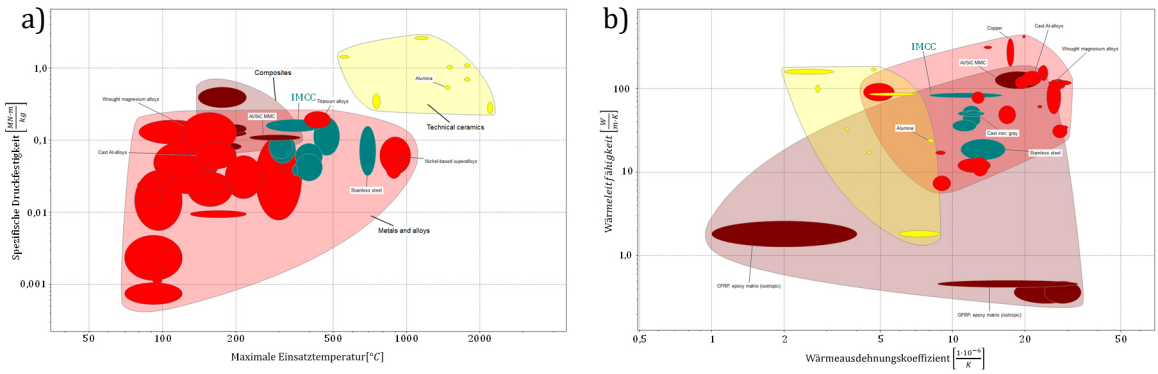


Abbildung 6.8 a) und b). Werkstoffauswahldiagramme nach Ashby – Spezifische Druckfestigkeit über maximaler Einsatztemperatur und Wärmeleitfähigkeit über dem Wärmeausdehnungskoeffizienten. Hierbei sind die Werkstoffklassen zusammengefasst und der Durchdringungsverbund durch eine eigene Beschriftung hervorgehoben. Aus [306] erstellt.

Abbildung 6.8 a) und b) zeigen zwei Auswahldiagramme in welchen die maximale Einsatztemperatur, spezifische Druckfestigkeit, Wärmeausdehnungskoeffizienten und Wärmeleitfähigkeit aufgetragen sind. Durch die höhere Druckfestigkeit als partikelverstärkte MMCs (vergleiche Abbildung 6.8 a)) liegt der Temperatur- und Lasteinsatz des Durchdringungsverbunds in der Größenordnung von Titan, hat neben der prognostizierten besseren Wasserstoffbeständigkeit jedoch auch eine deutlich bessere Wirtschaftlichkeit.

Nach [325] liegt der Preis pro Kilogramm für Titan bei über 20 € (Stand 2020). Partikelverstärkte Aluminiumlegierungen sind mit $2 - 5\,\frac{€}{kg}$ angegeben. Die Materialkosten für den Durchdringungsverbund belaufen sich auf Basis der Angaben von AlSi10Mg (Stand 2020) [195] und der Herstellerangaben für die keramische Preform auf insgesamt $7{,}90\,\frac{€}{kg}$ bis $8{,}30\,\frac{€}{kg}$ im industriellen Maßstab. Da der Urformprozess endkonturnahe erfolgt, sind je nach Komplexität der Form und Prozessführung für die Herstellung ähnliche Kosten, wie für die zerspanende Bearbeitung metallischer Bauteile zu rechnen. Für eine Lochscheibe mit 200 mm Durchmesser und einer Höhe von 20 mm beispielsweise, sind bei einer Stückzahl von 15.000 pro Jahr und einer konservativ abgeschätzten Formstandzeit von einem Jahr, laut aktuellen Angeboten Formkosten von ca. 1 € pro Aluminiumdruckgussteil zu erwarten. Damit sind die Materialkosten des AlSi10Mg-Al_2O_3-Durchdringungsverbunds im Vergleich zu Titan um über 50 % günstiger.

Wie Abbildung 6.4 zeigt, hat der Durchdringungsverbund im Vergleich zur Aluminiumlegierung zwar eine eingeschränkte Wärmeleitfähigkeit, zeigt in Abbildung 6.8 b) im Vergleich zu Werkstoffen wie beispielsweise Gusseisen eine 40 % bessere Leitfähigkeit (vergleiche [327]) und einen vergleichbaren Wärmeausdehnungskoeffizienten. Damit würde sich der Durchdringungsverbund, bei bestätigter Wasserstoffbeständigkeit, als Konstruktionswerkstoff im Anwendungsbereich der Wasserstoffverbrennung eignen. Neben der guten Verbindbarkeit mit eisenbasierten Bauteilen auf der reaktionsumgebungsabgewandten Seite stellt die gute spezifische Druckfestigkeit und im Vergleich zu Aluminium erhöhte Einsatztemperatur diesbezüglich Vorteile dar und gibt Perspektive für weitere Forschungsaktivitäten in dieser Richtung.

7 Fazit

In diesem Kapitel werden die wichtigsten Schlussfolgerungen zusammengefasst, welche aus den Untersuchungen dieser Arbeit über die keramische Preform und den Metall-Keramik-Durchdringungsverbund gezogen werden können.

Die keramische Preform stellt sich durch ihre sehr geringe geschlossene Restporosität, dichten keramischen Stege und sehr enge und feine Porengrößenverteilung als geeignetes Ausgangsmaterial für die Infiltration mit einem Leichtmetall heraus, da sie durch ihre mikrostrukturelle Beschaffenheit eine hohe mechanische Festigkeit aufweist. Ihre gute Permeabilität und geringe Tortuosität ermöglichen eine gute Infiltrierbarkeit, wie die experimentelle Herstellung und der Abgleich der Füllsimulation zeigt.

Die feine Mikrostruktur der keramischen Preform trägt nach Infiltration im Durchdringungsverbund dazu bei, dass anhand der natürlichen Mikrostruktur sowohl an der Probenoberfläche digitale Bildkorrelation durchgeführt werden kann als auch digitale Volumenkorrelation im Probeninneren. Dadurch ist es möglich, an identischen Stellen sowohl die Mikrostruktur als auch die lokale Dehnung der Probe auszuwerten und neue Erkenntnisse sowie ein tieferes Materialverständnis zu gewinnen.

Unter quasistatischer Druckbelastung zeigt der Metall-Keramik-Durchdringungsverbund einen dreistufigen Schädigungsprozess, welcher sich in die Phasen der Schädigungsbildung, des Mechanismenwechsels und des makroskopischen Scherversagens unterteilen lässt. Bei der Schädigungsbildung entstehen Risse in intermetallischen Phasen, der Grenzfläche und vor allem der keramischen Phase, welche diese Phase dominiert. Während dem Mechanismenwechsel vereinigen sich Risse zu einem Rissnetzwerk und die Neubildung von Rissen nimmt ab. Während des makroskopischen Scherversagens dominiert die metallische Phase das Schädigungsgeschehen, im Rissnetzwerk wird eine Rissebene in 45° zur Belastungsrichtung bevorzugt geschädigt und es kommt zu einer deutlichen Rissvolumenzunahme, welche das Probenversagen einleitet.

Unter quasistatischer Zugbelastung ist das Versagensverhalten deutlich schwieriger zu beschreiben, da der Vorgang von der Rissbildung bis zum Versagen innerhalb weniger Millisekunden abläuft. Es lässt sich aber festhalten, dass das Gefüge der metallischen Phase für das Versagen unter Zug dominiert. Große intermetallische Ausscheidungen sind nachteilig für die Zugeigenschaften, da Risse vermehrt in ihnen oder an deren Grenzflächen auftreten. Darüber hinaus wird festgestellt, dass die innere Kerbwirkung der keramischen Phase im Vergleich zur unverstärkten Aluminiumlegierung die Zugfestigkeit im Durchdringungsverbund reduziert.

Für den temperaturabhängigen E-Modul und die temperaturabhängige Wärmeausdehnung zeigt sich oberhalb von 265 °C ein Hystereseverhalten, das sich auf die komplexe Interaktion der beiden Phasen im Durchdringungsverbund zurückführen lässt. Mikrostrukturelle Untersuchungen, wie auch die Simulation an der Mikrostruktur zeigen, dass zyklische Phänomene (Reduktion und Zunahme von Eigenspannungen, Einsetzen von Kriechen und Plastizität in der metallischen Phase, sowie sich verändernde Porosität) und Schädigungseintritt (an der Phasengrenze und in den intermetallischen Ausscheidungen) dafür verantwortlich sind.

Unter thermo-mechanischer Beanspruchung zeigt der Durchdringungsverbund einen Mechanismenwechsel in der Schädigung, welcher ebenfalls oberhalb von 265 °C auftritt und auf dieselben Phänomene und deren komplexes Zusammenwirken zurückzuführen ist, wie

auch die temperaturabhängige Hysterese. Aus den Schädigungsuntersuchungen geht hervor, dass vor allem das Einsetzen von Kriechen diesen Schädigungswechsel dominiert.

Die unterschiedlichen Ansätze zur Heilung und Selbstheilung geben erste Forschungserkenntnisse zum (Selbst-)Heilungspotential von Metall-Keramik-Durchdringungsverbunden. Sie zeigen entgegen den Annahmen, dass neben der potentiell geeigneten Mikrostruktur weitere chemische und physikalische Gegebenheiten, wie eine geringe Oxidationsanfälligkeit der metallischen Phase, eine geringere Differenz der Wärmeausdehnung und eine gute Benetzung der niedrigschmelzenden Komponente vorhanden sein muss, um effiziente nicht-autonome Selbstheilung in einem Durchdringungsverbund zu erreichen. Nichtsdestotrotz ist eine wichtige Erkenntnis der Untersuchungen, dass eine Heilung grundsätzlich möglich ist und durch gezielte Forschung zur Optimierung der nicht-autonomen Selbstheilung das Potential der Werkstofffamilie der Metall-Keramik-Durchdringungsverbunde erweitert werden kann.

8 Verzeichnisse

In diesem Kapitel werden alle Verzeichnisse aufgelistet, die für diese Arbeit relevant sind. Sie geben eine Übersicht über die verwendeten Variablen und Abkürzungen, die verwendeten Abbildungen und Tabellen, sowie die zitierte Literatur.

8.1 Variablen- und Abkürzungsverzeichnis

α_{th}	differenzieller Wärmeausdehnungskoeffizient (CTE)
$\alpha_{IMCC}^{uG,S}$	Wärmeausdehnungskoeffizient für den Metall-Keramik-Durchdringungsverbund für die untere Grenze nach Schapery
α_{IMCC}^{Turner}	Wärmeausdehnungskoeffizient für den Metall-Keramik-Durchdringungsverbund nach Turner
γ	Kontaktwinkel
δ	Oberflächenspannung
ε	technische Dehnung
ε^{me}	mechanische Dehnung
ε^{th}	thermische Dehnung
$\varepsilon_{a,p}$	plastische Dehnungsamplitude
$\varepsilon_{a,t}$	Totaldehnungsamplitude
ε_t	Totaldehnung
η	(Selbst-)Heilungserfolg
θ	Wärmefluss
λ	Wärmeleitfähigkeit
ν	Querkontraktionszahl
ξ	Schaumkonstante nach Ashby und Gibson
Π	Porosität
ρ	Dichte
ρ^*	Dichte mit geschlossener Porosität
ρ'	Rohdichte (inkl. offener und geschlossener Porosität)
$\rho_{Al_2O_3}$	Dichte von monolithischem, dicht gesintertem Aluminiumoxid
$\rho_{AlSi10Mg}$	Dichte der porenfreien Aluminiumlegierung AlSi10Mg
ρ_{IMCC}^*	Dichte des Metall-Keramik-Durchdringungsverbundes mit Restporosität
σ	technische Spannung
$\sigma_{0,2,d}$	Stauchgrenze bei 0,2 % plastischer Stauchung

σ_a	Spannungsamplitude
σ_m	Mittelspannung
σ_{max}	Maximalspannung
σ_{min}	Minimalspannung
$\tau_{\frac{1}{2}}$	Halbwertszeit
φ	Skalierfaktor
$\Delta\varphi$	Phasendifferenz
χ	volumenbezogener Anteil der Preform im Verbund
ψ	Sphärizität
ω	Kreisfrequenz
a	Temperaturleitfähigkeit
A_O	Oberfläche
A_U	Anisotropieindex
b	Probenbreite
$c_{Al_2O_3}$	Massenanteil der keramischen Preform
$c_{AlSi10Mg}$	Massenanteil der AlSi10Mg-Legierung
c_v	Volumenanteil
C	Steifigkeitskonstante
C^4	co-kontinuierlicher Metall-Keramik-Verbund (engl. Co-Continous Ceramic-Metal Composite)
C_p	spezifische Wärmekapazität
d	Probendicke, Rissdicke
E	Elastizitätsmodul
E^*	Elastizitätsmodul einer offenporigen Schaumstruktur mit schlanken Stegen
$E_{gesamt}(T)$	Gesamter, temperaturabhängiger Elastizitätsmodul
$E_{hystersisch}(T)$	Hysterese-Anteil des temperaturabhängigen Elastizitätsmoduls
$E_{thermisch}(T)$	Thermischer Anteil des temperaturabhängigen Elastizitätsmoduls
f	Frequenz
f_b	Biege-Grundfrequenz
f_t	Torsions-Grundfrequenz
G	Schubmodul

k	Wellenzahl
L	Probenlänge
m	Masse
m_{uW}	Gewicht unter Wasser
m_{tr}	Trockengewicht
m_{nass}	Gewicht einer Probe, wobei die offene Porosität mit Wasser gefüllt ist
N_B	Bruchlastspielzahl
N_G	Grenzspielzahl
p	Druck
p_K	Kapillardruck
$P_{1,2}$	Stempelposition
r	Radius
t	Zeit
T	Temperatur
$u(x,t)$	mechanische Wellenfunktion
U	Gruppengeschwindigkeit
V	Volumen
z	Materialzustand
$\frac{dL}{L_0}$	Längenänderung
Al_2O_3	Aluminiumoxid bzw. Abkürzung für die keramische Preform
AlSi10Mg	in dieser Arbeit verwendete Aluminiumlegierung
CMC	Keramik-Matrix Verbundwerkstoffe (engl. Ceramic Matrix Composite)
CT	Computertomographie
CTE	differentieller Wärmeausdehnungskoeffizient (engl. Coefficient of Thermal Expansion)
DIC	digitale Bildkorrelation (engl. Digital Image Correlation)
DIMOX	direkter Metalloxidationsprozess (engl. Directed Metal Oxidation)
DSC	dynamische Wärmestromdifferenzkalometrie (engl. Differential Scanning Calorimetry (DSC))
DVC	digitale Volumenkorrelation (engl. Digital Volume Correlation)

ESEM	Niedrigvakuum-Rasterelektronenmikroskop (engl. Environmental Scanning Electron Microscopy)
FEM	Finite-Elemente-Modell
HT	Hochtemperatur
IMCC	Metall-Keramik-Durchdringungsverbund (engl. Interpenetrating Metal-Ceramic Composite)
LFA	Laser-Flash-Analyse
MEAM-HP	keramikpartikelgefüllte, additiv gefertigte Materialextrusion gefüllter Polymere (engl. Material Extrusion Additive Manufacturing with Highly-Filled Polymer)
MMC	Metall-Matrix Verbundwerkstoffe (engl. Metal Matrix Composites)
ppi	Poren-pro-Zoll-Wert (engl. Pores per Inch)
REM	Rasterelektronenmikroskopie
RFDA	Resonanzfrequenz-Dämpfungsanalyse (engl. Resonant Frequency Damping Analysis)
ROI	Probenausschnitt von Intresse (engl. Region of Interest)
RPM	reaktive Metalldurchdringung (engl. Reactive Metal Penetration)
RT	Raumtemperatur
RVE	Repräsentatives Volumenelement (engl. Representative Volume Element)
SiC	Siliziumcarbid
TEM	Transelektronenmikroskopie
TMF	Thermo-mechanische Ermüdung (engl. Thermo-mechanical Fatigue)
UPS	Ultraschall Phasenspektroskopie
USD	US-Dollar

AR	Gefüge der AlSi10Mg-Legierung im Anlieferungszustand (engl. As received)
IF	Gefüge der AlSi10Mg-Legierung im Zustand nach der Gasdruckinfiltration (engl. Infiltrated)
T6	Gefüge der AlSi10Mg-Legierung im Wärmebehandelten Zustand, lösungsgeglüht, abgeschreckt, angelassen.

8.2 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2.1 Übersicht von Arten der Verstärkung in Verbundwerkstoffen, sowie deren Dimension der Vernetzung (jeweils über der Schemazeichnung für Matrix und Verstärkungsphase). Nach [15]. 4
Abbildung 2.2 Übersicht der Metall-Keramik-Durchdringungsverbundherstellung. Die Infiltrationsverfahren sind nach [38] zusammengefasst. Erklärungen zu den Abkürzungen finden sich in den folgenden Unterkapiteln. 7
Abbildung 2.3 Übersicht der Druckfestigkeit diverser keramischer Preformen unterschiedlicher Herstellrouten aus Aluminiumoxid, nach [46]. 14
Abbildung 2.4 Versuchsführung der Out-of-Phase TMF-Untersuchungen im Spannungs-Dehnungsdiagramm dargestellt. Nach [162] dargestellt von [161]. 25
Abbildung 3.1 Schematische Darstellung der Gasdruckinfiltrationsanlage, nach [188] 32
Abbildung 3.2 Temperatur-Zeit- und Druck-Zeit-Diagramm der Gasdruckinfiltration. 33
Abbildung 3.3 Temperatur-Zeit- und Druck-Zeit-Diagramm der Gasdruckinfiltration nach der Prozessoptimierung. 34
Abbildung 3.4 Exemplarische Darstellung des Soll-Ist Abgleichs zwischen vorgegebenem CAD-Modell und der tatsächlichen Probenoberfläche einer Flachzugprobe nach der zerspanenden Bearbeitung. Entnommen aus [BA3]. 35
Abbildung 3.5 a) und b). a) Foto der würfelförmigen IF-IMCC Probe (links) und des T6-IMCC 18-Flächners (rechts). Hierfür wurden alle Würfelkanten im 45°-Winkel zu den benachbarten Flächen abgeschliffen. b) Quaderförmige Probe mit Loch, hier im ungeschädigten Zustand für die legierungsgestützte Heilung, aus [K6]. 37
Abbildung 3.6 Schematische Darstellung der "Flachzugprobe, groß" mit Bemaßung in mm, wie sie für die Zugversuche an der Universalprüfmaschine verwendet wurden. Entnommen aus [BA3]. 37
Abbildung 3.7 Schematische Darstellung der "Flachzugprobe, klein" mit Bemaßung in mm, wie sie für die in-situ-Zugversuche verwendet wurden. Entnommen aus [194] 37
Abbildung 3.8 Schematische Darstellung der Rundzugprobe mit Bemaßung in mm, wie sie für die TMF-Versuche verwendet wurde. 37
Abbildung 4.1 Schematische Darstellung des "ImageStackProcess" in Avizo, zur Bestimmung des untersuchten Probenvolumens (links) und der Bestimmung von Porosität und Schädigung (rechts). Module mit Eigennamen in Avizo sind in schwarz dargestellt. Ein- und Ausgabedateien wurden in lila dargestellt, die Ausgabedateien in grau mit dem Informationsgehalt der Ausgabedatei unterschrieben. Nach Schukraft et al. [96]. 47
Abbildung 4.2 a) und b). a) Systematische und b) statistische Unsicherheit der Verschiebung während der in-situ-CT-Versuche in Abhängigkeit von der gewählten Maschenweite für die digitale Volumenkorrelation. Y beschreibt hierbei die Lastrichtung, X und Z liegen senkrecht dazu. Aus [82] 48
Abbildung 4.3 Schematischer Aufbau der Ultraschallphasenspektroskopie, in Anlehnung an Wanner [209]. 50
Abbildung 4.4 Exemplarisches Spannungs-Zeit-Diagramm der zyklischen Laststeigerungsversuche unter Druck. 54
Abbildung 4.5 Exemplarisches Spannungs-Zeit-Diagramm der zyklischen Laststeigerungsversuche unter Zug. 55
Abbildung 4.6 Schematischer Aufbau der in-situ-Druckprüfung in der Universalprüfmaschine mit DIC-Auswertung und digitalem Lichtmikroskop. Aus Schukraft et al. [75] 55
Abbildung 4.7 Aufbau der in-situ-CT-Messung innerhalb der Messkammer (links). Ein detaillierter Einblick ins Innere der Prüfvorrichtung mit dem unteren Stempel und der Probe (rechts). Entnommen aus Schukraft et al. [96] 57

Abbildung 4.8 In-situ-REM-Stage mit eingebauten Druckstempeln und Probe. Rechts ist die technische Zeichnung der Druckstempel zu sehen. Entnommen aus [194]..... 58
Abbildung 4.9 In-situ-REM-Stage mit eingebauter, gekerbter Zugprobe. Entnommen aus [194]. 58
Abbildung 4.10 Foto des Abschreckofens mit vertikaler Röhre (links) und schematisches Temperaturbehandlungsprofil mit den wichtigen Größen auf der Temperatur- und Zeitachse (rechts). 59
Abbildung 4.11 Schematischer Aufbau der DSC-Messkammer mit Referenztiegel, sowie Probentiegel und der entsprechenden Messreihenfolge (oben rechts). Unten rechts ist das entsprechend verwendete Gerät dargestellt (aus [221]). 60
Abbildung 4.12 Aufbau der Laser-Flash-Analyse (LFA), mit vergrößertem graphitischen Probenhalter (rechts). Nach [K4]. 61
Abbildung 4.13 a) und b). Repräsentatives Temperatur-Zeit-Diagramm eines Heizzyklus während der Dilatometermessung. a) Bei 500 °C Maximaltemperatur. b) Bei unterschiedlichen Maximaltemperaturen mit Soll- und Ist-Verlauf (gestrichelte Linien) für den Durchdringungsverbund. a) entnommen aus [138] und b) aus [137]..... 62
Abbildung 4.14 Schematische Darstellung des Temperatur-Zeit-Diagramms der in-situ-REM Dilatometerversuche. Entnommen aus [138]..... 63
Abbildung 4.15 a) und b). a) Temperaturprofil der RFDA-Experimente mit konstanter Heizrate von 5 K/min, einer 60-minütigen Verweilzeit und einer von 5 K/min abfallende Kühlrate unterhalb von 300 °C. b) Schematische Darstellung der Abschreckversuche zur weiteren Untersuchung der E-Modulentwicklung. Die Temperatur wurde während des Abkühlens nicht gemessen. Entnommen aus [137]. 65
Abbildung 4.16 Foto vom Aufbau der thermo-mechanischen Ermüdungsprüfung mit eingebauter Probe. 66
Abbildung 4.17 Schematischer Ablauf der TMF-Prüfung mit einer kraftgeregelten Vorprüfung zur Bestimmung der thermischen Dehnung und einer weggeregelten Prüfung mit Totaldehnungsbehinderung durch mechanische Kompensation der thermischen Dehnung. Nach [K4]..... 67
Abbildung 4.18 Grafische Darstellung der Umrechnung aus der Spannungs-Temperatur-Hysterese hin zur Spannungs-Dehnungs-Hysterese. Aus dieser können wichtige Kenngrößen, wie die mechanische Totaldehnung und die plastische Dehnungsamplitude, abgelesen werden. Aus [71]..... 67
Abbildung 4.19 Schematische Darstellung der Auswerteroutine zur quantitaiven Bestimmung des Heilungserfolgs der CT-Daten mit Avizo. Module mit Eigennamen in Avizo sind in schwarz dargestellt. Ein- und Ausgabedateien wurden in lila dargestellt. Aus [234]..... 68
Abbildung 4.20 Foto der in Gips eingebetteten Durchdringungsverbundprobe zur Selbstheilung mit einer Öffnung nach oben. 69
Abbildung 4.21 a) und b). a) Aufbau des Selbstheilungsansatzes in der Gasdruckinfiltrationsanlage mit angepasstem Thermoelement und Kaolin-Stützpulver um die Probe. b) Legierungsunterstützter Heilungsansatz mit der quaderförmigen Probe mit Loch und zusätzlicher Aluminiumlegierung. a) nach Schukraft et al. [174], b) nach [K6]..... 70
Abbildung 5.1 Porengrößenverteilung der keramischen Preform mit Angabe des Median und mittleren Porenradius. 72
Abbildung 5.2 Abbildung einer zylindrischen Keramikschaumprobe (oben links), sowie Übersicht der Porengrößenverteilung entlang der entsprechenden Raumrichtung. Gemessen an drei verschiedenen Proben, jeweils mit Fehlerbalken. Übertragen aus [MA2]..... 72
Abbildung 5.3 Verteilung der großen Poren (> 550 µm) in drei verschiedenen Preformen entlang der Y-Achse. 73

Abbildung 5.4 a) bis f). Übersicht der Mikrostruktur der keramischen Preform mit unterschiedlichen Methoden und Vergrößerungen. a) Foto, b)-e) ESEM-Aufnahmen in unterschiedlichen Vergrößerungen, Angaben der Strahlparameter und Maßbalken, jeweils im Bild. f) 3D-Rekonstruktion der Mikrostruktur aus einer CT-Aufnahme, auf der echten Würfelseite mit Schnittbild der 2D-CT Grauwertverteilung. a) aus [137], b) aus [188] und f) aus [K2]. 73
Abbildung 5.5 Füllsimulation mit der "Capillary Pressure Simulation" mit VGStudio Max. Links und Mitte: 2D-Schnitte mit dem Porenfüllgrad (gelb) bei 0,69 und 1,0 bar. Blaue Poren repräsentieren ungefüllte, offene Porosität. In Rosa ist geschlossene Porosität dargestellt. Rechts ist eine 3D-Darstellung während der Füllung zu sehen. In Gelb sind gefüllte Poren dargestellt, in Rosa die geschlossene Porosität..... 74
Abbildung 5.6 a) bis f). Mikroskopieaufnahmen der Mikrostruktur der Aluminiumlegierung. Oben lichtmikroskopische Aufnahmen mit 500-facher Vergrößerung, unten REM-Aufnahmen mit den Strahlparametern und dem Maßbalken in der Fußzeile. a) und d) zeigen die AR-Legierung, b) und e) die IF-Legierung und c) und f) die T6-Legierung. b) bis f) zeigen die Punkte, an denen EDX-Messungen durchgeführt wurden. a)-c) aus [BA1] und d)-f) nach [194]. 75
Abbildung 5.7 a) bis d). Übersicht der Mikrostruktur des Durchdringungsverbunds mit unterschiedlichen Methoden und Vergrößerungen. a) Lichtmikroskopische Aufnahme, b) und d) ESEM-Aufnahmen in unterschiedlichen Vergrößerungen, Angaben der Strahlparameter und Maßbalken, jeweils im Bild. c) 2D-Schnitt durch die innere Mikrostruktur aus einer CT-Aufnahme. b) aus [188]..... 78
Abbildung 5.8 2D-Querschnitt im Materialinneren des Durchdringungsverbunds mit einem deutlichen Infiltrationsfehler von nicht vollständig gefüllter, offener Porosität. 79
Abbildung 5.9 ESEM-Bild des Metall-Keramik-Durchdringungsverbunds (oben) und EDX-Mapping für die Elemente Sauerstoff, Magnesium, Aluminium (mitte) und Silizium, Mangan und Eisen (unten). Zur besseren Sichtbarkeit wurde die Eisenverteilung in Kontrast und Helligkeit um 40 % verstärkt. Die markierten Punkte in der ESEM-Aufnahme sind in ihrer Materialzusammensetzung in Tabelle 5.7 aufgelistet. Nach [194]..... 80
Abbildung 5.10 Lokaler Ausschnitt der Porensegmentierung offener Porosität in der keramischen Preform in Avizo mit der "Labeling"-Funktion, dem Watershedalgorithmus und der Trenneinstellung „26 Nachbarn“. Zur besseren Sichtbarkeit wurden alleinstehende Poren, die aus weniger als 25.000 zusammenhängenden Voxeln bestehen, entfernt..... 83
Abbildung 5.11 Abhängigkeit des Elastizitätsmoduls von der Temperatur für die beiden Komponenten keramische Preform und AlSi10Mg-Legierung und den Durchdringungsverbund im Temperaturbereich bis 500 °C. Die Haltezeit an der Maximaltemperatur während der RFDA-Messung betrug 10 min. Die Aufheizkurve liegt bei Aufspaltung der Kurven unter der Abkühlkurve. Aus Schukraft et al. [137]. 87
Abbildung 5.12 Abhängigkeit des Elastizitätsmoduls von der Temperatur und der Haltezeit bei der Maximaltemperatur für den Durchdringungsverbund im Temperaturbereich bis 500 °C. Aus Schukraft et al. [137]. 88
Abbildung 5.13 a) und b). Vergleich der E-Modulentwicklung mit der Temperatur mittels RFDA für die Variation der Maximaltemperatur für den Durchdringungsverbund im infiltrierten Zustand. a) E-Modulverlauf über der Temperatur. b) Temperaturverlauf über der Zeit, mit einer Haltezeit von 10 min an der Maximaltemperatur. Aus Schukraft et al. [137]. 89
Abbildung 5.14 Abhängigkeit des E-Moduls von der Dichte für Durchdringungsverbundproben unterschiedlicher Dichten, jeweils mit Standardabweichung. Ausreißer sind türkis markiert, aus [LP1]..... 89

Abbildung 5.15 Spannungs-Stauchungs-Diagramm mit repräsentativen Kurven unter quasistatischem Druck, durchgeführt bei einer Stauchrate von 10^{-3} 1/s. Werte teilweise aus [75]. 90
Abbildung 5.16 Bruchwahrscheinlichkeit der keramischen Preform, getestet an zylindrischen Proben nach Weibull. Werte aus [BA2] 91
Abbildung 5.17 Spannungs-Stauchungs-Diagramm mit repräsentativen Kurven der AlSi10Mg-Legierung (AR, IF und T6), sowie des Durchdringungsverbunds (IF und T6) unter quasistatischem Druck, durchgeführt bei einer Stauchrate von 10^{-3} 1/s und DIC-Dehnungsbestimmung. Werte aus [BA1]. 92
Abbildung 5.18 Spannungs-Dehnungs-Diagramm mit repräsentativen Kurven der AlSi10Mg-Legierung (AR) und des Durchdringungsverbunds (IF) unter quasistatischem Zug, mit Vergrößerung kleiner Dehnungen. Werte aus [BA3]. 93
Abbildung 5.19 Spannungs-Verlängerungs-Diagramm mit repräsentativen Kurven der AlSi10Mg-Legierung (AR, IF und T6) und des Durchdringungsverbunds (IF und T6) unter quasistatischem Zug an gekerbten Proben (deshalb ist die Dehnung in mm und nicht in % gegeben). Werte teilweise aus [194] 94
Abbildung 5.20 a) bis d). Spannungs-Verlängerungs-Diagramm mit repräsentativen Kurven. a) Gegenüberstellung der Gefügezustände des Durchdringungsverbunds (IF und T6). b) Gegenüberstellung der Gefügezustände der AlSi10Mg-Legierung (AR, IF und T6). c) Gegenüberstellung der AlSi10Mg-Legierung und des Durchdringungsverbunds im infiltrierten Zustand (IF). d) Gegenüberstellung der AlSi10Mg-Legierung und des Durchdringungsverbunds im wärmebehandelten Zustand (T6). Werte teilweise aus [194]. 94
Abbildung 5.21 a) und b). Effektiver E-Modul in Abhängigkeit des keramischen Phasenanteils und der Volumenelementgröße (VE). a) Für die keramische Preform und b) für den Metall-Keramik-Durchdringungsverbund, jeweils im Abgleich mit analytischen Modellen. Aus [188]. 97
Abbildung 5.22 Schematisches, temperaturabhängiges Verhalten des E-Moduls für Durchdringungsverbunde von den jeweiligen Anteilen: thermisch (links), hysteresisch (Mitte) und die daraus resultierende Kurve (rechts). Aus Schukraft et al. [137]. 98
Abbildung 5.23 a) und b). a) Übersicht der Wärmekapazität der keramischen Preform, der AlSi10Mg-Legierung und des Durchdringungsverbunds im Temperaturbereich zwischen 20 und 100 °C. b) Vergleich der Temperaturabhängigen Wärmekapazität des Durchdringungsverbunds mit der Mischungsregel. Aus [138]. 102
Abbildung 5.24 a) bis d). Übersicht der Software internen Fitkurven zur Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit (Temperaturanstieg, gemessen in Volt, über der Zeit in ms), aus der sich die Wärmeleitfähigkeit berechnen lässt. Links für den Durchdringungsverbund a)-b), rechts für die AlSi10Mg-Legierung c)-d). Jeweils für 25 und 100 °C. In Blau sind die Messpunkte gegeben, in Rot der Kurvenfit. 103
Abbildung 5.25 Verlauf der mittleren CTE-Kurven mit Standardabweichung über der Temperatur für den Durchdringungsverbund und seine Komponenten (P: keramische Preform, Al: AlSi10Mg-Legierung). Abgebildet sind zwei (Z_1 und Z_2) Heiz- (H) und Kühlzyklen (K) für jedes Material. Mit roten und blauen Pfeilen ist der Kurvenbeginn für den Heiz- bzw. Kühlabschnitt markiert. Nach [138]. 104
Abbildung 5.26 Digitale Bildkorrelation, basierend auf dem Muster der natürlichen Mikrostruktur des Durchdringungsverbunds während des ersten Zyklus des in-situ-Heizexperiments in der in-situ-REM Vorrichtung. Links bei Raumtemperatur, rechts bei 500 °C, mit optischem Extensiometer (schwarzer Doppelpfeil). Aus [138]. 105

Abbildung 5.27 Mittlerer CTE der ersten beiden Aufheizzyklen für den Durchdringungsverbund, verglichen mit den analytischen Modellen nach Turner und Schapery. Basierend auf Auswertungen von [MA1].....106
Abbildung 5.28 Ergebniszusammenstellung der 2D in-situ-Versuche in der Universalprüfmaschine mit Spannungs-Stauchungs-Diagramm, DIC-Auswertung (oben rechts) und mikroskopischen Aufnahmen (unten), aus [95].....112
Abbildung 5.29 Ergebnisse der in-situ-Druckprüfung der keramischen Preform mit Spannungs-Stauchungs-Diagramm, aus [95].....113
Abbildung 5.30 3D-Auswertung des Risswachstums im Inneren des Durchdringungsverbunds unter Druckbelastung. Die Lastrichtung ist vertikal in der gezeigten Bildserie und das entsprechende Diagramm, dem die Laststufen entnommen sind, findet sich in Abbildung 5.31. Entnommen aus Schukraft et al. [95].....114
Abbildung 5.31 Zusammenstellung der Druckschädigung im Materialinneren des Durchdringungsverbunds senkrecht zur Belastungsrichtung. Die Nummerierung der Laststufen in Tabelle 5.14, Abbildung 5.30, Abbildung 5.32 und Abbildung 5.33 bezieht sich jeweils auf das Spannungs-Stauchungs-Diagramm oben rechts in dieser Abbildung. Entnommen aus [95].....115
Abbildung 5.32 Zusammenstellung der Druckschädigung im Materialinneren des Durchdringungsverbunds parallel zur Belastungsrichtung. Das entsprechende Diagramm zu den Laststufen findet sich in Abbildung 5.31. Aus. [82].....116
Abbildung 5.33 Darstellung der makroskopischen Entwicklung der Stauchung in Lastrichtung ε_y. In Laststufe 0 ist die Schnittrichtung für den Querschnitt der Stauchungsverteilung im Inneren angegeben. Die Stauchungen beziehen sich immer auf die undeformierte Laststufe 0. Das zu den Laststufen gehörige Diagramm findet sich in Abbildung 5.31. Eine Skala der Dehnungsverteilung in Absolutwerten findet sich rechts unten. Entnommen aus Schukraft et al. [82].....118
Abbildung 5.34 a) und b). Vergleich des Schädigungsmusters zwischen a) der keramischen Preform im „versagten“ Zustand (Risse sind in lila hervorgehoben) und b) dem Durchdringungsverbund in Laststufe 9. Die Risse im Durchdringungsverbund wurden automatisiert segmentiert und wenige, nicht erkannte Risse sind zusätzlich mit gelben Pfeilen markiert. Aus [82].....119
Abbildung 5.35 DIC-Auswertung auf dem natürlichen Muster der Durchdringungsverbundmikrostruktur an in-situ-REM Druckversuchen. Das Ausgangsbild (0 MPa) wurde als Referenz für die Stauchung verwendet. Entnommen aus [194].....120
Abbildung 5.36 Ergebniszusammenstellung der in-situ-REM Druckschädigung im Durchdringungsverbund mit repräsentativem Spannungs-Stauchungs-Diagramm. Der Stern in Laststufe 5 steht für einsetzende plastische Deformation, hin zum makroskopischen Abscheren. REM-Bilder aus [194].....121
Abbildung 5.37 a) bis d). EDX Element-Analyse der Oberfläche unter Druck versagter Durchdringungsverbundproben. a) und c) sind die ESEM-Aufnahmen der unter b) und d) dazugehörigen EDX-Flächenanalyse. Die Farbverteilung ist in a) angegeben und wird über die gesamte Arbeit konsistent verwendet (vergleiche z.B. Abbildung 5.9). a) und b) entnommen aus [194].....122
Abbildung 5.38 REM-Aufnahme der Oberfläche der AlSi10Mg-Legierung (AR) nach Bruch mit EDX-Elementanalyse (dargestellt von oben nach unten für Aluminium, Silizium und Eisen). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen unten rechts um 40 % erhöht.....123
Abbildung 5.39 REM-Aufnahme der Bruchfläche der AlSi10Mg-Legierung (AR) mit EDX-Elementanalyse (dargestellt von oben nach unten für Aluminium, Silizium und Eisen). Zur

besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen unten rechts um 40 % erhöht. 124
Abbildung 5.40 REM-Aufnahme der Oberfläche der AlSi10Mg-Legierung (IF) nach Bruch mit EDX-Elementanalyse (dargestellt von oben nach unten für Aluminium, Silizium und Eisen). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen unten rechts um 40 % erhöht. Aus [MA 4]. 125
Abbildung 5.41 REM-Aufnahme der Bruchfläche der AlSi10Mg-Legierung (IF) mit EDX-Elementanalyse (dargestellt von oben nach unten für Aluminium, Silizium und Eisen). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen unten rechts um 40 % erhöht. Aus [MA 4]. 125
Abbildung 5.42 REM-Aufnahme der Oberfläche der AlSi10Mg-Legierung (T6) nach Bruch mit EDX-Elementanalyse (dargestellt von oben nach unten für Aluminium, Silizium und Eisen). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen unten rechts um 40 % erhöht. Aus [MA4]. 126
Abbildung 5.43 REM-Aufnahme der Bruchfläche der AlSi10Mg-Legierung (T6) mit EDX-Elementanalyse (dargestellt von oben nach unten für Aluminium, Silizium und Eisen). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen unten rechts um 40 % erhöht. Aus [MA 4]. 127
Abbildung 5.44 Ergebniszusammenstellung von REM-Aufnahmen der Oberfläche des Durchdringungsverbunds (IF) nach Bruch mit EDX-Elementanalyse (dargestellt für Aluminium, Silizium, Eisen und Sauerstoff). Links sind drei Bildausschnitte zu sehen, welche die Risscharakteristik repräsentieren. Das untere wurde zusätzlich mit EDX analysiert (siehe grüner Pfeil). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen rechts um 40 % erhöht. Teilweise aus [194]....128
Abbildung 5.45 Ergebniszusammenstellung von REM-Aufnahmen der Bruchfläche des Durchdringungsverbunds (IF) mit EDX-Elementanalyse (dargestellt für Aluminium, Silizium, Eisen und Sauerstoff). Der mittlere Bildausschnitt wurde zusätzlich mit EDX-Elementverteilung dargestellt, rechts unten (vergleiche grüner Rahmen). Rechts oben ist eine Gesamtübersicht der Bruchfläche gegeben. Teilweise aus [194]. 129
Abbildung 5.46 REM-Aufnahme der Oberfläche des Durchdringungsverbunds (T6) nach Bruch mit EDX-Elementanalyse (dargestellt von oben nach unten für Aluminium, Silizium, Eisen und Sauerstoff. Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen rechts um 40 % erhöht. 130
Abbildung 5.47 Ergebniszusammenstellung von REM-Aufnahmen der Bruchfläche des Durchdringungsverbunds (T6) mit EDX-Elementanalyse (dargestellt für Aluminium, Silizium, Eisen und Sauerstoff). Der mittlere Bildausschnitt wurde zusätzlich mit EDX-Elementverteilung dargestellt, rechts unten (vergleiche grüner Rahmen). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen um 40 % erhöht. Rechts oben ist eine Gesamtübersicht der Bruchfläche gegeben. Teilweise aus [MA4]....131
Abbildung 5.48 Spannungs-Stauchungsdiagramm der zyklischen Schädigungsuntersuchung am Durchdringungsverbund. 131
Abbildung 5.49 Entwicklung des zyklischen Be- und Entlastungsmoduls für den Durchdringungsverbund über der Stauchung, welcher mit steigender Laststufe abnimmt. Die Belastungsmoduln sind dabei in dunklen Farben dargestellt, die Entlastungsmoduln in hellen Farben, jeweils mit Standardabweichung. 132
Abbildung 5.50 Spannungs-Dehnungsdiagramm der zyklischen Schädigungsuntersuchung am Durchdringungsverbund. 133
Abbildung 5.51 Entwicklung des zyklischen Be- und Entlastungsmoduls für den Durchdringungsverbund über der Dehnung. Die Belastungsmoduln sind dabei in dunklen

Farben dargestellt, die Entlastungsmoduln in hellen Farben. Jeweils mit Standardabweichung. 133
Abbildung 5.52 Ausgewählte Ergebnisse der thermischen in-situ-REM-Untersuchungen während des ersten Aufheizzyklus. Pfeile markieren die auftretenden Phänomene. Entnommen aus [138]. 134
Abbildung 5.53 Überblick über zwei Durchdringungsverbundproben (IMCC1 und IMCC2), welche bei steigender Temperatur thermischem Zyklieren ausgesetzt wurden. Aufgezeichnet sind für jede Maximaltemperatur die Zyklen 2 und 3 (Z_2 und Z_3) für Heizen (H) und Kühlen (K). Bereiche nicht konstanter Heiz- und Kühlraten (vergleiche Abbildung 4.13 b)) wurden in der Darstellung nicht in die Kurve gezeichnet. Aus [137]. 135
Abbildung 5.54 a) bis d). Durchschnittliche CTE-Heizkurven (a) und c)) und Kühlkurven (b) und d)) am Durchdringungsverbund. a) und b) in der Darstellung bis Zyklus 9 mit Standardabweichung (fünf Proben), c) und d) in der Darstellung ausgewählter Zyklen bis 50. a) und b) entnommen aus [138]. 137
Abbildung 5.55 Ausgewählte Ergebnisse der thermischen in-situ-REM-Untersuchungen während der ersten vier Zyklen. Die vergrößerten Ausschnitte im unteren Teil sind zeilenweise durchnummeriert und dabei dem Übersichtsbild oben mit der entsprechenden Nummer und Rahmenfarbe zugeordnet. Relevante Veränderungen sind mit Pfeilen markiert und werden im dazugehörigen Text ausführlicher beschrieben. Entnommen aus [138]. 138
Abbildung 5.56 TMF-Kenndaten für IMCC-200. Links Spannungsverlauf über Zyklen, rechts ausgewählte Hysteresen im Spannungs-Dehnungsdiagramm. 140
Abbildung 5.57 Mikrostrukturelle Charakterisierung der Probe IMCC-200 nach Bruch. Links oben 3D-Auswertung der CT-Daten mit der Analyse von gebildeten Rissen mit und ohne Probenumriss. Unten REM-Aufnahmen der Bruchfläche in unterschiedlichen Vergrößerungen. Rechts oben ein hervorgehobener Ausschnitt mit Schwingstreifen in der metallischen Phase 140
Abbildung 5.58 REM-Aufnahmen der Bruchfläche der Probe IMCC-200 mit EDX-Elementanalyse (dargestellt für Aluminium, Silizium, Eisen und Sauerstoff). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen rechts um 40 % erhöht. 141
Abbildung 5.59 TMF-Kenndaten für IMCC-225. Links Spannungsverlauf über Zyklen, rechts ausgewählte Hysteresen im Spannungs-Dehnungsdiagramm. 142
Abbildung 5.60 Mikrostrukturelle Charakterisierung der Probe IMCC-225 nach Bruch. Links 3D-Auswertung der CT-Daten mit der Analyse von gebildeten Rissen mit und ohne Probenumriss. Rechts REM-Aufnahmen der Bruchfläche in unterschiedlichen Vergrößerungen. 142
Abbildung 5.61 REM-Aufnahmen der Bruchfläche der Probe IMCC-225 mit EDX-Elementanalyse (dargestellt für Aluminium, Silizium, Eisen und Sauerstoff). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen rechts um 40 % erhöht. 143
Abbildung 5.62 TMF-Kenndaten für IMCC-250. Links Spannungsverlauf über Zyklen, rechts ausgewählte Hysteresen im Spannungs-Dehnungsdiagramm. 144
Abbildung 5.63 Mikrostrukturelle Charakterisierung der Probe IMCC-250 nach Bruch. Links 3D-Auswertung der CT-Daten mit der Analyse von gebildeten Rissen mit und ohne Probenumriss. Rechts REM-Aufnahmen der Bruchfläche in unterschiedlichen Vergrößerungen. 144
Abbildung 5.64 REM-Aufnahmen der Bruchfläche der Probe IMCC-250 mit EDX-Elementanalyse (dargestellt für Aluminium, Silizium, Eisen und Sauerstoff). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen rechts um 40 % erhöht. 145
Abbildung 5.65 TMF-Kenndaten für IMCC-300. Links Spannungsverlauf über Zyklen, rechts ausgewählte Hysteresen im Spannungs-Dehnungsdiagramm. 146

Abbildung 5.66 Mikrostrukturelle Charakterisierung der Probe IMCC-300 nach Bruch. Links oben 3D-Auswertung der CT-Daten mit der Analyse von gebildeten Rissen mit und ohne Probenumriss. Unten REM-Aufnahmen der Bruchfläche in unterschiedlichen Vergrößerungen. Rechts oben ein hervorgehobener Ausschnitt mit besonders rauer Oberfläche in der metallischen Phase. 146
Abbildung 5.67 REM-Aufnahmen der Bruchfläche der Probe IMCC-300 mit EDX-Elementanalyse (dargestellt für Aluminium, Silizium, Eisen und Sauerstoff). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen rechts um 40 % erhöht. 147
Abbildung 5.68 TMF-Kenndaten für IMCC-350. Links Spannungsverlauf über Zyklen, rechts ausgewählte Hysteresen im Spannungs-Dehnungsdiagramm. 148
Abbildung 5.69 Mikrostrukturelle Charakterisierung der Probe IMCC-350 nach Bruch. Links oben 3D-Auswertung der CT-Daten mit der Analyse von gebildeten Rissen mit und ohne Probenumriss. Unten REM-Aufnahmen der Bruchfläche in unterschiedlichen Vergrößerungen. Rechts oben ein hervorgehobener Ausschnitt mit großflächig auftretender Rauheit in der metallischen Phase. 148
Abbildung 5.70 REM-Aufnahmen der Bruchfläche der Probe IMCC-350 mit EDX-Elementanalyse (dargestellt für Aluminium, Silizium, Eisen und Sauerstoff). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen rechts um 40 % erhöht. 149
Abbildung 5.71 TMF-Kenndaten für IMCC-400. Links Spannungsverlauf über Zyklen, rechts ausgewählte Hysteresen im Spannungs-Dehnungsdiagramm. 150
Abbildung 5.72 Mikrostrukturelle Charakterisierung der Probe IMCC-400 nach Bruch. Links 3D-Auswertung der CT-Daten mit der Analyse von gebildeten Rissen mit und ohne Probenumriss. Rechts REM-Aufnahmen der Bruchfläche in unterschiedlichen Vergrößerungen. 151
Abbildung 5.73 2D CT-Querschnitt aus dem Probeninneren der Probe IMCC-400 mit Vergrößerung (rechts). Die gebildete Porosität in der metallischen Phase wird neben Rissen und Grenzflächenablösung sichtbar. 152
Abbildung 5.74 REM-Aufnahmen der Bruchfläche der Probe IMCC-400 mit EDX-Elementanalyse (dargestellt für Aluminium, Silizium, Eisen und Sauerstoff). Zur besseren Sichtbarkeit wurde der Kontrast und die Helligkeit von Eisen rechts um 40 % erhöht. 152
Abbildung 5.75 a) und b). Vergleich der TMF-Versuche untereinander. a) Vergleich des Spannungsamplitudenverlaufs über der Zyklenzahl. b) Vergleich der mechanischen plastischen Dehnungsamplitude über der Zyklenzahl. 153
Abbildung 5.76 a) bis c). Übersicht der mechanischen Totaldehnungsamplitude und mechanischen plastischen Dehnungsamplitude. a) Mechanische Totaldehnungsamplitude über der Maximaltemperatur, b) mechanische Totaldehnungsamplitude über der Anrisslastspielzahl $N_{B\ 10\%}$ und c) mechanische plastische Dehnungsamplitude über der Anrisslastspielzahl $N_{B\ 10\%}$. Die Farbgebung der Maximaltemperatur bzw. Probenbezeichnung ist analog zu beispielsweise Abbildung 5.75. 154
Abbildung 5.77 Übersicht der Schädigungsentwicklung im rekonstruierten keramischen Preformmodell unter Druck. Oben ist die Maximalspannungsverteilung dargestellt, unten die Rissöffnungsdehnung. Aus [82]. 154
Abbildung 5.78 Übersicht der Schädigungsentwicklung im rekonstruierten Metall-Keramik-Durchdringungsverbund unter Druck. Oben ist das Spannungs-Dehnungs-Diagramm mit den Laststufen zu sehen, welche die Maximalspannungsverteilung in der oberen Probenreihe und in der unteren Reihe die Rissöffnungsdehnung, jeweils in der keramischen Phase, dargestellt. Unten im Bild ist der geschädigte Zustand in der keramischen Phase zu sehen. Aus [82]... 157
Abbildung 5.79 a) und b). Vorversuch zur Selbstheilung von Metall-Keramik-Durchdringungsverbunden an Probe P-A-1-650. a) zeigt den vorgeschädigten Zustand der

Probe. Die Pfeile markieren markante Risse und Poren, die nach dem Selbstheilungsversuch in b) eine Veränderung erfahren haben. Aus [K6], bzw. [174].....169
Abbildung 5.80 a) bis c). CT-Aufnahmen der Probe SH-Vac-0-630. a) Oben links vor dem Selbstheilungsversuch. b) Nach dem Selbstheilungsversuch. c) Veranschaulichung der Porosität vor (rot) und nach dem Selbstheilungsversuch (grün). Aus [234].....169
Abbildung 5.81 a) bis c). Vergrößerte CT-Aufnahmen der Probe H-Ar-60-700. a) Oben links im geschädigten Zustand. b) Unten links nach dem legierungsunterstützten Heilungsversuch. c) Vergleich der Porosität nach dem Heilungsversuch (blau) im Vergleich zum ursprünglichen Riss. Aus [234]. 170
Abbildung 5.82 a) und b). Untersuchung des Heilungseinflusses auf das Rissvolumen – links als 3D Darstellung, rechts im Querschnitt. a) Oben der Riss vor der Heilung. b) Unten der Riss nach dem legierungsunterstützten Heilungsversuch. Aus [K6], bzw. [174]. 171
Abbildung 5.83 Horizontaler und vertikaler Schnitt durch den CT-Scan der zylindrischen Probe SC-A-1-500 nach dem lotunterstützten Heilungsansatz. Die hellen Bereiche entstehen durch die höhere Strahlabsorption der im Lot vorhandenen Elemente während dem CT-Scan. Aus [234]. 172
Abbildung 5.84 Relative Steifigkeit in der Zylinderachse, bzw. Lastrichtung (C22) der ungeschädigten, vorgeschädigten und durch den Lotansatz geheilten Durchdringungsverbundprobe. Die Ergebnisse von vier verschiedenen Proben, sowie deren Mittelwert und Standardabweichung sind aufgeführt. Aus [234]. 172
Abbildung 6.1 Sättigung einer mit flüssigem Metall infiltrierten, porösen keramischen Preform in Abhängigkeit vom Infiltrationsdruck. Vergleich von Literaturwerten (Gil et al. [298]), einer Kapillardruck Simulation und experimentell gemessener Daten. Unterschieden wird zwischen zwei unterschiedlichen keramischen Preformen (A25 und der in dieser Arbeit verwendeten „Preform“), sowie der Metallschmelze (Quecksilber und Aluminium).....178
Abbildung 6.2 Vergleich der zusammengestellten mechanischen Kennwerte für keramische Preformen aus der Literatur mit der hier verwendeten keramischen Preform. Literaturwerte wurden von Studart et al. [46] zusammengetragen.....182
Abbildung 6.3 a) und b). Selbstheilungspotential des rekonstruierten Durchdringungsverbunds in Abhängigkeit des geschädigten Zustands im Modell. a) Druckbelastung mit Entlastung an unterschiedlichen Laststufen (I-V) und anschließender, erneuter Belastung. b) Druckfestigkeit des geheilten Durchdringungsverbunds nach unterschiedlicher Vorschädigung (Laststufe I-V aus a)). Aus [234]. 196
Abbildung 6.4 Darstellung ausgewählter physikalischer, mechanischer und thermischer Eigenschaften für die IF-AlSi10Mg-Legierung und den IF-AlSi10Mg-Al_2O_3-Durchdringungsverbund im Vergleich.....197
Abbildung 6.5 Werkstoffauswahldiagramm nach Ashby – Spezifische Druckfestigkeit über dem spezifischen E-Modul. Hierbei sind die Werkstoffklassen zusammengefasst und der Durchdringungsverbund durch eine eigene Beschriftung hervorgehoben. Aus [325] erstellt. 198
Abbildung 6.6 Werkstoffauswahldiagramm nach Ashby – Wärmekapazität über Wärmeleitfähigkeit. Hierbei sind die Werkstoffklassen zusammengefasst und der Durchdringungsverbund durch eine eigene Beschriftung hervorgehoben. Aus [306] erstellt. 199
Abbildung 6.7 Werkstoffauswahldiagramm nach Ashby – Spezifische Druckfestigkeit über Wärmeleitfähigkeit. Hierbei sind die Werkstoffklassen zusammengefasst und der Durchdringungsverbund durch eine eigene Beschriftung hervorgehoben. Aus [306] erstellt. 200
Abbildung 6.8 a) und b). Werkstoffauswahldiagramme nach Ashby – Spezifische Druckfestigkeit über maximaler Einsatztemperatur und Wärmeleitfähigkeit über dem

Wärmeausdehnungskoeffizienten. Hierbei sind die Werkstoffklassen zusammengefasst und der Durchdringungsverbund durch eine eigene Beschriftung hervorgehoben. Aus [306] erstellt. 201
Abbildung 9.1 Probenklemmhalter zur automatisierten Probenpräparation mit Opferscheibe in einer Schleif-/Poliermaschine, ohne die Proben einbetten zu müssen und somit nach der Präparation mechanische Untersuchungen durchführen zu können. Nach [LP1]. 243
Abbildung 9.2 Opferscheibe für den automatischen Probenklemmhalter aus Abbildung 9.1 zum Schleifen und Polieren von Flachzugproben. Nach [MA3]. 244
Abbildung 9.3 Opferscheibe für den automatischen Probenklemmhalter aus Abbildung 9.1 zum Schleifen und Polieren von Plättchen und quaderförmigen Proben. Nach [MA3]..... 244
Abbildung 9.4 Einsatz für einen Handpräparationshalter (Manual specimen holder) mit einem Aufnahmedurchmesser von 30 mm. Zur Präparation von quader- und würfelförmigen Proben, sowie für weitere Einsätze. 245
Abbildung 9.5 Vorrichtung zum Kantenschleifen von würfelförmigen Proben in einem 45°-Winkel zu den Würfelflächen im Handpräparationshalter aus Abbildung 9.4, nach [LP1].. 246
Abbildung 9.6 Positionierhilfe zum Ausrichten von Proben zwischen den Druckstempeln. Aus [MA1]. 247
Abbildung 9.7 Schematischer Ablaufplan der freien Versuchsdefinition zur zyklischen Druckprüfung in der Software testXpertII der Firma Zwick&Roell, Ulm, Deutschland. 248
Abbildung 9.8 Technische Zeichnung einer Lochscheibe, für die zur Abschätzung der Fertigungskosten Anfragen zur Durchdringungsverbundherstellung mittels Aluminiumdruckguss durchgeführt wurden..... 249

8.3 Tabellenverzeichnis

Tabelle 2.1 Übersicht der Erstveröffentlichungen der unterschiedlichen in-situ-Herstellungsverfahren von Metall-Keramik-Durchdringungsverbunden. Zusammenstellung entnommen aus [LP3]. 8
Tabelle 2.2 Übersicht der unterschiedlichen Herstellprozesse keramischer Preformen, deren mögliche Porositätsspanne und Porendurchmesser. Die Zusammenstellung wurde aus [LP3] übernommen und ergänzt. 9
Tabelle 2.3 Übersicht über verschiedene aluminiumoxidbasierte Durchdringungsverbunde und deren experimentell bestimmte mechanische Kenndaten. 16
Tabelle 3.1 Übersicht der Polierschritte mit den entsprechenden Polierparametern für die automatisierte Probenpräparation des Metall-Keramik-Durchdringungsverbunds. Die Rotation bezieht sich auf die Proben-/ Schleifscheibenrotation. Nach Vorlage von [K8] und nach Anpassung für großflächigere Proben, aus [194]. 36
Tabelle 3.2 Teil I der Übersicht verwendeter Probengeometrien, Materialien, sowie deren Werkstoffzustände, Oberflächengüten und daran angewandte Untersuchungsmethoden. .. 38
Tabelle 3.3 Teil II der Übersicht verwendeter Probengeometrien..... 39
Tabelle 4.1 Übersicht der CT-Parameter für die entsprechenden CT-Messungen, angepasst an das Material, die Probengröße und den Messaufbau. 45
Tabelle 4.2 Übersicht der Versuchsparameter für die Heilungs- und Selbstheilungsansätze für den Metall-Keramik-Durchdringungsverbund..... 69
Tabelle 5.1 Übersicht der gemessenen und berechneten Porosität der keramischen Preform unter Berücksichtigung der jeweiligen Methode und Anzahl der Proben. 71
Tabelle 5.2 Ergebnisse der EDX-Messungen als Flächenanalyse und Punktanalysen an der AlSi10Mg-Legierung im Anlieferungszustand, der in Abbildung 5.6 d) markierten Punkte. Die Massenanteile sind für ausgewählte Elemente gegeben. Nach [194]. 76
Tabelle 5.3 Ergebnisse der EDX-Messungen als Flächenanalyse und Punktanalysen an der AlSi10Mg-Legierung im infiltrierten Zustand, der in Abbildung 5.6 e) markierten Punkte. Die Massenanteile sind für ausgewählte Elemente gegeben. Nach [194]. 76
Tabelle 5.4 Ergebnisse der EDX-Messungen als Flächenanalyse und Punktanalysen an der AlSi10Mg-Legierung im wärmebehandelten Zustand, der in Abbildung 5.6 f) markierten Punkte. Die Massenanteile sind für ausgewählte Elemente gegeben..... 76
Tabelle 5.5 Ergebnisse der Funkenspektroskopie an der AlSi10Mg-Legierung im Anlieferungszustand. Die Mittelwerte und Standardabweichungen sind in Massenprozent für alle möglichen Elemente angegeben. Nach [194]..... 77
Tabelle 5.6 Übersicht der gemessenen und berechneten Dichte und verbleibender Porosität des Metall-Keramik-Durchdringungsverbunds unter Berücksichtigung der jeweiligen Methode und Anzahl der Proben. 77
Tabelle 5.7 Ergebnisse der EDX-Messungen als Flächenanalyse und Punktanalysen am Durchdringungsverbunds aus Abbildung 5.9 im infiltrierten Zustand, der Abbildung 5.9 markierten Punkte. Die Massenanteile sind für ausgewählte Elemente gegeben. Nach [194]. 81
Tabelle 5.8 Übersicht wichtiger elastischer Kenngrößen, die mittels UPS ermittelt wurden. Dargestellt für die keramischen Preform, die AlSi10Mg-Legierung und den Durchdringungsverbund, beide im infiltrierten Zustand. Bis auf die einheitenlosen Größen des Anisotropieindex A_U und der Querkontraktionszahl ν, sind alle Werte in GPa und jeweils mit Standardabweichung angegeben. Aus [137]..... 86
Tabelle 5.9 Übersicht des E- und G-Moduls sowie der Querkontraktionszahl, die mittels RFDA ermittelt wurden. Dargestellt für die keramischen Preform, die AlSi10Mg-Legierung und den Durchdringungsverbund, beide im infiltrierten Zustand, jeweils mit Standardabweichung. Aus [137]. 86

Tabelle 5.10 Übersicht der mechanischen Kenngrößen für die keramische Preform, die AlSi10Mg-Legierung (AR, IF und T6) und den Durchdringungsverbund (IF und T6) mit Standardabweichung unter quasistatischem Druck. Es wurde keine Festigkeit für die duktilen Materialien ohne Rissbildung bestimmt. 91
Tabelle 5.11 Übersicht der mechanischen Kenngrößen für die AR-AlSi10Mg-Legierung und den IF-Durchdringungsverbund mit Standardabweichung unter quasistatischem Zug. 93
Tabelle 5.12 Übersicht der Zugfestigkeit für die AlSi10Mg-Legierung (AR, IF und T6) und den Durchdringungsverbund (IF und T6) mit Standardabweichung unter quasistatischem Zug mit gekerbten Proben. 95
Tabelle 5.13 Übersicht der wichtigen thermischen Parameter und deren Änderung mit der Temperatur: Temperaturleitfähigkeit, Wärmekapazität und Wärmeleitfähigkeit. Aus [138]. 103
Tabelle 5.14 Quantitative Auswertung des Risswachstums im Durchdringungsverbund unter quasistatischem Druck, bezogen auf Abbildung 5.30 und die Laststufen aus Abbildung 5.31. Aus Schukraft et al. [95]..... 114
Tabelle 5.15 Maximale thermische Dehnung für die Zyklen 1 - 4 bei 500 °C gemessen mit in-situ-REM DIC und dem Dilatometer (an drei verschiedenen Proben). Aus [138]. 137
Tabelle 5.16 Elastische Eigenschaften des Durchdringungsverbunds vor und nach dem Abschrecken, gemessen mit RFDA bei Raumtemperatur. Vor dem Abschrecken (-1) und nach dem Abschrecken (-2). Aus Schukraft et al. [137]..... 139
Tabelle 5.17 Vergleich der Anrisslastspielzahl bei 50 bzw. 10 % der Maximalspannung, sowie Vergleich der quantitativen CT-Auswertung durch die Zahl der Anrisse im Probenvolumen nach Bruch. 153
Tabelle 6.1 Steifigkeitskoeffizienten und elastische Konstanten (in GPa), sowie die Querkontraktionszahl (einheitenlos) für die modellierte keramischen Preform,aus [188]. 180
Tabelle 6.2 Übersicht der elastischen Konstanten mit Standardabweichung für die T6-AlSi10Mg-Legierung, sowie den T6-Durchdringungsverbund mittels UPS ermittelt. Alle Werte sind in GPa gegeben. 186

8.4 Literaturverzeichnis

Nachfolgend sind die Quellen der verwendeten Literatur nach ihrer Erscheinungsreihenfolge in dieser Arbeit aufgelistet. Die fett markierten Quellen sind im Rahmen meiner Arbeit am Lehrstuhl für Hybride Werkstoffe am Institut für Materials Resource Management, der Universität Augsburg, entstanden. Konferenzbeiträge sind im anschließenden Unterkapitel aufgelistet.

[1] Bundesministerium für Bildung und Forschung, *Werkstofftechnologie und Materialforschung.* [Online]. Verfügbar unter: https://www.bmbf.de/bmbf/de/forschung/forschung-fuer-arbeit/neue-werkstoffe-und-materialien/neue-werkstoffe-und-materialien_node.html (Zugriff am: 23. Juni 2023).

[2] D. Ferrie und F. Dalboni, *Russia's war on Ukraine: EU adopts sixth package of sanctions against Russia*. Brüssel, 2022. [Online]. Verfügbar unter: https://ec.europa.eu/commission/presscorner/detail/en/ip_22_2802

[3] Presse- und Informationsamt der Bundesregierung, *Energiewende - Der Atomausstieg macht unser Land sicherer*. Berlin, 2023. [Online]. Verfügbar unter: https://www.bundesregierung.de/breg-de/aktuelles/ausstieg-aus-der-kernkraft-2135796

[4] S. W. Eder, *Gas: Die Brückentechnologie für die Energiewende ist in Gefahr*. Düsseldorf, 2022. [Online]. Verfügbar unter: https://www.vdi-nachrichten.com/technik/energie/gas-die-brueckentechnologie-fuer-die-energiewende-ist-in-gefahr/

[5] *DIN 50969-2:2013-04, Vermeidung fertigungsbedingter wasserstoffinduzierter Sprödbruche bei hochfesten Bauteilen aus Stahl_- Teil_2: Prüfungen*, Berlin.

[6] D. Zander, *Gasdruckregelung und Gasfilterung von Wasserstoff bis 16 bar aus Deutschland.* [Online]. Verfügbar unter: https://gwf-gas.de/wp-content/uploads/2022/04/GE_09_2020_Sonderteil_Wasserstoff_Medenus_V2.pdf (Zugriff am: 23. Juni 2023).

[7] B. O. Malomo, O. T. Ogunbodede, O. T. Popoola, K. M. Oluwasegun, S. A. Ibitoye und L. O. Adekoya, „A Design Optimization of the High Pressure Die Casting Process for the Fabrication of Bulk Metal Matrix Composites“, *Matls. Perf. Charact.*, Jg. 6, Nr. 1, S. 20170052, 2017, doi: 10.1520/MPC20170052.

[8] M. F. Ashby, *Materials Selection in Mechanical Design,* 3. Aufl. Oxford: Elsevier Science & Technology, 2005. [Online]. Verfügbar unter: https://ebookcentral.proquest.com/lib/kxp/detail.action?docID=288921

[9] E. Hornbogen, G. Eggeler und E. Werner, *Werkstoffe: Aufbau und Eigenschaften von Keramik-, Metall-, Polymer- und Verbundwerkstoffen,* 10. Aufl. Berlin: Springer, 2012.

[10] B. Ilschner, R. F. Singer und Ilschner-Singer, *Werkstoffwissenschaften und Fertigungstechnik: Eigenschaften, Vorgänge, Technologien ; mit 33 Tabellen,* 4. Aufl. Berlin: Springer, 2005.

[11] Grand View Research, Inc., *Fiber Reinforced Polymer (FRP) Composites Market Analysis By Fiber Type (Glass, Carbon, Basalt, Aramid), By Application (Automotive, Construction, Electronic, Defense), By Region, And Segment Forecasts, 2018 - 2025.* [Online]. Verfügbar unter: https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/fiber-reinforced-polymer-frp-composites-market (Zugriff am: 23. Juni 2023).

[12] M. Rittner, „Metal Matrix Composites in the 21th Century: Markets and Opportunities“, *Global Markets - A BBC Research Report*, 2000. [Online]. Verfügbar unter: https://www.bccresearch.com/market-research/advanced-materials/AVM012B.html

[13] Grand View Research, Inc., *Metal Matrix Composite Market Size, Share & Trends Analysis Report By End-use (Ground Transportation, Electronics), By Product (Refractory, Aluminum), By Region, And Segment Forecasts, 2020 - 2027.* [Online]. Verfügbar unter:

https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/metal-matrix-composites-mmc-market (Zugriff am: 23. Juni 2023).

[14] A. Mortensen und J. Llorca, „Metal Matrix Composites“, *Annu. Rev. Mater. Res.*, Jg. 40, Nr. 1, S. 243–270, 2010, doi: 10.1146/annurev-matsci-070909-104511.

[15] R. E. Newnham, D. P. Skinner und L. E. Cross, „Connectivity and piezoelectric-pyroelectric composites“, *Materials Research Bulletin*, Jg. 13, Nr. 5, S. 525–536, 1978, doi: 10.1016/0025-5408(78)90161-7.

[16] E. Schmidt, “Herstellung Aluminiumartiger Werkstücke und Baustoffe und Behandlung von Leichtmetallen,” DE425451, DE425452 und DE427370.

[17] A. Wilm, „Physikalisch-metallurgische Untersuchungen über magnesiumhaltige Aluminiumlegierungen“, *Metallurgie*, Jg. 8, S. 225–227, 1911.

[18] T. W. Clyne und P. J. Withers, *An Introduction to Metal Matrix Composites*. Cambridge University Press, 2010.

[19] E. Eshelby, „The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems“, *Proc. R. Soc. Lond. A*, Jg. 241, Nr. 1226, S. 376–396, 1957, doi: 10.1098/rspa.1957.0133.

[20] S. P. Rawal, „Metal-matrix composites for space applications“, *JOM*, Jg. 53, Nr. 4, S. 14–17, 2001, doi: 10.1007/s11837-001-0139-z.

[21] R. W. Jech, D. L. McDanels und J. W. WEETON, „Metals reinforced with fibers“, *MET PROG*, Jg. 78, Nr. 6, S. 118–121, 1960.

[22] A. Evans, C. San Marchi und A. Mortensen, *Metal Matrix Composites in Industry: An Introduction and a Survey*. Boston, MA, s.l.: Springer US, 2003.

[23] D. Miracle, „Metal matrix composites – From science to technological significance“, *Composites Science and Technology*, Jg. 65, 15-16, S. 2526–2540, 2005, doi: 10.1016/j.compscitech.2005.05.027.

[24] I. Lenke, G. Richter und D. Rogowski, „Ceramic Engineering with Preforms for Locally Reinforced Light Metal Components“ in *Ceramic Materials and Components for Engines*, J. G. Heinrich und F. Aldinger, Hg., Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH, 2001, S. 383–386, doi: 10.1002/9783527612765.ch63.

[25] M. K. Surappa, „Aluminium matrix composites: Challenges and opportunities“, *Sadhana*, Jg. 28, 1-2, S. 319–334, 2003, doi: 10.1007/BF02717141.

[26] M. O. Bodunrin, K. K. Alaneme und L. H. Chown, „Aluminium matrix hybrid composites: a review of reinforcement philosophies; mechanical, corrosion and tribological characteristics“, *Journal of Materials Research and Technology*, Jg. 4, Nr. 4, S. 434–445, 2015, doi: 10.1016/j.jmrt.2015.05.003.

[27] D. R. Clarke, „Interpenetrating Phase Composites“, *J. Am. Ceram. Soc.*, Jg. 75, Nr. 4, S. 739–758, 1992, doi: 10.1111/j.1151-2916.1992.tb04138.x.

[28] A. G. Evans, „Perspective on the Development of High-Toughness Ceramics“, *J. Am. Ceram. Soc.*, Jg. 73, Nr. 2, S. 187–206, 1990, doi: 10.1111/j.1151-2916.1990.tb06493.x.

[29] H. X. Peng, Z. Fan und J. R. G. Evans, „Bi-continuous metal matrix composites“, *Materials Science and Engineering: A*, Jg. 303, Nr. 1, S. 37–45, 2001, doi: 10.1016/S0921-5093(00)01879-7.

[30] A. Mattern, B. Huchler, D. Staudenecker, R. Oberacker, A. Nagel und M. J. Hoffmann, „Preparation of interpenetrating ceramic-metal composites“, *Journal of the European Ceramic Society*, Jg. 24, Nr. 12, S. 3399–3408, 2004, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2003.10.030.

[31] J. Binner, H. Chang und R. Higginson, „Processing of ceramic-metal interpenetrating composites“, *Journal of the European Ceramic Society*, Jg. 29, Nr. 5, S. 837–842, 2009, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2008.07.034.

[32] S. Roy, P. Albrecht und K. A. Weidenmann, „Influence of Ceramic Freeze-Casting Temperature on the Anisotropic Thermal Expansion Behavior of Corresponding Interpenetrating Metal/Ceramic Composites“, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2022, doi: 10.1007/s11665-022-07769-2.

[33] A. J. Pyzik und I. A. Aksay, „Microdesigning of B_4C-Al cermets“ in *Processing of Ceramic and Metal Matrix Composites*, Elsevier, 1989, S. 269–280, doi: 10.1016/B978-0-08-037298-3.50031-1.

[34] M. S. Newkirk, H. D. Lesher, D. R. White, C. R. Kennedy, A. W. Urquhart und T. D. Claar, „Preparation of Lanxide™ Ceramic Matrix Composites: Matrix Formation by the Directed Oxidation of Molten Metals“ in *Ceramic Engineering and Science Proceedings, 11th Annual Conference on Composites and Advanced Ceramic Materials: Ceramic Engineering and Science Proceedings, Volume 8, Issue 7/8*, W. Smothers, Hg., Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc, 1987, S. 879–885, doi: 10.1002/9780470320402.ch46.

[35] M. K. Aghajanian, N. H. MacMillan, C. R. Kennedy, S. J. Luszcz und R. Roy, „Properties and microstructures of Lanxide Al2O3-Al ceramic composite materials“, *J Mater Sci*, Jg. 24, Nr. 2, S. 658–670, 1989, doi: 10.1007/BF01107457.

[36] A. Bandyopadhyay, R. Atisivan, G. Kuhn und S. Yeruva, „Mechanical Properties of Interconnected Phase Alumina-Al Composites 24“, 2000.

[37] M. Potoczek und R. Śliwa, „Microstructure and Physical Properties of $AlMg/Al_2O_3$ Interpenetrating Composites Fabricated by Metal Infiltration into Ceramic Foams“, *Archives of Metallurgy and Materials*, Jg. 56, Nr. 4, S. 41, 2011, doi: 10.2478/v10172-011-0145-2.

[38] K. M. Sree Manu, L. Ajay Raag, T. P. D. Rajan, M. Gupta und B. C. Pai, „Liquid Metal Infiltration Processing of Metallic Composites: A Critical Review“, *Metall and Materi Trans B*, Jg. 47, Nr. 5, S. 2799–2819, 2016, doi: 10.1007/s11663-016-0751-5.

[39] M. C. Breslin *et al.*, „Processing, microstructure, and properties of co-continuous alumina-aluminum composites“, *Materials Science and Engineering: A*, Nr. 195, S. 113–119, 1995.

[40] R. E. Loehman und K. Ewsuk, „Synthesis of Al_2O_3-Al Composites by Reactive Metal Penetration“, *J. Am. Ceram. Soc.*, Jg. 79, Nr. 1, S. 27–32, 1996.

[41] S. Schicker, D. E. García, J. Bruhn, R. Janssen und N. Claussen, „Reaction synthesized Al2O3-based intermetallic composites“, *Acta Materialia*, Jg. 46, Nr. 7, S. 2485–2492, 1998, doi: 10.1016/S1359-6454(98)80032-3.

[42] Y. Gao, J. Jia, R. E. Loehman und K. G. Ewsuk, „Transmission electron microscopy study of Al/Al_2O_3 composites fabricated by reactive metal infiltration“, *J. Mater. Res.*, Jg. 10, Nr. 5, S. 1216–1225, 1995, doi: 10.1557/JMR.1995.1216.

[43] N. Claussen, D. E. Garcia und R. Janssen, „Reaction sintering of alumina-aluminide alloys (3A)“, *J. Mater. Res.*, Jg. 11, Nr. 11, S. 2884–2888, 1996, doi: 10.1557/JMR.1996.0364.

[44] W. G. Fahrenholtz, „Reactive Processing in Ceramic-Based Systems“, *Int J Applied Ceramic Technology*, Jg. 3, Nr. 1, S. 1–12, 2006, doi: 10.1111/j.1744-7402.2006.02059.x.

[45] E. C. Hammel, O. L. Ighodaro und O. I. Okoli, „Processing and properties of advanced porous ceramics: An application based review“, *Ceram. Int.*, Jg. 40, Nr. 10, S. 15351, 2014.

[46] A. R. Studart, U. T. Gonzenbach, E. Tervoort und L. J. Gauckler, „Processing Routes to Macroporous Ceramics: A Review“, *J. Am. Ceram. Soc.*, Jg. 89, Nr. 6, S. 1771–1789, 2006, doi: 10.1111/j.1551-2916.2006.01044.x.

[47] Karl Schwartzwalder und Arthur Somers, “Method of making porous ceramic articles,” US1938170A.

[48] O. Lavrentyeva, „Entwicklung eines autarken Schäumungsverfahrens zur Herstellung offenzelliger keramischer Schäume“, Universität Bremen, 2006.

[49] D. J. Green und P. Colombo, „Cellular Ceramics: Intriguing Structures, Novel Properties, and Innovative Applications“, *MRS Bull.*, Jg. 28, Nr. 4, S. 296–300, 2003,

doi: 10.1557/mrs2003.84.
[50] T. Fukasawa, Z.-Y. Deng, M. Ando, T. Ohji und Y. Goto, „Pore structure of porous ceramics synthesized from water-based slurry by freeze-dry process“, *J Mater Sci*, Jg. 36, Nr. 10, S. 2523–2527, 2001, doi: 10.1023/A:1017946518955.
[51] C. San Marchi, M. Kouzeli, R. Rao, J. A. Lewis und D. C. Dunand, „Alumina-aluminum interpenetrating-phase composites with three-dimensional periodic architecture“, *Scripta Materialia*, Nr. 49, S. 861–866, 2003.
[52] M. Naka, Y. Hiron und I. Okamoto, „Wetting of Alumina by Molten Aluminum and Aluminum-Copper Alloys“, *Transaction of JWRI*, Jg. 13, Nr. 2, S. 201–206, 1984.
[53] S. Bao, K. Tang, A. Kvithyld, M. Tangstad und T. A. Engh, „Wettability of Aluminum on Alumina“, *Metall and Materi Trans B*, Jg. 42, Nr. 6, S. 1358–1366, 2011, doi: 10.1007/s11663-011-9544-z.
[54] M. K. Aghajanian, M. A. Rocazella, J. T. Burke und S. D. Keck, „The fabrication of metal matrix composites by a pressureless infiltration technique“, *J Mater Sci*, Jg. 26, Nr. 2, S. 447–454, 1991, doi: 10.1007/BF00576541.
[55] T. B. Sercombe und G. B. Schaffer, „On the role of magnesium and nitrogen in the infiltration of aluminium by aluminium for rapid prototyping applications“, *Acta Materialia*, Jg. 52, Nr. 10, S. 3019–3025, 2004, doi: 10.1016/j.actamat.2004.03.004.
[56] L. Zhong, J. Wu, J. Qin, Q. Ning und P. Qi, „An Investigation on Wetting Behavior and Interfacial Reactions of Aluminium/alpha-Alumina System“, *Interfaces in Metal - Ceramic Composites*, S. 213–225, 1990. [Online]. Verfügbar unter: https://scholar.google.de/citations?user=kzmminyaaaaj&hl=de&oi=sra
[57] J. Hashim, L. Looney und M. Hashmi, „The wettability of SiC particles by molten aluminium alloy“, *Journal of Materials Processing Technology*, Jg. 119, 1-3, S. 324–328, 2001, doi: 10.1016/S0924-0136(01)00975-X.
[58] N. Kota, M. S. Charan, T. Laha und S. Roy, „Review on development of metal/ceramic interpenetrating phase composites and critical analysis of their properties“, *Ceramics International*, Jg. 48, Nr. 2, S. 1451–1483, 2021, doi: 10.1016/j.ceramint.2021.09.232.
[59] F. F. Lange, B. V. Velamakanni und A. G. Evans, „Method for Processing Metal-Reinforced Ceramic Composites“, *J. Am. Ceram. Soc.*, Jg. 73, Nr. 2, S. 388–393, 1990, doi: 10.1111/j.1151-2916.1990.tb06523.x.
[60] H. Prielipp *et al.,* „Strength and fracture toughness of aluminum/alumina composites with interpenetrating networks“, *Materials Science and Engineering: A*, Nr. 197, S. 19–30, 1995.
[61] S. Skirl, M. Hoffman, K. Bowman, S. Wiederhorn und J. Rödel, „Thermal Expansion Behavior and Macrostrain of Al2O3/Al Composites with Interpenetrating Networks“, *Acta Metallurgica*, Jg. 46, Nr. 7, S. 2493–2499, 1998.
[62] N. A. Travitzky, „Effect of metal volume fraction on the mechanical properties of alumina/aluminum composites“, *Journal of Materials Science*, Jg. 36, Nr. 18, S. 4459–4463, 2001, doi: 10.1023/A:1017978618786.
[63] H. X. Peng, Z. Fan und J. Evans, „Novel MMC microstructures prepared by melt infiltration of reticulated ceramic preforms“, *Materials Science and Technology 2003 Meeting*, Jg. 16, S. 903–907, 2000.
[64] A. Boczkowska, P. Chabera, A. J. Dolata, M. Dyzia und A. Oziębło, „Porous ceramic - metal composites obtained by infiltration methods“, *Metalurgija*, Jg. 52, Nr. 3, S. 345–348, 2013.
[65] A. Mattern, „Interpenetrierende Metall-Keramik-Verbundwerkstoffe mit isotropen und anisotropen Al_2O_3-Verstärkungen“, 2004.

[66] S. Roy, B. Butz und A. Wanner, „Damage evolution and domain-level anisotropy in metal/ceramic composites exhibiting lamellar microstructures“, *Acta Materialia*, Jg. 58, Nr. 7, S. 2300–2312, 2010, doi: 10.1016/j.actamat.2009.12.015.

[67] Q. Liu, F. Ye, Y. Gao, S. Liu, H. Yang und Z. Zhou, „Fabrication of a new SiC/2024Al co-continuous composite with lamellar microstructure and high mechanical properties“, *Journal of Alloys and Compounds*, Jg. 585, S. 146–153, 2014, doi: 10.1016/j.jallcom.2013.09.140.

[68] A. Mattern, „Interpenetrierende Metall-Keramik-Verbundwerkstoffe mit isotropen und anisotropen Al_2O_3-Verstärkungen“, Universität Karlsruhe (TH), 2004.

[69] S. Roy, J. Gibmeier, V. Kostov, K. A. Weidenmann, A. Nagel und A. Wanner, „Internal load transfer in a metal matrix composite with a three-dimensional interpenetrating structure“, *Acta Materialia*, Jg. 59, Nr. 4, S. 1424–1435, 2011, doi: 10.1016/j.actamat.2010.11.004.

[70] F. Scherm, R. Völkl, A. Neubrand, F. Bosbach und U. Glatzel, „Mechanical characterisation of interpenetrating network metal–ceramic composites“, *Materials Science and Engineering: A*, Jg. 527, 4-5, S. 1260–1265, 2010, doi: 10.1016/j.msea.2009.09.063.

[71] O. Ulrich, „Isothermes und thermisch-mechanisches Ermüdungsverhalten von Verbundwerkstoffen mit Durchdringungsgefüge (Preform-MMCs)“, 2013.

[72] A. Nagel *et al.,* „Herstellung und mechanische Eigenschaften von Preform-MMCs auf Aluminiumbasis“ in *Verbundwerkstoffe*, H.-P. Degischer, Hg., Weinheim, FRG: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2003, S. 85–90, doi: 10.1002/9783527609017.ch12.

[73] R. Buschmann, „Preforms zur Verstärkung von Leichtmetallen– Herstellung, Anwendungen, Potenziale“ in *Metallische Verbundwerkstoffe*, K. U. Kainer, Hg., Weinheim, FRG: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2003, S. 89–108, doi: 10.1002/3527602062.ch3.

[74] K. Schreer, I. Roth, S. Schneider und H. Ehnis, „Analysis of Aluminum and Steel Pistons—Comparison of Friction, Piston Temperature, and Combustion“, *Journal of Engineering for Gas Turbines and Power*, Jg. 136, Nr. 10, 2014, Art. no. 101506, doi: 10.1115/1.4027275.

[75] J. Schukraft, C. Lohr und K. A. Weidenmann, „Mechanical characterization of an interpenetrating metal-matrix composite based on highly homogeneous ceramic foams“ in *Hybrid 2020 Materials and Structures*, J. M. Hausmann, M. Siebert, A. von Hehl und K. A. Weidenmann, Hg., Sankt Augustin, 2020, S. 33–39.

[76] A. Hadi, R. Emadi, S. Baghshahi und S. H. Naghavi, „Mechanical strength enhancement of open-cell alumina foams using optimum concentration of deflocculant“, *Ceramics - Silikaty*, Jg. 59, S. 90–95, 2015.

[77] K. Prabhakaran, A. Melkeri, N. M. Gokhale und S. C. Sharma, „Preparation of macroporous alumina ceramics using wheat particles as gelling and pore forming agent“, *Ceramics International*, Jg. 33, Nr. 1, S. 77–81, 2007, doi: 10.1016/j.ceramint.2005.07.020.

[78] S. Vijayan, R. Narasimman und K. Prabhakaran, „Freeze gelcasting of hydrogenated vegetable oil-in-aqueous alumina slurry emulsions for the preparation of macroporous ceramics“, *Journal of the European Ceramic Society*, Jg. 34, Nr. 16, S. 4347–4354, 2014, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2014.07.014.

[79] C. Tallon, C. Chuanuwatanakul, D. E. Dunstan und G. V. Franks, „Mechanical strength and damage tolerance of highly porous alumina ceramics produced from sintered particle stabilized foams“, *Ceramics International*, Jg. 42, Nr. 7, S. 8478–8487, 2016, doi: 10.1016/j.ceramint.2016.02.069.

[80] W. Acchar, E. G. Ramalho, F. B. M. Souza, W. L. Torquato, V. P. Rodrigues und M. D. M. Innocentini, „Characterization of cellular ceramics for high-temperature applications“, *J Mater Sci*, Jg. 43, Nr. 19, S. 6556–6561, 2008, doi: 10.1007/s10853-008-2585-2.

[81] P. Colombo, „Macro- and micro-cellular porous ceramics from preceramic polymers“, *Composites Science and Technology*, Jg. 63, Nr. 16, S. 2353–2359, 2003, doi: 10.1016/S0266-3538(03)00268-9.

[82] J. Schukraft, D. Horny, K. Schulz und K. A. Weidenmann, „3D modelling and experimental investigation on the damage behavior of an interpenetrating metal ceramic composite (IMCC) under compression“, *Materials Science and Engineering: A*, S. 143147, 2022, doi: 10.1016/j.msea.2022.143147.

[83] M. F. Ashby, C. GANDHI und D. TAPLIN, „Fracture-mechanism maps and their construction for f.c.c. metals and alloys“ in *Perspectives in Creep Fracture*, Elsevier, 1983, S. 1–31, doi: 10.1016/B978-0-08-030541-7.50005-9.

[84] L. J. Gibson und M. F. Ashby, „The mechanics of three-dimensional cellular materials“, *Proc. R. Soc. London. A. Math. Phys. Sci.*, Jg. 382, Nr. 1782, S. 43–59, 1982. [Online]. Verfügbar unter: https://www.jstor.org/stable/pdf/2397268

[85] S. Meille, M. Lombardi, J. Chevalier und L. Montanaro, „Mechanical properties of porous ceramics in compression: On the transition between elastic, brittle, and cellular behavior“, *Journal of the European Ceramic Society*, Jg. 32, Nr. 15, S. 3959–3967, 2012, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2012.05.006.

[86] L. Licitra, D. D. Luong, O. M. Strbik und N. Gupta, „Dynamic properties of alumina hollow particle filled aluminum alloy A356 matrix syntactic foams“, *Materials & Design*, Jg. 66, S. 504–515, 2015, doi: 10.1016/j.matdes.2014.03.041.

[87] H. Chang, J. Binner, R. Higginson, P. Myers, P. Webb und G. King, „High strain rate characteristics of 3-3 metal–ceramic interpenetrating composites“, *Materials Science and Engineering: A*, Jg. 528, Nr. 6, S. 2239–2245, 2011, doi: 10.1016/j.msea.2010.12.016.

[88] L. A. Dobrzanski, M. Kremzer, A. J. Nowak und A. Nagel, „Aluminium matrix composites fabricated by infiltration method“, *Archieves of Materials Science and Engineering*, Jg. 36, Nr. 1, S. 5–11, 2009.

[89] A. Boczkowska, P. Chabera, A. J. Dolata, M. Dyzia, R. Kozera und A. Oziębło, „Fabrication of Ceramic-Metal Composites with Percolation of Phases Using GPI“, *SSP*, Jg. 191, S. 57–66, 2012, doi: 10.4028/www.scientific.net/SSP.191.57.

[90] M. Merzkirch, P. Pinter, S. Dietrich und K. A. Weidenmann, „Interpenetrating Freeze Cast Composites: Correlation between Structural and Mechanical Characteristics“, *MSF*, 825-826, S. 109–116, 2015, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.825-826.109.

[91] S. Roy, J. Gibmeier, K. A. Weidenmann, A. Nagel und A. Wanner, „Effect of Phase architecture on mechanical properties of interpenetrating metal/ceramic composites“ in *Materials Challenges and Testing for Manufacturing, Mobility, Biomedical Applications and Climate*, W. Udomkichdecha, T. Böllinghaus, A. Manonukul und J. Lexow, Hg., Cham: Springer International Publishing, 2014, S. 77–86, doi: 10.1007/978-3-319-11340-1_8.

[92] S. Roy, J. Gibmeier, V. Kostov, K. A. Weidenmann, A. Nagel und A. Wanner, „Internal load transfer and damage evolution in a 3D interpenetrating metal/ceramic composite“, *Materials Science and Engineering: A*, Jg. 551, S. 272–279, 2012, doi: 10.1016/j.msea.2012.05.016.

[93] A. Kurşun, E. Bayraktar und M. H. Robert, „Low cost manufacturing of aluminium-alumina composites“, *Advances in Materials and Processing Technologies*, Jg. 1, 3-4, S. 515–528, 2015, doi: 10.1080/2374068X.2016.1143212.

[94] G. S. Daehn, B. Starck, L. Xu, K. F. Elfishawy, J. Ringnalda und H. L. Fraser, „Elastic and plastic beahvior of a co-continuous alumina/aluminum composite“, *Acta Materialia*, Jg. 44, Nr. 1, S. 249–261, 1996.

[95] J. Schukraft, C. Lohr und K. A. Weidenmann, „2D and 3D in-situ mechanical testing of an interpenetrating metal ceramic composite consisting of a slurry-based ceramic foam and AlSi10Mg“, *Composite Structures*, S. 113742, 2021, doi: 10.1016/j.compstruct.2021.113742.

[96] J. Schukraft, C. Lohr und K. A. Weidenmann, „Approaches to X-ray CT Evaluation of In-Situ Experiments on Damage Evolution in an Interpenetrating Metal-Ceramic Composite with Residual Porosity“, *Appl Compos Mater*, 2023, doi: 10.1007/s10443-023-10115-x.

[97] E. Maire und P. J. Withers, „Quantitative X-ray tomography“, *International Materials Reviews*, Jg. 59, Nr. 1, S. 1–43, 2014, doi: 10.1179/1743280413Y.0000000023.

[98] L. Salvo, M. Suéry, A. Marmottant, N. Limodin und D. Bernard, „3D imaging in material science: Application of X-ray tomography“, *Comptes Rendus Physique*, Jg. 11, 9-10, S. 641–649, 2010, doi: 10.1016/j.crhy.2010.12.003.

[99] F. Beckmann *et al.,* „In-Situ Synchrotron X-Ray Microtomography Studies of Microstructure and Damage Evolution in Engineering Materials“, *Adv. Eng. Mater.*, Jg. 9, Nr. 11, S. 939–950, 2007, doi: 10.1002/adem.200700254.

[100] E. N. Landis und D. T. Keane, „X-ray microtomography“, *Materials Characterization*, Jg. 61, Nr. 12, S. 1305–1316, 2010, doi: 10.1016/j.matchar.2010.09.012.

[101] K. Schulz, K. Lichtenberg und K. A. Weidenmann, „Discussion of the Evolution of Micro Cracks by Characterization and Modelling of Metal Matrix Composites Reinforced by Metallic Glass Particles“ in *20th International Conference on Composite Materials*, Copenhagen, Denmark, 2015, S. 1–12.

[102] L. Wegner und L. Gibson, „The fracture toughness behaviour of interpenetrating phase composites“, *International Journal of Mechanical Sciences*, Jg. 43, Nr. 8, S. 1771–1791, 2001, doi: 10.1016/S0020-7403(01)00016-9.

[103] M. F. Arif, F. Meraghni, Y. Chemisky, N. Despringre und G. Robert, „In situ damage mechanisms investigation of PA66/GF30 composite: Effect of relative humidity“, *Composites Part B: Engineering*, Jg. 58, S. 487–495, 2014, doi: 10.1016/j.compositesb.2013.11.001.

[104] D. R.-B. Aroush, E. Maire, C. Gauthier, S. Youssef, P. Cloetens und H. D. Wagner, „A study of fracture of unidirectional composites using in situ high-resolution synchrotron X-ray microtomography“, *Composites Science and Technology*, Jg. 66, Nr. 10, S. 1348–1353, 2006, doi: 10.1016/j.compscitech.2005.09.010.

[105] J. Kastner, B. Plank und D. Salaberger, „High resolution X-ray computed tomography of fibre- and particle-filled polymers“ in *18th World Conference on Nondestructive Testing*.

[106] J. Kastner, S. Zaunschirm, S. Baumgartner, G. Requena, H. Pinto und G. Garcés, „3D-microstructure characterization of thermomecanically treated Mgalloys by high resolution X-ray computed tomography“ in *11th European Conference on Non-Destructive Testing*, Prague, Czech Republic, 2014, S. 1–9.

[107] H. Berek, U. Ballaschk, C. G. Aneziris, K. Losch und K. Schladitz, „The correlation of local deformation and stress-assisted local phase transformations in MMC foams“, *Materials Characterization*, Jg. 107, S. 139–148, 2015, doi: 10.1016/j.matchar.2015.06.020.

[108] E. Amsterdam, Babcs&aacute, N. n, J. T. M. de Hosson, P. R. Onck und J. Banhart, „Fracture Behavior of Metal Foam Made of Recycled MMC by the Melt Route“, *Mater. Trans.*, Jg. 47, Nr. 9, S. 2219–2222, 2006, doi: 10.2320/matertrans.47.2219.

[109] G. Pezzotti und S. Asmus, „Fracture behavior of hydroxyapatite/polymer interpenetrating network composites prepared by in situ polymerization process“, *Materials Science and Engineering: A*, Jg. 316, 1-2, S. 231–237, 2001, doi: 10.1016/S0921-5093(01)01250-3.

[110] L. M. Ehrenfried, D. Farrar, D. Morsley und R. Cameron, „Mechanical Behaviour of Interpenetrating Co-Continuous β-TCP-PDLLA Composites“, *KEM*, 361-363, S. 407–410, 2007, doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.361-363.407.

[111] Y. Sun *et al.,* „Compressive deformation and damage of Mg-based metallic glass interpenetrating phase composite containing 30–70 vol% titanium“, *J. Mater. Res.*, Jg. 25, Nr. 11, S. 2192–2196, 2010, doi: 10.1557/jmr.2010.0272.

[112] L. Wang, Q. Fan, G. Li, H. Zhang und F. Wang, „Experimental observation and numerical simulation of SiC3D/Al interpenetrating phase composite material subjected to a three-point bending load“, *Computational Materials Science*, Jg. 95, S. 408–413, 2014, doi: 10.1016/j.commatsci.2014.08.008.

[113] F. Wang, X. Zhang, Y. wang, Q. Fan und G. Li, „Damage evolution and distribution of interpenetrating phase composites under dynamic loading“, *Ceramics International*, Jg. 40, Nr. 8, S. 13241–13248, 2014, doi: 10.1016/j.ceramint.2014.05.031.

[114] G. Li *et al.,* „Simulation of damage and failure processes of interpenetrating SiC/Al composites subjected to dynamic compressive loading“, *Acta Materialia*, Jg. 78, S. 190–202, 2014, doi: 10.1016/j.actamat.2014.06.045.

[115] G. Pezzotti und O. Sbaizero, „Residual and bridging microstress fields in Al2O3/Al interpenetrating network composite evaluated by fluorescence spectroscopy“, *Materials Science and Engineering: A*, Jg. 303, 1-2, S. 267–272, 2001, doi: 10.1016/S0921-5093(00)01844-X.

[116] G. M. La Vecchia, C. Badini, D. Puppo und F. D'Errico, „Co-continuous Al/Al2O3 composite produced by liquid displacement reaction: Relationship between microstructure and mechanical behavior“, *Journal of Materials Science*, Jg. 38, Nr. 17, S. 3567–3577, 2003, doi: 10.1023/A:1025613011787.

[117] P. Agrawal und C. T. Sun, „Fracture in metal–ceramic composites“, *Composites Science and Technology*, Jg. 64, Nr. 9, S. 1167–1178, 2004, doi: 10.1016/j.compscitech.2003.09.026.

[118] Y. Sinchuk, S. Roy, J. Gibmeier, R. Piat und A. Wanner, „Numerical study of internal load transfer in metal/ceramic composites based on freeze-cast ceramic preforms and experimental validation“, *Materials Science and Engineering: A*, Jg. 585, S. 10–16, 2013, doi: 10.1016/j.msea.2013.07.022.

[119] S. Roy, J. Gibmeier und A. Wanner, „In situ Study of Internal Load Transfer in a Novel Metal/Ceramic Composite Exhibiting Lamellar Microstructure Using Energy Dispersive Synchrotron X-ray Diffraction“, *Adv. Eng. Mater.*, Jg. 11, Nr. 6, S. 471–477, 2009, doi: 10.1002/adem.200800352.

[120] W. Zhou, W. Hu und Di Zhang, „Metal-matrix interpenetrating phase composite and its in situ fracture observation“, *Materials Letters*, Jg. 40, Nr. 4, S. 156–160, 1999, doi: 10.1016/S0167-577X(99)00067-1.

[121] A. Buljac *et al.,* „Digital Volume Correlation: Review of Progress and Challenges“, *Experimental Mechanics*, Jg. 58, Nr. 5, S. 661–708, 2018, doi: 10.1007/s11340-018-0390-7.

[122] F. Hild *et al.,* „Toward 4D mechanical correlation“, *Adv. Model. and Simul. in Eng. Sci.*, Jg. 3, Nr. 1, 2016, doi: 10.1186/s40323-016-0070-z.

[123] K. Madi *et al.,* „Computation of full-field displacements in a scaffold implant using digital volume correlation and finite element analysis“ (eng), *Medical engineering & physics*, Jg. 35, Nr. 9, S. 1298–1312, 2013, doi: 10.1016/j.medengphy.2013.02.001.

[124] K. Madi *et al.*, „Multiscale creep characterization and modeling of a zirconia-rich fused-cast refractory“, *Philosophical Magazine*, Jg. 93, Nr. 20, S. 2701–2728, 2013, doi: 10.1080/14786435.2013.785655.

[125] L. Saucedo-Mora, T. Lowe, S. Zhao, P. D. Lee, P. M. Mummery und T. J. Marrow, „In situ observation of mechanical damage within a SiC-SiC ceramic matrix composite“, *Journal of Nuclear Materials*, Jg. 481, S. 13–23, 2016, doi: 10.1016/j.jnucmat.2016.09.007.

[126] Y. Vertyagina, M. Mostafavi, C. Reinhard, R. Atwood und T. J. Marrow, „In situ quantitative three-dimensional characterisation of sub-indentation cracking in polycrystalline alumina“, *Journal of the European Ceramic Society*, Jg. 34, Nr. 12, S. 3127–3132, 2014, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2014.04.002.

[127] T. J. Marrow *et al.*, „In situ measurement of the strains within a mechanically loaded polygranular graphite“, *Carbon*, Jg. 96, S. 285–302, 2016, doi: 10.1016/j.carbon.2015.09.058.

[128] K. Losch, K. Schladitz, U. Ballaschk, H. Berek und C. G. Aneziris, „Interrupted In-Situ Compressive Deformation Experiments on MMC Foams in an X-CT: Experiments and Estimation of Displacement Fields“, *Image Anal Stereol*, Jg. 33, Nr. 2, S. 131, 2014, doi: 10.5566/ias.v33.p131-145.

[129] F. Ostermann, *Anwendungstechnologie Aluminium,* 2. Aufl. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2007.

[130] R. Arrabal, B. Mingo, A. Pardo, M. Mohedano, E. Matykina und I. Rodríguez, „Pitting corrosion of rheocast A356 aluminium alloy in 3.5wt.% NaCl solution“, *Corrosion Science*, Jg. 73, S. 342–355, 2013, doi: 10.1016/j.corsci.2013.04.023.

[131] X. Larráyoz Izcara, A. Guirao Blank, F. Pyczak, P. Staron, S. Schumann und N. Huber, „Characterization and modeling of the influence of artificial aging on the microstructural evolution of age-hardenable AlSi10Mg(Cu) aluminum alloys“, *Materials Science and Engineering: A*, Jg. 610, S. 46–53, 2014, doi: 10.1016/j.msea.2014.04.031.

[132] *DIN EN 1706:2021-10, Aluminium und Aluminiumlegierungen_- Gussstücke_- Chemische Zusammensetzung und mechanische Eigenschaften; Deutsche Fassung EN_1706:2020+A1:2021*, Berlin.

[133] C. Cai, H. Geng, S. Wang, B. Gong und Z. Zhang, „Microstructure Evolution of AlSi10Mg(Cu) Alloy Related to Isothermal Exposure“, *Materials (Basel, Switzerland)*, Jg. 11, Nr. 5, 2018, doi: 10.3390/ma11050809.

[134] K. Lichtenberg, E. Orsolani-Uhlig, R. Roessler und K. A. Weidenmann, „Influence of heat treatment on the properties of AlSi10Mg-based metal matrix composites reinforced with metallic glass flakes processed by gas pressure infiltration“, *Journal of Composite Materials*, Jg. 51, Nr. 30, S. 4165–4175, 2017, doi: 10.1177/0021998317699867.

[135] K. Zygula, B. Nosek, H. Pasiowiec und N. Szysiak, „Mechanical properties and microstructure of AlSi10Mg alloy obtained by casting and SLM technique“, *World Scientific News*, Nr. 104, S. 462–472, 2018.

[136] K. Kempen, L. Thijs, J. van Humbeeck und J.-P. Kruth, „Mechanical Properties of AlSi10Mg Produced by Selective Laser Melting“, *Physics Procedia*, Jg. 39, S. 439–446, 2012, doi: 10.1016/j.phpro.2012.10.059.

[137] J. Schukraft, J. Roßdeutscher, F. Siegmund und K. A. Weidenmann, „Thermal expansion behavior and elevated temperature elastic properties of an interpenetrating metal/ceramic composite“, *Thermochimica Acta*, S. 179298, 2022, doi: 10.1016/j.tca.2022.179298.

[138] J. Schukraft, D. Horny, F. Siegmund, K. Schulz und K. Weidenmann, „Experimental and numerical investigation of the thermal properties and related microstructural influences of an interpenetrating metal ceramic composite at elevated temperatures“, *Thermochimica Acta*, 179557, 2023, doi: 10.1016/j.tca.2023.179557.

[139] M. Hoffman, S. Skirl, W. Pompe und J. Rödel, „Thermal residual strains and stresses in Al2O3/Al composites with interpenetrating networks“, *Acta Materialia*, Jg. 47, Nr. 2, S. 565–577, 1999, doi: 10.1016/S1359-6454(98)00367-X.

[140] F. Delannay, „4.8 Thermal Stresses and Thermal Expansion in Metal Matrix Composites“ in *Comprehensive Composite Materials II*, Elsevier, 2018, S. 213–241, doi: 10.1016/B978-0-12-803581-8.03874-1.

[141] G. Castillo-Hernandez, M. Yasseri, B. Klobes, S. Ayachi, E. Müller und J. de Boor, „Room and high temperature mechanical properties of Mg_2Si, Mg_2Sn and their solid solutions“, *Journal of Alloys and Compounds*, Jg. 845, S. 156205, 2020, doi: 10.1016/j.jallcom.2020.156205.

[142] D. K. Balch, A. Mortensen, S. Suresh, Y.-L. Shen, T. J. Fitzgerald und V. J. Michaud, „Thermal expansion of metals reinforced with ceramic particles and microcellular foams“, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Jg. 27, Nr. 11, S. 3700–3717, 1996, doi: 10.1007/BF02595462.

[143] T. Huber, H. P. Degischer, G. Lefranc und T. Schmitt, „Thermal expansion studies on aluminium-matrix composites with different reinforcement architecture of SiC particles“, *Composites Science and Technology*, Jg. 66, Nr. 13, S. 2206–2217, 2006, doi: 10.1016/j.compscitech.2005.12.012.

[144] S. Roy, A. Nagel und K. A. Weidenmann, „Anisotropic thermal expansion behavior of an interpenetrating metal/ceramic composite“, *Thermochimica Acta*, Jg. 684, S. 178488, 2020, doi: 10.1016/j.tca.2019.178488.

[145] Y. L. Shen, „Thermal expansion of metal-ceramic composites: A three-dimensional analysis“, *Materials Science and Engineering: A*, Jg. 252, Nr. 2, S. 269–275, 1998, doi: 10.1016/S0921-5093(98)00698-4.

[146] N. K. Sharma, R. K. Misra und S. Sharma, „Modeling of thermal expansion behavior of densely packed Al/SiC composites“, *International Journal of Solids and Structures*, 102-103, S. 77–88, 2016, doi: 10.1016/j.ijsolstr.2016.10.015.

[147] E. Hornbogen, „Review Thermo-mechanical fatigue of shape memory alloys“, *Journal of Materials Science*, Jg. 39, Nr. 2, S. 385–399, 2004, doi: 10.1023/B:JMSC.0000011492.88523.d3.

[148] Z. W. Huang, Z. G. Wang, S. J. Zhu, F. H. Yuan und F. G. Wang, „Thermomechanical fatigue behavior and life prediction of a cast nickel-based superalloy“, *Materials Science and Engineering: A*, Jg. 432, 1-2, S. 308–316, 2006, doi: 10.1016/j.msea.2006.06.061.

[149] R. Valle, M.-H. Vidal-Sétif, D. Schuster und P. Le Vacon, „Tensile and fatigue behavior of Al-based metal matrix composites reinforced with continuous carbon or alumina fibers: Part II. Quasi-unidirectional composite cross-ply laminates“, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Jg. 35, Nr. 10, S. 3307–3317, 2004, doi: 10.1007/s11661-004-0072-1.

[150] G. Floweday, S. Petrov, R. B. Tait und J. Press, „Thermo-mechanical fatigue damage and failure of modern high performance diesel pistons“, *Engineering Failure Analysis*, Jg. 18, Nr. 7, S. 1664–1674, 2011, doi: 10.1016/j.engfailanal.2011.02.002.

[151] W. J. Ostergren, „A Damage Function and Associated Failure Equations for Predicting Hold Time and Frequency Effects in Elevated Temperature, Low Cycle Fatigue“, *Journal of Testing and Evaluation*, Jg. 4, S. 327–339, 1976.

[152] D. Weinacht und D. Socie, „Fatigue damage accumulation in grey cast iron“, *International Journal of Fatigue*, Jg. 9, Nr. 2, S. 79–86, 1987, doi: 10.1016/0142-1123(87)90048-X.

[153] J. Fash und D. F. Socie, „Fatigue behaviour and mean effects in grey cast iron“, *International Journal of Fatigue*, Jg. 4, Nr. 3, S. 137–142, 1982, doi: 10.1016/0142-1123(82)90040-8.

[154] H. Sehitoglu, *Thermal and thermo-mechanical fatigue of structural alloys,* 19. Aufl. ASM Handbook, 1997.

[155] R. Minichmayr, M. Riedler, G. Winter, H. Leitner und W. Eichlseder, „Thermo-mechanical fatigue life assessment of aluminium components using the damage rate model of Sehitoglu“, *International Journal of Fatigue*, Jg. 30, Nr. 2, S. 298–304, 2008, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2007.01.054.

[156] P. Hahner *et al.,* „Research and development into a European code-of-practice for strain-controlled thermo-mechanical fatigue testing“, *International Journal of Fatigue*, Jg. 30, Nr. 2, S. 372–381, 2008, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2007.01.052.

[157] *Code of Practice for Force-Controlled Thermo-Mechanical Fatigue Testing: Force-Controlled Thermo-Mechanical Fatigue – The Route To Standardisation,* Rolls-Royce Mechanical Test Operations Centre, et al., Aug. 2015.

[158] *Practice for Strain Controlled Thermomechanical Fatigue Testing*, 2368, E08 Committee, West Conshohocken, PA.

[159] *Metallic materials. Fatigue testing. Strain-controlled thermomechanical fatigue testing method*, ISO 12111:2011, London.

[160] J. Palmer, J. Jones, A. Dyer, R. Smith, R. Lancaster und M. Whittaker, „Development of test facilities for thermo-mechanical fatigue testing“, *International Journal of Fatigue*, Jg. 121, S. 208–218, 2019, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2018.12.015.

[161] Martin Riedler, „Methodikfindung zur Simulation von thermomechanisch beanspruchten Motorbauteilen aus Aluminiumlegierungen“, 2005.

[162] D. Löhe, T. Beck und K.-H. Lang, „Important aspects of cyclic deformation, damage and lifetime behaviour in thermomechanical fatigue of engineering alloys“ in *Proceedings of the Fifth International Conference on Low Cycle Fatigue (LCF 5), Berlin, Germany, September 9 - 11, 2003. Ed.: P. D. Portella*, 2004, S. 161–175.

[163] B. Flaig, „Isothermes und thermisch-mechanisches Ermüdungsverhalten von GK-AlSi10Mg wa, GK-AlSi12CuMgNi und GK-AlSi6Cu4“, 1995.

[164] A. Harnischmacher, „Schädigung und Lebensdauer von Aluminium-Gusslegierungen für thermisch-mechanisch hochbeanspruchte Motorbauteile“, Karlsruhe Institute of Technology, 2013.

[165] I. Henne, *Schädigungsverhalten von Aluminiumgusslegierungen bei TMF und TMF/HCF-Beanspruchung*. Zugl.: Karlsruhe, Univ., Diss., 2006. Aachen: Shaker, 2006.

[166] F. Langmayr und F. Zieher, „Thermomechanik in Zylinderköpfen“, *Ventiltrieb und Zylinderkopf, VDI-Berichte*, Nr. 1813, S. 227–243, 2004.

[167] T. Beck, D. Löhe, J. Luft und I. Henne, „Damage mechanisms of cast Al–Si–Mg alloys under superimposed thermal–mechanical fatigue and high-cycle fatigue loading“, *Materials Science and Engineering: A*, 468-470, S. 184–192, 2007, doi: 10.1016/j.msea.2006.05.177.

[168] T. Beck, K.-H. Lang und D. Löhe, „Interaction of thermally induced and mechanical fatigue“, *Trans Indian Inst Met*, Jg. 63, 2-3, S. 195–202, 2010, doi: 10.1007/s12666-010-0027-8.

[169] M. Merzkirch, „Schädigungsentwicklung der Zylinderkopflegierung AlSi10Mg-T6 unter thermisch mechanischer Beanspruchung“, 2005.

[170] L. Li, *Thermomechanical Fatigue of Ceramic-Matrix Composites*. Newark: John Wiley & Sons Incorporated, 2020. [Online]. Verfügbar unter: https://ebookcentral.proquest.com/lib/kxp/detail.action?docID=5844288

[171] A. M. Klaska, T. Beck, A. Wanner und D. Löhe, „Residual stress and damage development in the aluminium alloy EN AW-6061 particle reinforced with Al2O3 under thermal fatigue loading“, *Materials Science and Engineering: A*, Jg. 501, 1-2, S. 6–15, 2009, doi: 10.1016/j.msea.2008.10.009.

[172] A. M. Klaska, T. Beck, A. Wanner und D. Löhe, „Thermisch-mechanisches Ermüdungsverhalten der partikelverstärkten Aluminiumknetlegierung EN AW-6061-T6 und die Entwicklung von Eigenspannungen im Matrixwerkstoff unter thermisch-mechanischer Beanspruchung“, *Mat.-wiss. u. Werkstofftech.*, Jg. 37, Nr. 8, S. 637–648, 2006, doi: 10.1002/mawe.200600041.

[173] O. Hartmann, „Einfluss der Matrix und der Form der Verstärkungen von Metallmatrix-Verbundwerkstoffen auf deren zyklisches Verformungsverhalten zwischen -100 °C und 300°C“. Dissertation, Technische Fakultät, Universität Erlangen-Nürnberg, Erlangen, 2002. [Online]. Verfügbar unter: https://d-nb.info/971962383/34

[174] J. Schukraft, C. Pieper, C. Lohr und K. A. Weidenmann, „Approaches on Self-Healing of An Interpenetrating Metal Ceramic Composite“ in *Proceedings of the 20th European Conference on Composite Materials - Composites Meet Sustainability (Vol 6)*, A. Vassilopoulos, Hg., EPFL Lausanne, Composite Construction Laboratory, 2022, S. 419–426. [Online]. Verfügbar unter: https://infoscience.epfl.ch/record/298799?ln=en

[175] C. Dry, „Procedures developed for self-repair of polymer matrix composite materials“, *Composite Structures*, Jg. 35, Nr. 3, S. 263–269, 1996, doi: 10.1016/0263-8223(96)00033-5.

[176] S. R. White *et al.*, „Autonomic Healing of Polymer Composites“, *Nature*, Jg. 409, February, S. 794, 2001.

[177] B. Grabowski und C. C. Tasan, „Self-Healing Metals“ in *Advances in Polymer Science, Self-healing Materials*, M. D. Hager, S. van der Zwaag und U. S. Schubert, Hg., Cham: Springer International Publishing, 2016, S. 387–407, doi: 10.1007/12\textunderscore.

[178] S. K. Ghosh, Hg., *Self-healing materials: Fundamentals, design strategies, and applications*. Weinheim: Wiley-VCH, 2009.

[179] P. C. JE *et al.*, „Manufacturing challenges in self-healing technology for polymer composites -- a review“, *Journal of Materials Research and Technology*, Jg. 9, Nr. 4, S. 7370–7379, 2020, doi: 10.1016/j.jmrt.2020.04.082.

[180] S. Wang und M. W. Urban, „Self-healing polymers“, *Nature Reviews Materials*, Jg. 5, Nr. 8, S. 562–583, 2020, doi: 10.1038/s41578-020-0202-4.

[181] S. An, S. S. Yoon und M. W. Lee, „Self-Healing Structural Materials“ (eng), *Polymers*, Jg. 13, Nr. 14, 2021, doi: 10.3390/polym13142297.

[182] S. Sharma, G. Nandan, P. K. Rohatgi und R. Prakash, „Recent Advances In Self-Healing Materials“, *Materials Today: Proceedings*, Jg. 18, S. 4729–4737, 2019, doi: 10.1016/j.matpr.2019.07.460.

[183] N. van Dijk und S. van der Zwaag, „Self-Healing Phenomena in Metals“, *Advanced Materials Interfaces*, Jg. 5, Nr. 17, S. 1800226, 2018, doi: 10.1002/admi.201800226.

[184] M. Nosonovsky und P. K. Rohatgi, „Development of Metallic and Metal Matrix Composite Self-Healing Materials“ in *Springer Series in Materials Science, Biomimetics in Materials Science*, M. Nosonovsky und P. K. Rohatgi, Hg., New York, NY: Springer New York, 2012, S. 87–122, doi: 10.1007/978-1-4614-0926-7\textunderscore.

[185] J. Martínez Lucci, R. S. Amano und P. K. Rohatgi, „Heat transfer and fluid flow analysis of self-healing in metallic materials“, *Heat and Mass Transfer*, Jg. 53, Nr. 3, S. 825–848, 2017, doi: 10.1007/s00231-016-1837-y.

[186] J. B. Ferguson, B. F. Schultz und P. K. Rohatgi, „Self-Healing Metals and Metal Matrix Composites“, *JOM*, Jg. 66, Nr. 6, S. 866–871, 2014, doi: 10.1007/s11837-014-0912-4.

[187] O. Lavrentyeva, “Verfahren zur Herstellung von aufgeschäumten keramischen Werkstoffen sowie dadurch herstellbarer keramischer Schaum,” DE102015202277A, Apr 28, 2016.

[188] D. Horny, J. Schukraft, K. A. Weidenmann und K. Schulz, „Numerical and Experimental Characterization of Elastic Properties of a Novel, Highly Homogeneous Interpenetrating Metal Ceramic Composite“, *Adv. Eng. Mater.*, 2020, doi: 10.1002/adem.201901556.

[189] M. Basista, J. Jakubowska und W. Węglewski, „Processing Induced Flaws in Aluminum-Alumina Interpenetrating Phase Composites“, *Adv. Eng. Mater.*, Jg. 19, Nr. 12, S. 1700484, 2017, doi: 10.1002/adem.201700484.

[190] Z. Zhong und N. P. Hung, „Grinding of alumina/aluminum composites“, *Journal of Materials Processing Technology*, Nr. 123, S. 13–17, 2000.

[191] J. Liu, J. Wu und J. Binner, „Cutting resistance of metal-ceramic interpenetrating composites“, *Ceramics International*, Jg. 43, Nr. 2, S. 2815–2823, 2017, doi: 10.1016/j.ceramint.2016.11.124.

[192] *Prüfung metallischer Werkstoffe - Druckversuche bei Raumtemperatur*, DIN 50106:2016-11, DIN Deutsches Institut für Normung, Berlin, Nov. 2016.

[193] *DIN EN 679:2005-09, Bestimmung der Druckfestigkeit von dampfgehärtetem Porenbeton; Deutsche Fassung EN_679:2005*, Berlin.

[194] P. Morbitzer, J. Schukraft, C. Lohr und K. Weidenmann, „In-situ SEM investigation on the damage behavior of an interpenetrating metal ceramic composite“, *Composite Structures*, 117278, 2023, doi: 10.1016/j.compstruct.2023.117278.

[195] *Aluminium A360.0, die cast F.* 2020. Canonsburg, PA, USA: Granta EduPack, Ansys Inc., 2020.

[196] *Alumina 99,95 %.* 2020. Canonsburg, PA, USA: Granta EduPack, Ansys Inc., 2020.

[197] *DIN 66137-1:2019-03, Bestimmung der Dichte fester Stoffe_- Teil_1: Grundlagen*, Berlin.

[198] *DIN EN 1094-4:1995-09 Feuerfeste Erzeugnisse für Isolationszwecke - Teil 4: Bestimmung der Rohdichte und Gesamtporosität geformter Erzeugnisse*, Berlin. [Online]. Verfügbar unter: https://dx.doi.org/10.31030/2728109

[199] *DIN 1343:1990-01, Referenzzustand, Normzustand, Normvolumen; Begriffe und Werte*, Berlin.

[200] *DIN EN 993-1:2019-03, Prüfverfahren für dichte geformte feuerfeste Erzeugnisse_- Teil_1: Bestimmung der Rohdichte, offenen Porosität und Gesamtporosität; Deutsche Fassung EN_993-1:2018*, Berlin.

[201] *DIN 66137-2:2019-03, Bestimmung der Dichte fester Stoffe_- Teil_2: Gaspyknometrie*, Berlin.

[202] J. Rouquerol *et al.,* „Recommendations for the characterization of porous solids (Technical Report)“, *Pure and Applied Chemistry*, Jg. 66, Nr. 8, S. 1739–1758, 1994, doi: 10.1351/pac199466081739.

[203] E. W. Washburn, „The Dynamics of Capillary Flow“, *Phys. Rev.*, Jg. 17, Nr. 3, S. 273–283, 1921, doi: 10.1103/PhysRev.17.273.

[204] *DIN ISO 15901-1:2019-03, Bewertung der Porengrößenverteilung und Porosität von Feststoffen mittels Quecksilberporosimetrie und Gasadsorption_- Teil_1: Quecksilberporosimetrie (ISO_15901-1:2016)*, Berlin.

[205] K. Rübner, T. Fritz und F. Jacobs, *Ringversuch zur Quecksilberporosimetrie an Zementmörtel*. Berlin: BAM, 2001.

[206] ThermoFisher Scientific, *User's Guide Avizo Software.* [Online]. Verfügbar unter: https://assets.thermofisher.com/TFS-Assets/MSD/Product-Guides/users-guide-avizo-software-2019.pdf.

[207] C. Lanczos, „An Iteration Method for the Solution of the Eigenvalue Problem of Linear Differential and Integral Operators“, *Journal of research of the National Bureau of Standards*, Jg. 45, S. 255–282, 1950.

[208] Francois Hild, *Generate a DVC mesh of complex shapes.* [Online]. Verfügbar unter: https://xtras.amira-avizo.com/xtras/tutorial-generate-a-dvc-mesh-of-complex-shapes (Zugriff am: 23. Juni 2023).

[209] A. Wanner, „Elastic modulus measurements of extremely porous ceramic materials by ultrasonic phase spectroscopy“, *Materials Science and Engineering: A*, Jg. 248, 1-2, S. 35–43, 1998, doi: 10.1016/S0921-5093(98)00524-3.

[210] W. P. Mason, „Physical Acoustics and the Properties of Solids“, *J. Acoust. Soc. Am.*, Jg. 28, Nr. 6, S. 1197–1206, 1956, doi: 10.1121/1.1908593.

[211] W. Sachse, „The Propagation of Elastic Waves in Anisotropic Solids and Their Use for Orientation and Elastic Constants Determination“, *Report of the Department of Theoretical and Applied Mechanics, Cornell University*, 1973.

[212] M. Mah und D. R. Schmitt, „Determination of the complete elastic stiffnesses from ultrasonic phase velocity measurements“, *J. Geophys. Res.*, Jg. 108, B1, ECV 6-1-ECV 6-11, 2003, doi: 10.1029/2001JB001586.

[213] W. C. van Buskirk, S. C. Cowin und R. N. Ward, „Ultrasonic measurement of orthotropic elastic constants of bovine femoral bone“ (eng), *Journal of biomechanical engineering*, Jg. 103, Nr. 2, S. 67–72, 1981, doi: 10.1115/1.3138262.

[214] L. C. Lynnworth, W. R. Rea und E. P. Papadakis, „Continuous wave transmission techniques for measuring ultrasonic phase and group velocities in dispersive materials and composites“, *J. Acoust. Soc. Am.*, Jg. 70, Nr. 6, S. 1699–1703, 1981, doi: 10.1121/1.387235.

[215] L. C. Lynnworth, E. P. Papadakis und W. R. Rea, „Ultrasonic Measurement of Phase and Group Velocity Using Continuous Wave Transmission Techniques“ in *1973 Ultrasonics Symposium,* 11/5/1973 - 11/7/1973, S. 533–536, doi: 10.1109/ULTSYM.1973.196259.

[216] C. S. Ting und W. Sachse, „Measurement of ultrasonic dispersion by phase comparison of continuous harmonic waves“, *J. Acoust. Soc. Am.*, Jg. 64, Nr. 3, S. 852–857, 1978, doi: 10.1121/1.382034.

[217] C. Soyarslan, S. Bargmann, M. Pradas und J. Weissmüller, „3D stochastic bicontinuous microstructures: Generation, topology and elasticity“, *Acta Materialia*, Jg. 149, S. 326–340, 2018, doi: 10.1016/j.actamat.2018.01.005.

[218] *DIN EN ISO 291:2008-08, Kunststoffe_- Normalklimate für Konditionierung und Prüfung (ISO_291:2008); Deutsche Fassung EN_ISO_291:2008*, Berlin.

[219] K. A. Weidenmann, R. Tavangar und L. Weber, „Rigidity of diamond reinforced metals featuring high particle contents“, *Composites Science and Technology*, Jg. 69, Nr. 10, S. 1660–1666, 2009, doi: 10.1016/j.compscitech.2009.03.016.

[220] F. Thum, P. Potstada und M. G. Sause, „Development of a 25kN In Situ Load Stage Combining X-Ray Computed Tomography and Acoustic Emission Measurement“, *KEM*, Jg. 809, S. 563–568, 2019, doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.809.563.

[221] Netzsch-Gerätebau GmbH, *DSC 214 Polyma.* [Online]. Verfügbar unter: https://analyzing-testing.netzsch.com/de/produkte-und-loesungen/dynamische-differenzkalorimetrie-dsc-differenz-thermoanalyse-dta/dsc-214-polyma.

[222] *DIN 51007:2019-04, Thermische Analyse_(TA)_- Differenz-Thermoanalyse_(DTA) und Dynamische Differenzkalorimetrie_(DSC)_- Allgemeine Grundlagen*, Berlin.

[223] D. G. Archer, „Thermodynamic Properties of Synthetic Sapphire (α-Al 2 O 3), Standard Reference Material 720 and the Effect of Temperature-Scale Differences on Thermodynamic Properties“, *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, Jg. 22, Nr. 6, S. 1441–1453, 1993, doi: 10.1063/1.555931.

[224] W. J. Parker, R. J. Jenkins, C. P. Butler und G. L. Abbott, „Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity“, *Journal of Applied Physics*, Jg. 32, Nr. 9, S. 1679–1684, 1961, doi: 10.1063/1.1728417.

[225] *Test Method for Thermal Diffusivity by the Flash Method,* E37 Committee, West Conshohocken, PA.

[226] *DIN 51045-1:2005-08, Bestimmung der thermischen Längenänderung fester Körper_-Teil_1: Grundlagen*, Berlin.

[227] Turner P. S., „Thermal-Expansion Stresses in Reinforced Plastics“, *J. Res. NBS.*, Jg. 37, S. 239–250, 1946. [Online]. Verfügbar unter: https://ci.nii.ac.jp/naid/20001326529/

[228] E. H. Kerner, „The Elastic and Thermo-elastic Properties of Composite Media“ (en), *Proc. Phys. Soc. B*, Jg. 69, Nr. 8, S. 808–813, 1956, doi: 10.1088/0370-1301/69/8/305.

[229] R. A. Schapery, „Thermal Expansion Coefficients of Composite Materials Based on Energy Principles“ (en), *Journal of Composite Materials*, Jg. 2, Nr. 3, S. 380–404, 1968, doi: 10.1177/002199836800200308.

[230] C.-S. Park, M.-H. Kim und C. Lee, „A theoretical approach for the thermal expansion behavior of the particulate reinforced aluminum matrix composite Part I A thermal expansion model for composites with mono-dispersed spherical particles“, *J Mater Sci*, Jg. 36, Nr. 14, S. 3579–3587, 2001, doi: 10.1023/A:1017957306645.

[231] M. Tayebi, M. Jozdani und M. Mirhadi, „Thermal expansion behavior of Al–B4C composites by powder metallurgy“, *Journal of Alloys and Compounds*, Jg. 809, S. 151753, 2019, doi: 10.1016/j.jallcom.2019.151753.

[232] Z. Hashin und S. Shtrikman, „A variational approach to the theory of elastic behaviour of multiphase materials“, *J. Mech. Phys. Solids*, Jg. 11, Nr. 42, S. 127, 1963.

[233] *Test Method for Dynamic Youngs Modulus, Shear Modulus, and Poissons Ratio by Impulse Excitation of Vibration,* E28 Committee, West Conshohocken, PA.

[234] D. Horny, J. Schukraft, C. Pieper, K. Weidenmann und K. Schulz, „The numerical and experimental investigation of the self-healing potential on interpenetrating metal-ceramic composites“, *Advanced Engineering Materials*, akzeptiert am 20.06.2023.

[235] M. R. Kessler, N. R. Sottos und S. R. White, „Self-healing structural composite materials“, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 34, Nr. 8, S. 743–753, 2003, doi: 10.1016/S1359-835X(03)00138-6.

[236] V. Srivastava und M. Gupta, „Experimental assessment of self-healing nature in aluminum-based smart composites with NiTi wires and solder alloy as healing agents through Taguchi approach“, *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, Jg. 31, Nr. 18, S. 2101–2116, 2020, doi: 10.1177/1045389X20942846.

[237] B. J. Blaiszik, S. Kramer, S. C. Olugebefola, J. S. Moore, N. R. Sottos und S. R. White, „Self-Healing Polymers and Composites“, *Annu. Rev. Mater. Res.*, Jg. 40, Nr. 1, S. 179–211, 2010, doi: 10.1146/annurev-matsci-070909-104532.

[238] Y. I. Komolikov, I. D. Kashcheev, K. G. Zemlyanoi und V. I. Pudov, „Properties of Ceramics Based on Al_2O_3 with Admixture of Unltradispersed Powder of Al_2O_3 Synthesized by the Electrochemical Method“, *Refract Ind Ceram*, Jg. 60, Nr. 4, S. 346–349, 2019, doi: 10.1007/s11148-019-00364-4.

[239] J. Kastner, B. Harrer und H. P. Degischer, „High resolution cone beam X-ray computed tomography of 3D-microstructures of cast Al-alloys“, *Materials Characterization*, Jg. 62, Nr. 1, S. 99–107, 2011, doi: 10.1016/j.matchar.2010.11.004.

[240] J. Kastner, B. Plank, D. Salaberger und J. Sekeija, „Defect and Porosity Determination of Fibre Reinforced Polymers by X-ray Computed Tomography“ in *NDT in Aerospace, 2010*.

[241] N. Fan, J. Wang, C. Deng, Y. Fan, T. Wang und X. Guo, „Quantitative characterization of coal microstructure and visualization seepage of macropores using CT-based 3D reconstruction“, *Journal of Natural Gas Science and Engineering*, Jg. 81, S. 103384, 2020, doi: 10.1016/j.jngse.2020.103384.

[242] F. Moro und H. Böhni, „Ink-bottle effect in mercury intrusion porosimetry of cement-based materials“ (eng), *Journal of colloid and interface science*, Jg. 246, Nr. 1, S. 135–149, 2002, doi: 10.1006/jcis.2001.7962.

[243] H. Giesche, „Mercury Porosimetry: A General (Practical) Overview“, *Part. Part. Syst. Charact.*, Jg. 23, Nr. 1, S. 9–19, 2006, doi: 10.1002/ppsc.200601009.

[244] P. Iassonov, T. Gebrenegus und M. Tuller, „Segmentation of X-ray computed tomography images of porous materials: A crucial step for characterization and quantitative analysis of pore structures“, *Water Resour. Res.*, Jg. 45, Nr. 9, 2009, doi: 10.1029/2009WR008087.

[245] A. Pokhrel, D. N. Seo, S. T. Lee und I. J. Kim, „Processing of Porous Ceramics by Direct Foaming: A Review“, *Journal of the Korean Ceramic Society*, Jg. 50, Nr. 2, S. 93–102, 2013, doi: 10.4191/kcers.2013.50.2.093.

[246] Y. Han, J. Yang, M. Jung, S. Han, S. Kim und H.-S. Jeon, „Controlling the Pore Size and Connectivity of Alumina-Particle-Stabilized Foams Using Sodium Dodecyl Sulfate: Role of Surfactant Concentration“ (eng), *Langmuir : the ACS journal of surfaces and colloids*, Jg. 36, Nr. 35, S. 10331–10340, 2020, doi: 10.1021/acs.langmuir.0c01104.

[247] N. Takata, H. Kodaira, K. Sekizawa, A. Suzuki und M. Kobashi, „Change in microstructure of selectively laser melted AlSi10Mg alloy with heat treatments“, *Materials Science and Engineering: A*, Jg. 704, S. 218–228, 2017, doi: 10.1016/j.msea.2017.08.029.

[248] A. Leon, A. Shirizly und E. Aghion, „Corrosion Behavior of AlSi10Mg Alloy Produced by Additive Manufacturing (AM) vs. Its Counterpart Gravity Cast Alloy“, *Metals*, Jg. 6, Nr. 7, S. 148, 2016, doi: 10.3390/met6070148.

[249] C. Barile, C. Casavola, P. K. Vimalathithan und G. Renna, „Corrosion Resistance Behaviour of recycled AlSi10Mg alloy: Surface Morphology and Acoustic Emission Investigation“, *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.*, Jg. 1214, Nr. 1, S. 12037, 2022, doi: 10.1088/1757-899X/1214/1/012037.

[250] N. Chakraborti und H. L. Lukas, „Thermodynamic optimization of the Mg-Al-Si phase diagram“, *Calphad*, Jg. 16, Nr. 1, S. 79–86, 1992, doi: 10.1016/0364-5916(92)90041-U.

[251] E. Schürmann und A. Fischer, „Equilibria with liquid in the aluminium–magnesium–silicon ternary system, Part 3, Al–Mg–Si system“, *Giessereiforschung*, S. 161–165, 1977.

[252] D. Hanson und M. Gayler, „The constitution and age-hardening of the alloys of aluminium with magnesium and silicon“, *Journal of the Institute of Metals*, S. 321–359, 1921.

[253] B. Otani, „Silumin and Its Structure“, *Kinzuku no Kenkyu*, S. 666–686, 1930.

[254] E. H. Dix, F. Keller und R. W. Graham, „Equilibrium Relations in Aluminum-Magnesium Silicide Alloys of High Purity“, *The American Institut of Mining, Metallurgical, and Petroleum Engineers*, S. 404–420, 1931, 1931.

[255] G. Petzow und G. Effenberg, Hg., *Ternary alloys: A comprehensive compendium of evaluated constitutional data and phase diagrams*. Weinheim: VCH, 1993.

[256] M. Voncina, P. Mrvar und J. Medved, „Thermodynamic Analysis of AlSi10Mg Alloy Termodinamična analiza zlitine AlSi10Mg“, *RMZ Materials and Geoenvironment*, S. 621–633, 2006. [Online]. Verfügbar unter: https://www.researchgate.net/profile/maja-voncina/publication/289676300_thermodynamic_analysis_of_alsi10mg_alloy/links/5dcd089792851c382f3afb0d/thermodynamic-analysis-of-alsi10mg-alloy.pdf.

[257] P. Mrvar, P. Trbizan und J. Medved, „Preiskava dimenzijskih sprememb ulitka in forme med strjevanjem modificiranih in nemodificiranih aluminijevih zlitin z dilatometrom“, *Livarski vestnik*, S. 131–140, 2001.

[258] P. Villars, A. Prince und H. Okamoto, *Handbook of ternary alloy phase diagrams,* 1. Aufl. Materials Park, Ohio: ASM International, 1995.

[259] S. Baklouti, P. Coupelle, T. Chartier und J. F. Baumard, „Compaction Behaviour of Alumina Powders Spray-Dried with Organic Binders“, *J. Phys. III France*, Jg. 6, Nr. 10, S. 1283–1291, 1996, doi: 10.1051/jp3:1996186.

[260] J. Cohen, *Statistical Power Analysis for the Behavioral Sciences*. Routledge, 2013.

[261] W. S. Cleveland, „Robust Locally Weighted Regression and Smoothing Scatterplots“ (en), *Journal of the American Statistical Association*, Jg. 74, Nr. 368, S. 829–836, 1979.

[262] C. Soyarslan, S. Bargmann, M. Pradas und J. Weissmüller, „3D stochastic bicontinuous microstructures: Generation, topology and elasticity - Supplementary“, *Acta Mater*, Jg. 149, S. 326, 2018.

[263] EOS GmbH – Electro Optical Systems, *EOS Aluminium AlSi10Mg.* [Online]. Verfügbar unter: eos.info.

[264] M. Radovic, E. Lara-Curzio und L. Riester, „Comparison of different experimental techniques for determination of elastic properties of solids“, *Materials Science and Engineering: A*, Jg. 368, 1-2, S. 56–70, 2004, doi: 10.1016/j.msea.2003.09.080.

[265] P. Colombo, „Engineering porosity in polymer-derived ceramics“, *J. Eur. Ceram. Soc.*, Jg. 28, Nr. 7, S. 1389, 2008.

[266] S. Balay *et al.,* „PETSc Users Manual“, Argonne National Laboratory, 2019.

[267] E. Hamed, E. Novitskaya, J. Li, P. Y. Chen, I. Jasiuk und J. McKittrick, „Elastic moduli of untreated, demineralized and deproteinized cortical bone: Validation of a theoretical model of bone as an interpenetrating composite material“, *Acta Biomater*, Jg. 8, Nr. 3, S. 1080, 2012.

[268] J. Llorca *et al.,* „Multiscale modeling of composite materials: A roadmap towards virtual testing“, *Adv. Mater.*, Jg. 23, Nr. 44, S. 5130, 2011.

[269] M. F. Ashby, „Mechanical Properties of Cellular Solids“, *Metall. Trans. A, Phys. Metall. Mater. Sci.*, 14 A, Nr. 9, S. 1755–1769, 1983, doi: 10.1007/BF02645546.

[270] H. X. Peng, Z. Fan und J. Evans, „Bi-continuous metal matrix composites“, *Materials Science and Engineering: A*, Nr. 303, S. 37–45, 2001.

[271] S. Roy, J.-M. Gebert, G. Stasiuk, R. Piat, K. A. Weidenmann und A. Wanner, „Complete determination of elastic moduli of interpenetrating metal/ceramic composites using ultrasonic techniques and micromechanical modelling“, *Materials Science and Engineering: A*, Jg. 528, Nr. 28, S. 8226–8235, 2011, doi: 10.1016/j.msea.2011.07.029.

[272] R. J. Moon, M. Tilbrook, M. Hoffman und A. Neubrand, „Al-Al2O3 Composites with Interpenetrating Network Structures: Composite Modulus Estimation“, *J. Am. Ceram. Soc.*, Jg. 88, Nr. 3, S. 666–674, 2005, doi: 10.1111/j.1551-2916.2005.00115.x.

[273] L. Gorjan und M. Ambrožič, „Bend strength of alumina ceramics: A comparison of Weibull statistics with other statistics based on very large experimental data set“, *Journal of the European Ceramic Society*, Jg. 32, Nr. 6, S. 1221–1227, 2012, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2011.12.010.

[274] *Bronze.* 2020. Canonsburg, PA, USA: Granta EduPack, Ansys Inc., 2020.

[275] *Wolframcarbid.* 2020. Canonsburg, PA, USA: Granta EduPack, Ansys Inc., 2020.

[276] T. Huber, *Thermal expansion of aluminium alloys and composites*, 2003.
[277] F. Lasagni, G. Requena, B. Mingler, M. Papakyriacou und H. P. Degischer, „Entmischung und Einformung des Si in Al–Si-Legierungen“, *International journal of material preparation and image analysis microstructure*, S. 443–448, 2004, 2004.
[278] P. Agrawal, K. Conlon, K. J. Bowman, C. T. Sun, F. R. Cichocki und K. P. Trumble, „Thermal residual stresses in co-continuous composites“, *Acta Materialia*, Jg. 51, Nr. 4, S. 1143–1156, 2003, doi: 10.1016/S1359-6454(02)00519-0.
[279] L. Y. Jiang *et al.,* „Thermal expansion behavior of CNT reinforced AlSi10Mg composite fabricated via laser powder bed fusion“, *Mater. Res. Express*, Jg. 6, Nr. 12, S. 125806, 2019, doi: 10.1088/2053-1591/ab5b5b.
[280] R. Gumbleton, J. A. Cuenca, G. M. Klemencic, N. Jones und A. Porch, „Evaluating the coefficient of thermal expansion of additive manufactured AlSi10Mg using microwave techniques“, *Additive Manufacturing*, Jg. 30, S. 100841, 2019, doi: 10.1016/j.addma.2019.100841.
[281] R. A. Schapery, „Stress Analysis of Viscoelastic Composite Materials“ (en), *Journal of Composite Materials*, Jg. 1, Nr. 3, S. 228–267, 1967, doi: 10.1177/002199836700100302.
[282] R. A. Schapery, *On the Application of a Thermodynamic Constitutive Equation to Various Nonlinear Materials,* 4. Aufl. Purdue University Report, 1968.
[283] J. Lankford, „Compressive strength and microplasticity in polycrystalline alumina“, *J Mater Sci*, Jg. 12, Nr. 4, S. 791–796, 1977, doi: 10.1007/BF00548172.
[284] C. Kirsch, „Die Theorie der Elastizitat und die Bedürfnisse der Festigkeitslehre“, *Zeitschrift des Vereines Deutscher Ingenieure*, Jg. 42, S. 797–807, 1898.
[285] Y. Chen, N. Wang, O. Ola, Y. Xia und Y. Zhu, „Porous ceramics: Light in weight but heavy in energy and environment technologies“, *Materials Science and Engineering: R: Reports*, Jg. 143, S. 100589, 2021, doi: 10.1016/j.mser.2020.100589.
[286] H. Horiit und S. Nemat-Nasser, „Brittle Failure in Compression : Splitting Faulting and Brittle-Ductile Transition“, *Philos. Trans. R. Soc. London*, Jg. 319, Nr. 1549, S. 337–374, 1986. [Online]. Verfügbar unter: https://www.jstor.org/stable/37893
[287] A. Bandyopadhyay, R. Atisivan, G. Kuhn und S. Yeruva, *Mechanical Properties of Interconnected Phase Alumina-Al Composites 24*. The University of Texas at Austin, 2000.
[288] v. d. Krstic, „On the fracture of brittle-matrix/ductile-particle composites“, *Philosophical Magazine A*, Jg. 48, Nr. 5, S. 695–708, 1983, doi: 10.1080/01418618308236538.
[289] W.-D. Finkelnburg, *Wärmebehandlung von Aluminium-Legierungen*. Düsseldorf: GDA, 2007.
[290] B. Kaveendran, G. S. Wang, L. J. Huang, L. Geng und H. X. Peng, „In situ (Al3Zr+Al2O3np)/2024Al metal matrix composite with novel reinforcement distributions fabricated by reaction hot pressing“, *Journal of Alloys and Compounds*, Jg. 581, S. 16–22, 2013, doi: 10.1016/j.jallcom.2013.06.143.
[291] T. Srivatsan, M. Al-Hajri, C. Smith und M. Petraroli, „The tensile response and fracture behavior of 2009 aluminum alloy metal matrix composite“, *Materials Science and Engineering: A*, Jg. 346, 1-2, S. 91–100, 2003, doi: 10.1016/S0921-5093(02)00481-1.
[292] L. Ceschini, G. Minak und A. Morri, „Forging of the AA2618/20vol.% Al_2O_{3p} composite: Effects on microstructure and tensile properties“, *Composites Science and Technology*, Jg. 69, 11-12, S. 1783–1789, 2009, doi: 10.1016/j.compscitech.2008.08.027.
[293] D. Gelmedin und K.-H. Lang, „Failure behaviour of the superalloy MAR-M247 LC under LCF, HCF and combined LCF/HCF loading“, *IJMR*, Jg. 103, Nr. 1, S. 97–105, 2012, doi: 10.3139/146.110633.

[294] K. Maruyama, „Fundamental aspects of creep deformation and deformation mechanism map“ in *Creep-Resistant Steels*, Elsevier, 2008, S. 265–278, doi: 10.1533/9781845694012.2.265.

[295] B. Y. Hur, S. H. Park und A. Hiroshi, „Viscosity and Surface Tension of Al and Effects of Additional Element“, *MSF*, Jg. 439, S. 51–56, 2003, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.439.51.

[296] J. P. Anson, R. A. L. Drew und J. E. Gruzleski, „The surface tension of molten aluminum and Al-Si-Mg alloy under vacuum and hydrogen atmospheres“, *Metall and Materi Trans B*, Jg. 30, Nr. 6, S. 1027–1032, 1999, doi: 10.1007/s11663-999-0108-4.

[297] V. Sarou-Kanian, F. Millot und J. C. Rifflet, „Surface Tension and Density of Oxygen-Free Liquid Aluminum at High Temperature“, *International Journal of Thermophysics*, Jg. 24, Nr. 1, S. 277–286, 2003, doi: 10.1023/A:1022466319501.

[298] R. Gil, A. Jinnapat und A. R. Kennedy, „Pressure-assisted infiltration of molten aluminium into open cell ceramic foams: Experimental observations and infiltration modelling“, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 43, Nr. 6, S. 880–884, 2012, doi: 10.1016/j.compositesa.2012.02.001.

[299] Thermo Fisher Scientific Inc., *Pascal 440.* [Online]. Verfügbar unter: http://tools.thermofisher.com/content/sfs/brochures/Thermo-Scientific-Pascal-Series-Mercury-Porosimeter-D01636.pdf (Zugriff am: 23. Juni 2023).

[300] A. J. Klinter, G. Mendoza-Suarez und R. A. Drew, „Wetting of pure aluminum and selected alloys on polycrystalline alumina and sapphire“, *Materials Science and Engineering: A*, Jg. 495, 1-2, S. 147–152, 2008, doi: 10.1016/j.msea.2007.10.113.

[301] T. R. Jonas, J. A. Cornie und K. C. Russell, „Infiltration and wetting of alumina participate preforms by aluminum and aluminum-magnesium alloys“, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Jg. 26, Nr. 6, S. 1491–1497, 1995, doi: 10.1007/BF02647600.

[302] P. Shen, H. Fujii, T. Matsumoto und K. Nogi, „The influence of surface structure on wetting of α-Al_2O_3 by aluminum in a reduced atmosphere“, *Acta Materialia*, Jg. 51, Nr. 16, S. 4897–4906, 2003, doi: 10.1016/S1359-6454(03)00332-X.

[303] M. Nicholas, „The strength of metal/alumina interfaces“, *J Mater Sci*, Jg. 3, Nr. 6, S. 571–576, 1968, doi: 10.1007/BF00757901.

[304] S. M. Wolf, A. P. Levitt und J. Brown, „Whisker-metal matrix bonding“, *Chemical Engineering Progress*, Jg. 3, Nr. 62, S. 74–78, 1966.

[305] H. de Maleprade, A. Keiser, C. Clanet und D. Quéré, „Friction properties of superhydrophobic ridges“, *J. Fluid Mech.*, Jg. 890, 2020, doi: 10.1017/jfm.2020.120.

[306] R. Gil und A. R. Kennedy, „Capillarity-Driven Infiltration of Alumina Foams with an Al-Mg Alloy: Processing, Microstructure, and Properties“, *Journal of Materials Engineering and Performance*, Jg. 21, Nr. 5, S. 714–720, 2012, doi: 10.1007/s11665-012-0147-x.

[307] Z. Nowak, M. Nowak, R. B. Pęcherski, M. Potoczek und R. E. Śliwa, „Mechanical Properties Of The Ceramic Open-Cell Foams Of Variable Cell Sizes“, *Archives of Metallurgy and Materials*, Jg. 60, Nr. 3, S. 1957–1964, 2015, doi: 10.1515/amm-2015-0333.

[308] A. J. Dolata, „Fabrication and Structure Characterization of Alumina-Aluminum Interpenetrating Phase Composites“, *Journal of Materials Engineering and Performance*, Jg. 25, Nr. 8, S. 3098–3106, 2016, doi: 10.1007/s11665-016-1901-2.

[309] D. J. Lloyd, I. Jin und G. C. Weatherly, „Controlling the interface reaction in alumina reinforced aluminium composites“, *Scripta Metallurgica et Materialia*, Jg. 31, Nr. 4, S. 393–396, 1994, doi: 10.1016/0956-716X(94)90006-X.

[310] Y. Kauffmann *et al.*, „Quantitative analysis of layering and in-plane structural ordering at an alumina–aluminum solid–liquid interface“, *Acta Materialia*, Jg. 59, Nr. 11, S. 4378–4386, 2011, doi: 10.1016/j.actamat.2011.03.061.

[311] C. G. Levi, G. J. Abbaschian und R. Mehrabian, „Interface interactions during fabrication of aluminum alloy-alumina fiber composites“, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Jg. 9, Nr. 5, S. 697–711, 1978, doi: 10.1007/BF02659927.

[312] S. Roy, J. Gibmeier, V. Kostov, K. A. Weidenmann, A. Nagel und A. Wanner, „Load Partitioning Study in a 3D Interpenetrating AlSi12/Al_2O_3 Metal/Ceramic Composite“, *MSF*, Jg. 772, S. 103–107, 2013, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.772.103.

[313] S. Roy, J. Gibmeier und A. Wanner, „Residual stresses in novel metal/ceramic composites exhibiting a lamellar microstructure“, *Powder Diffr.*, Jg. 24, S1, S59-S64, 2009, doi: 10.1154/1.3139053.

[314] P. J. Withers und M. J. Roy, „4.10 Residual Stresses in Metal Matrix Composites“ in *Comprehensive Composite Materials II*, Elsevier, 2018, S. 275–286, doi: 10.1016/B978-0-12-803581-8.09963-X.

[315] E.-G. Kim und J.-L. Brédas, „The nature of the aluminum–aluminum oxide interface: A nanoscale picture of the interfacial structure and energy-level alignment“, *Organic Electronics*, Jg. 14, Nr. 2, S. 569–574, 2013, doi: 10.1016/j.orgel.2012.11.028.

[316] P. Maurya, N. Kota, J. Gibmeier, A. Wanner und S. Roy, „Review on study of internal load transfer in metal matrix composites using diffraction techniques“, *Materials Science and Engineering: A*, Jg. 840, S. 142973, 2022, doi: 10.1016/j.msea.2022.142973.

[317] H. Chang, R. L. Higginson und J. G. P. Binner, „Interface study by dual-beam FIB-TEM in a pressureless infiltrated Al(Mg)-Al2O3 interpenetrating composite“ (eng), *Journal of microscopy*, Jg. 233, Nr. 1, S. 132–139, 2009, doi: 10.1111/j.1365-2818.2008.03103.x.

[318] H.-J. Bargel und G. Schulze, Hg., *Werkstoffkunde,* 12. Aufl. Berlin: Springer Vieweg, 2018.

[319] F. Ostermann, „Korrosion“ in *Anwendungstechnologie Aluminium*, F. Ostermann, Hg., Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2014, S. 217–270, doi: 10.1007/978-3-662-43807-7\textunderscore.

[320] J.-G. Li, „Wetting of ceramic materials by liquid silicon, aluminium and metallic melts containing titanium and other reactive elements: A review“, *Ceramics International*, Jg. 20, Nr. 6, S. 391–412, 1994, doi: 10.1016/0272-8842(94)90027-2.

[321] D. R. Lide, Hg., *CRC handbook of chemistry and physics: A ready-reference book of chemical and physical data,* 90. Aufl. Boca Raton, FLa.: CRC Press, 2009.

[322] W. Zhu, Y. He, X. Cui, Y. He, B. Li und C. Zhang, „Microstructure refinement and oxidation behavior improvement in Mo modified TiAl4822 alloy prepared by vacuum sintering“, *Vacuum*, Jg. 202, S. 111122, 2022, doi: 10.1016/j.vacuum.2022.111122.

[323] J. Zhang, M. Moodispaw und A. Luo, „Increasing melt efficiency and secondary alloy usage in aluminum die casting“, Alcoa, 2021.

[324] G. Liu, X. Zhong, Y. Xing, T. Li und W. Pan, „Surface resistivity and bonding strength of atmosphere plasma sprayed copper-coated alumina substrate“, *J. Am. Ceram. Soc.*, Jg. 104, Nr. 3, S. 1193–1197, 2021, doi: 10.1111/jace.17522.

[325] Granta Design, *GRANTA EduPack.* Verfügbar unter: https://www.grantadesign.com/de/education/ces-edupack/. Zugriff am: 10. Februar 2021.

[326] U. Zwicker, „Wasserstoff in Titan und Titanlegierungen“ in *Titan und Titanlegierungen*, U. Zwicker, Hg., Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1974, S. 338–370, doi: 10.1007/978-3-642-80587-5_13.

[327] *Gusseisen, GJL.* 2020. Canonsburg, PA, USA: Granta EduPack, Ansys Inc., 2020.

8.4.1 Konferenzbeiträge

Nachfolgend sind die Konferenzbeiträge aufgelistet, die während meiner Arbeit am Lehrstuhl für Hybride Werkstoffe am Institut für Materials Resource Management, der Universität Augsburg entstanden sind. Teilweise wurden gereviewte Proceedings verfasst, welche sich in den entsprechenden Konferenzbänden wiederfinden. Da es sich überwiegend um internationale Konferenzbeiträge handelt, sind alle Titel einheitlich auf Englisch angegeben.

[K1] J. Schukraft, C. Lohr und K. A. Weidenmann, “Mechanical characterization of an interpenetrating metal-matrix-composite based on highly homogeneous ceramic foams”, 4th International Conference on Hybrid Materials and Structures, Hybrid2020, 28.-29. April, 2020, Online, aufgrund der COVID-19 Pandemie.

[K2] J. Schukraft, C. Lohr und K. A. Weidenmann, “In-situ-mechanical testing of an interpenetrating metal matrix composite consisting of a slurry-based ceramic foam and an AlSi10Mg alloy”, ICCS23, 01.-04. September, 2020, Online, aufgrund der COVID-19 Pandemie.

[K3] J. Schukraft, “Mechanical Characterization of a MMC with an interpenetrating alumina reinforcement”, Working Group “Reinforcement of Ceramic Materials” of the German Materials Science Society (DGM) and German Ceramic Society (DKG): 02. Oktober, 2020, Online, aufgrund der COVID-19 Pandemie.

[K4] J. Schukraft, C. Lohr und K. A. Weidenmann, “Thermal and thermo-mechanical investigation of an interpenetrating metal-ceramic-composite”, ICCS24, June 14-16, 2021, Online, aufgrund der COVID-19 Pandemie.

[K5] P. Potstada, J. Schukraft, K.A. Weidenmann, “FDM-based ceramic preforms for tailored interpenetrating metal matrix composites”, 3. Fachtagung “Werkstoffe und Additive Fertigung”, 11.-13. Mai, 2022, Dresden, Deutschland.

[K6] J. Schukraft, C. Pieper, C. Lohr, K. A. Weidenmann, “Approaches on self-healing of an interpenetrating metal ceramic composite”, ECCM20, 26.-30. Juni, 2022, Lausanne, Schweiz.

[K7] J. Schukraft, P. C. Morbitzer, F. Siegmund, C. Lohr, K. A. Weidenmann, “In-situ-SEM investigation on the damage behavior of an interpenetrating metal ceramic composite”, ICCS25, 19.-21. Juli, 2022, Porto, Portugal.

[K8] D. Wegscheider, J. Schukraft, K. A. Weidenmann, “A metallographic preparation routine for an AlSi10Mg-Al_2O_3 interpenetrating composite”, Materialographie 2022, 21.-23. September, 2022, Saarbrücken, Deutschland.

[K9] J. Schukraft, C. Lohr, K. A. Weidenmann, “Thermal and mechanical characterization of an interpenetrating metal-ceramic composite”, Keramik2023: 98th Conference of the German Ceramic Society, 27.-30. März, 2023, Jena/Hermsdorf, Deutschland.

8.5 Angeleitete studentische Arbeiten

In diesem Unterkapitel sind die studentischen Arbeiten aufgelistet, die ich während meiner Arbeit am Lehrstuhl für Hybride Werkstoffe am Institut für Materials Resource Management, der Universität Augsburg angeleitet habe. Die Titel sind einheitlich auf Englisch angegeben.

[LP1] Siegmund, Frederik J., “Analysis of a new Metal Matrix Composite by Ultrasonic Phase Spectroscopy, Compression Testing and In-situ-Microscopy“, Laboratory Project, 15.09.2020

[LP2] Taylor, T. Nicole, „Properties Determination – Analysis of Different Measurement Methods of Metal Matrix Composites“, Laboratory Project, 07.10.2020.

[LP3] Pieper, Carolin, “Self-Healing in Metal Ceramic Composites”, Laboratory Project, 29.03.2021.

[LP4] Morbitzer, Philipp C., „Set-up and Performance of In-situ-SEM Compression Experiments on an Aluminum-Alumina Interpenetrating Composite“, Laboratory Project, 01.04.2022.

[LP5] Waseem, Talha, „Investigation of the Damage Behavior of Interpenetrating Metal Ceramic Composites”, Laboratory Project, 28.09.2022.

[BA1] Wegscheider, Daniel, "Effect of Thermal Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of an Interpenetrating Aluminum-Alumina Composite", Bachelorarbeit, 20.02.2021.

[BA2] Özcelik, Mert, "Characterization and Microstructure Analysis of a Foamed Alumina Ceramic as a Reinforcing Element in a Novel Interpenetrating Metal-Ceramic Composite", Bachelorarbeit, 14.05.2021.

[BA3] Cebulla, Florina, "Dimensioning and Performance of Tensile Tests on a Novel Interpenetrating Metal-Ceramic Composite ", Bachelorarbeit, 22.06.2021.

[BA4] Beck, Christian, “Machinability of Novel Interpenetrating Metal-Ceramic Composites”, Bachelorarbeit, laufend.

[MA1] Siegmund, Frederik J., "Thermal and Thermomechanical Studies on an Interpenetrating Aluminum-Alumina Composite", Masterarbeit, 02.09.2021.

[MA2] Taylor, T. Nicole, „Characterization by X-ray Computed Tomography of a Foamed Alumina Ceramic as a Reinforcing Element in a Novel Interpenetrating Metal-Ceramic Composite“, Masterarbeit, 13.09.2021.

[MA3] Pieper, Carolin, "Feasibility and Effectiveness of Self-Healing on Interpenetrating Metal-Ceramic Composites.", Masterarbeit, 21.03.2022.

[MA4] Morbitzer, Philipp C., „Set-Up and Performance of In-Situ-SEM Experiments on an Interpenetrating Aluminum-Alumina Composite“, Masterarbeit, 21.09.2022.

9 Anhang

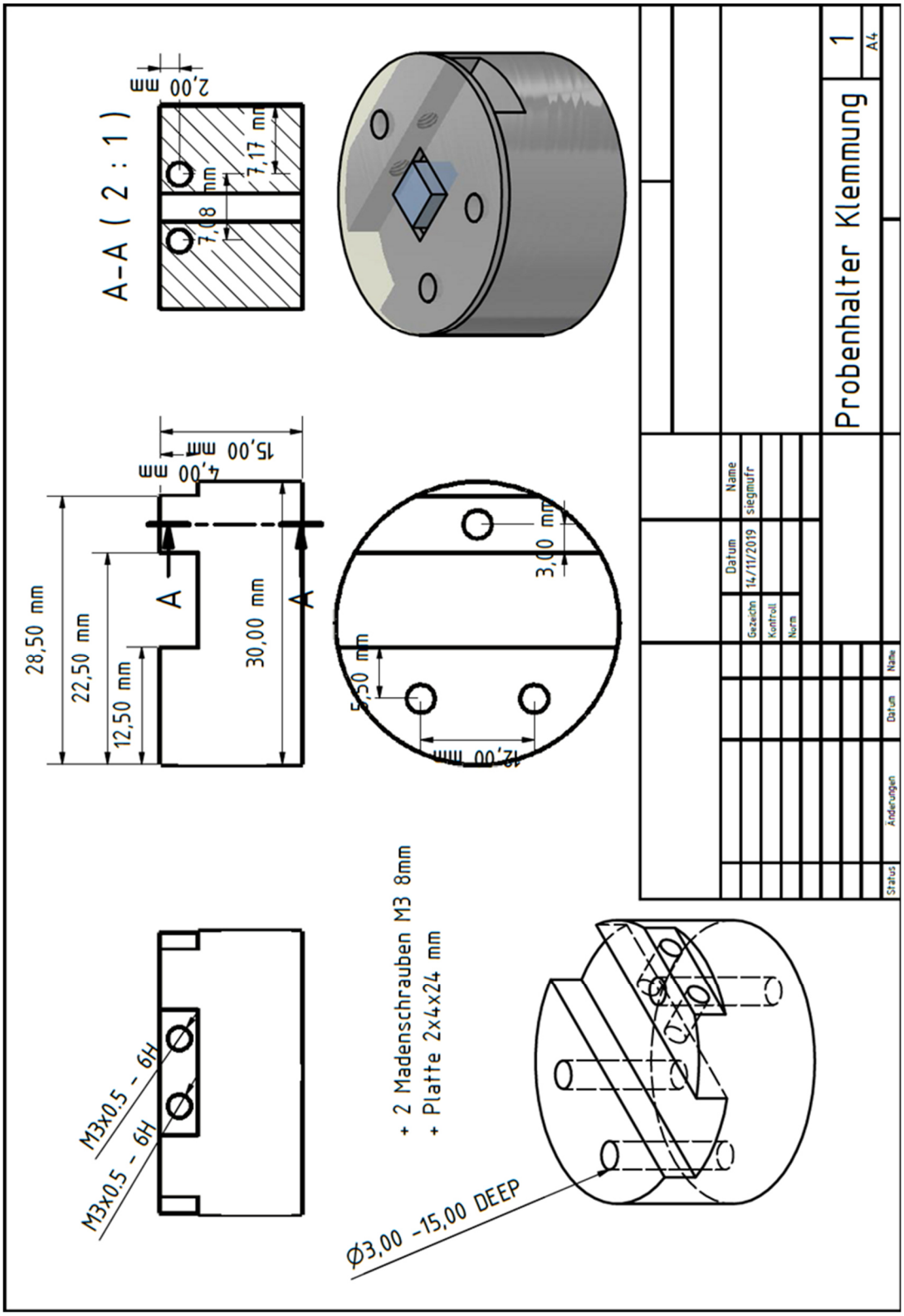


Abbildung 9.1 Probenklemmhalter zur automatisierten Probenpräparation mit Opferscheibe in einer Schleif-/Poliermaschine, ohne die Proben einbetten zu müssen und somit nach der Präparation mechanische Untersuchungen durchführen zu können. Nach [LP1].

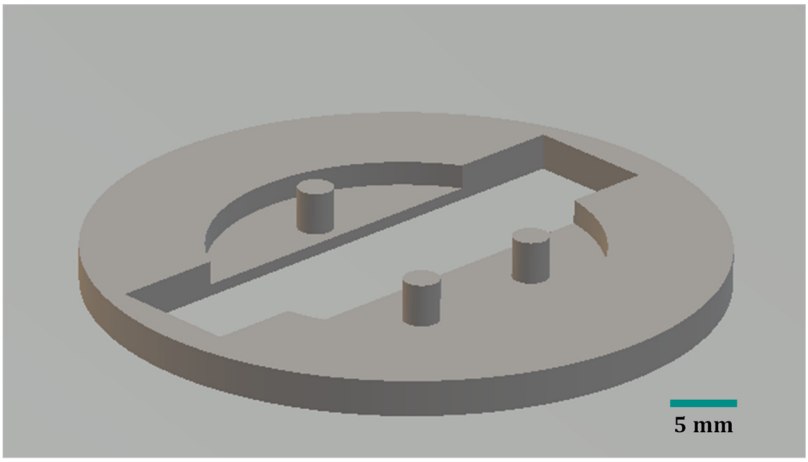


Abbildung 9.2 Opferscheibe für den automatischen Probenklemmhalter aus Abbildung 9.1 zum Schleifen und Polieren von Flachzugproben. Nach [MA3].

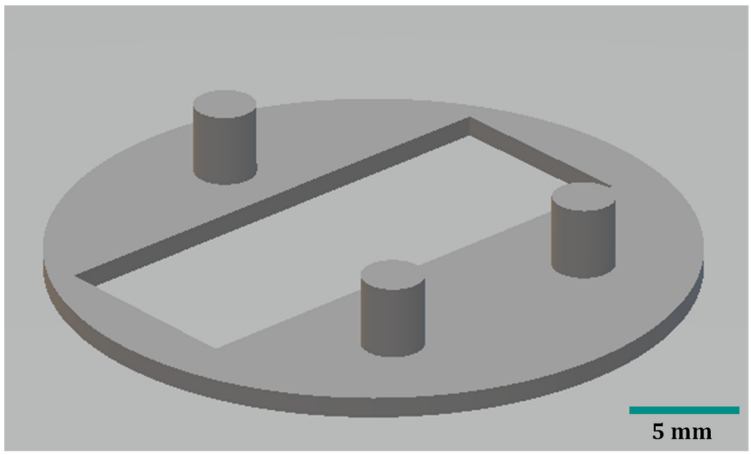


Abbildung 9.3 Opferscheibe für den automatischen Probenklemmhalter aus Abbildung 9.1 zum Schleifen und Polieren von Plättchen und quaderförmigen Proben. Nach [MA3].

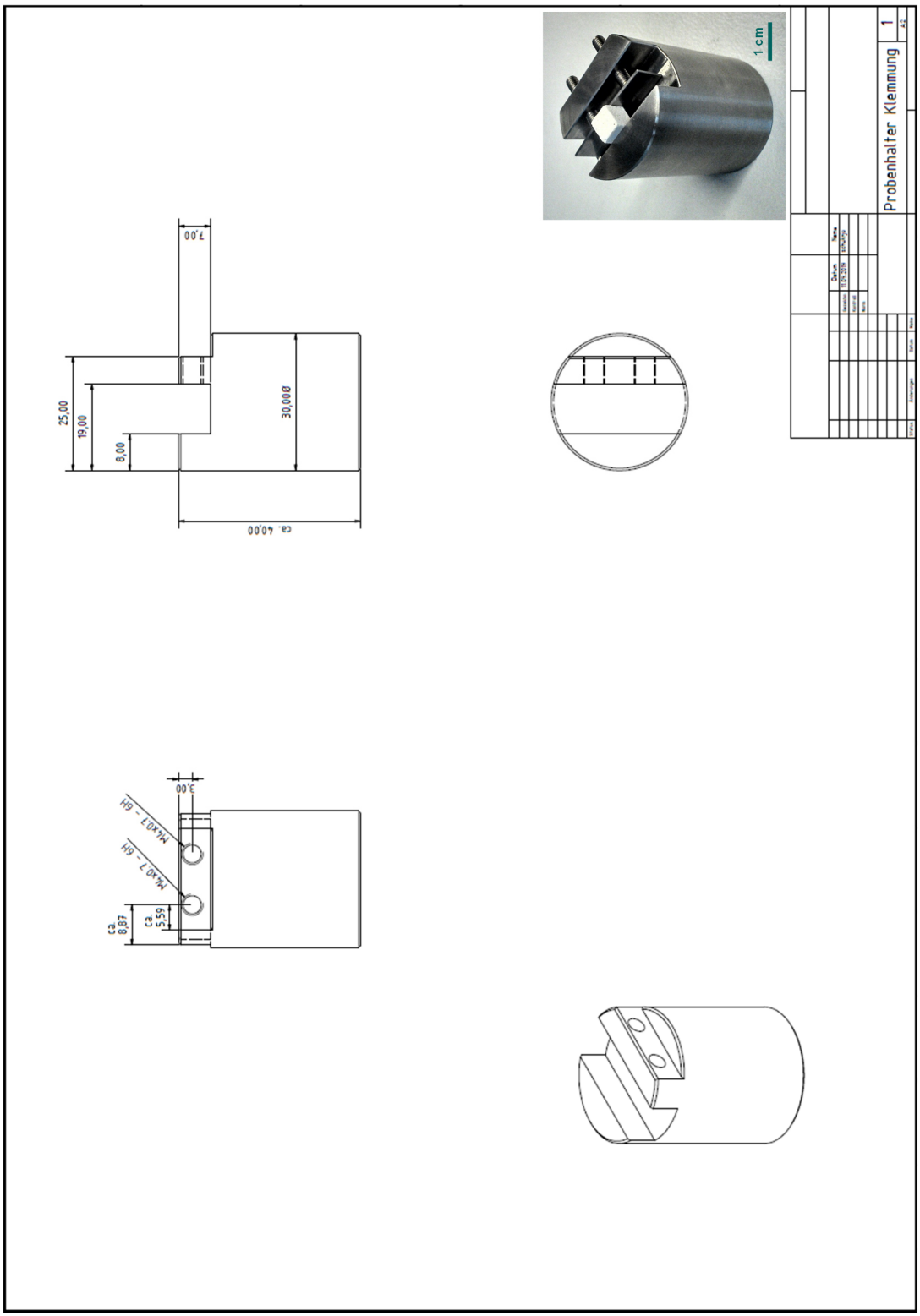


Abbildung 9.4 Einsatz für einen Handpräparationshalter (Manual specimen holder) mit einem Aufnahmedurchmesser von 30 mm. Zur Präparation von quader- und würfelförmigen Proben, sowie für weitere Einsätze.

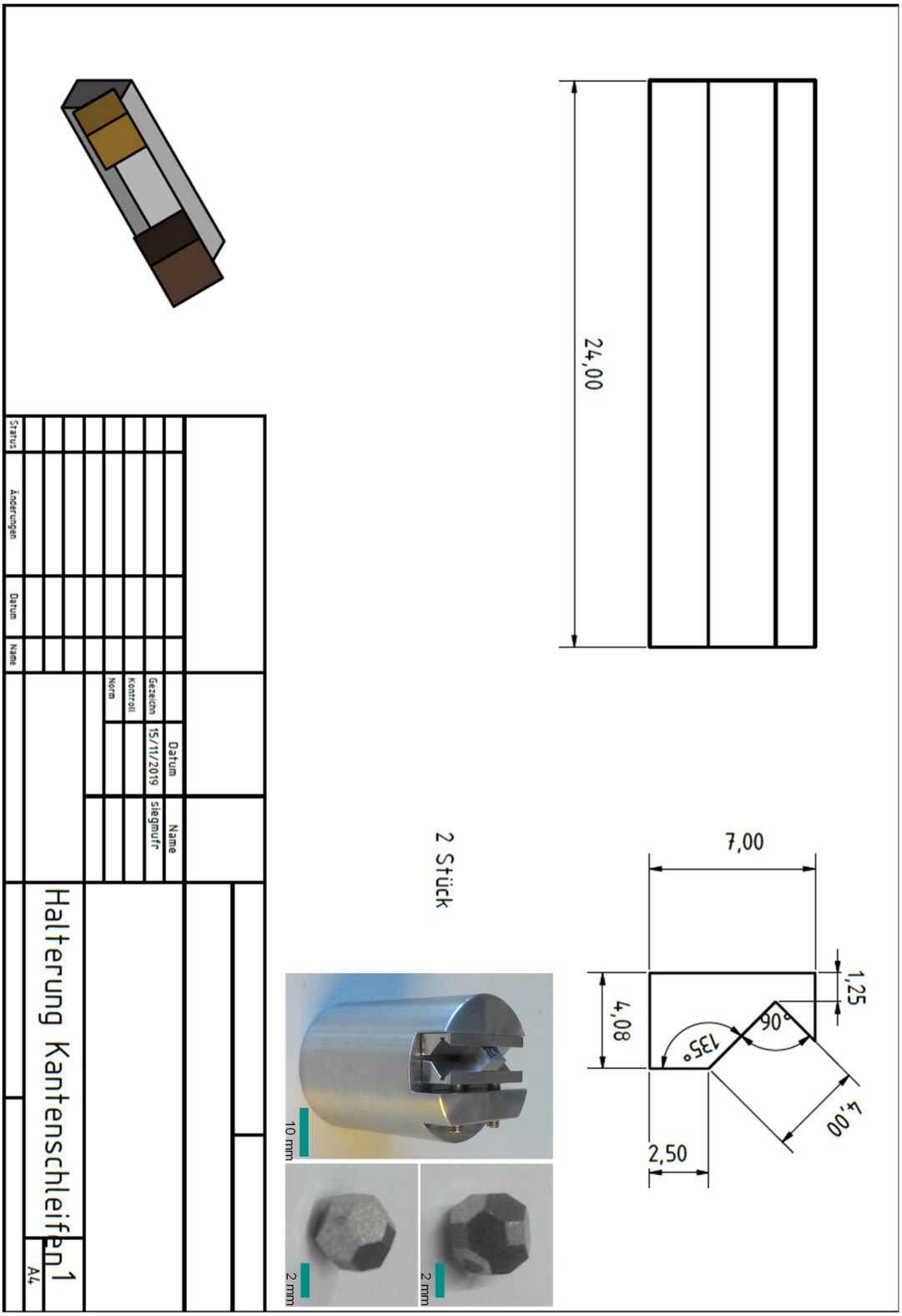


Abbildung 9.5 Vorrichtung zum Kantenschleifen von würfelförmigen Proben in einem 45°-Winkel zu den Würfelflächen im Handpräparationshalter aus Abbildung 9.4, nach [LP1].

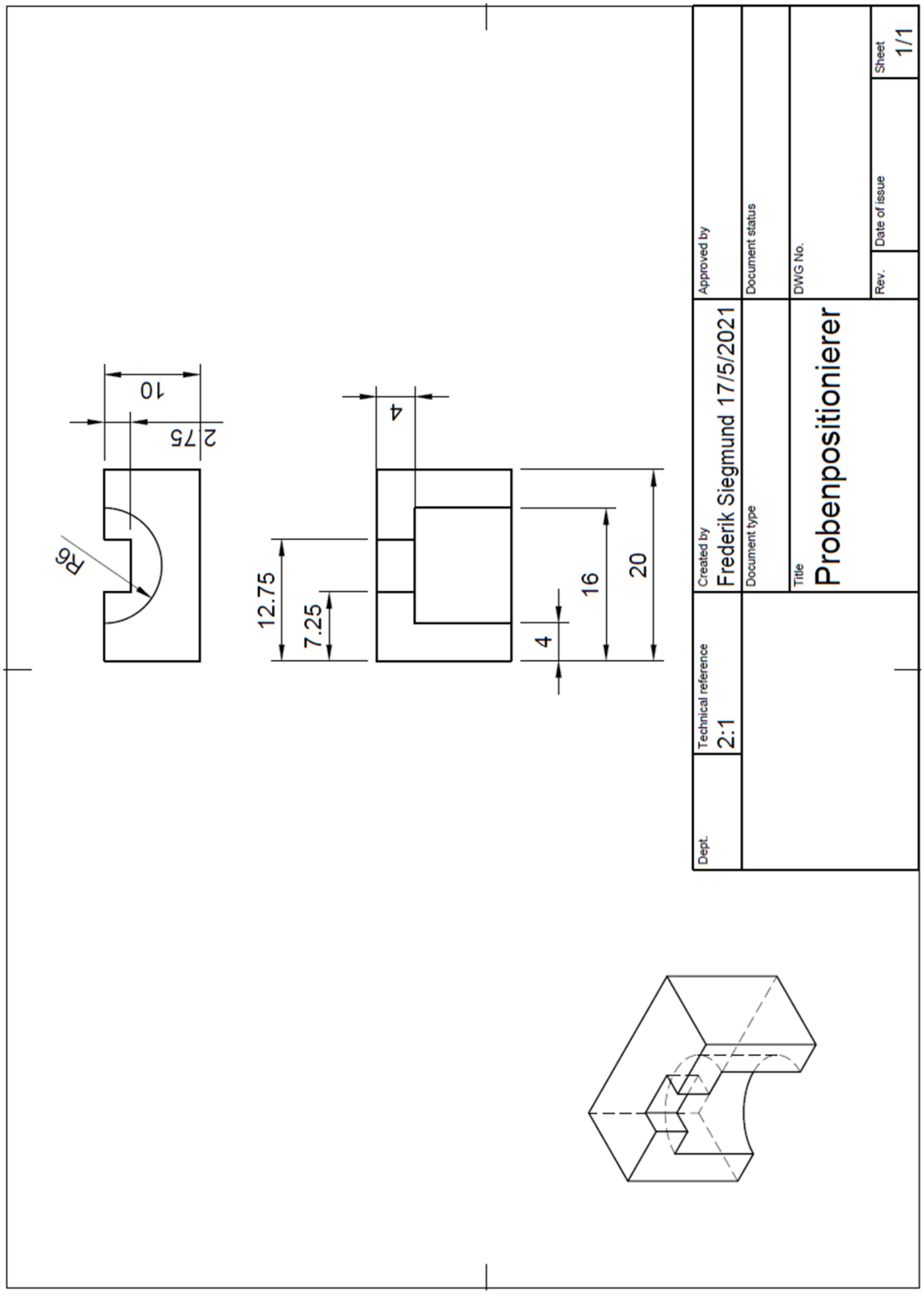


Abbildung 9.6 Positionierhilfe zum Ausrichten von Proben zwischen den Druckstempeln. Aus [MA1].

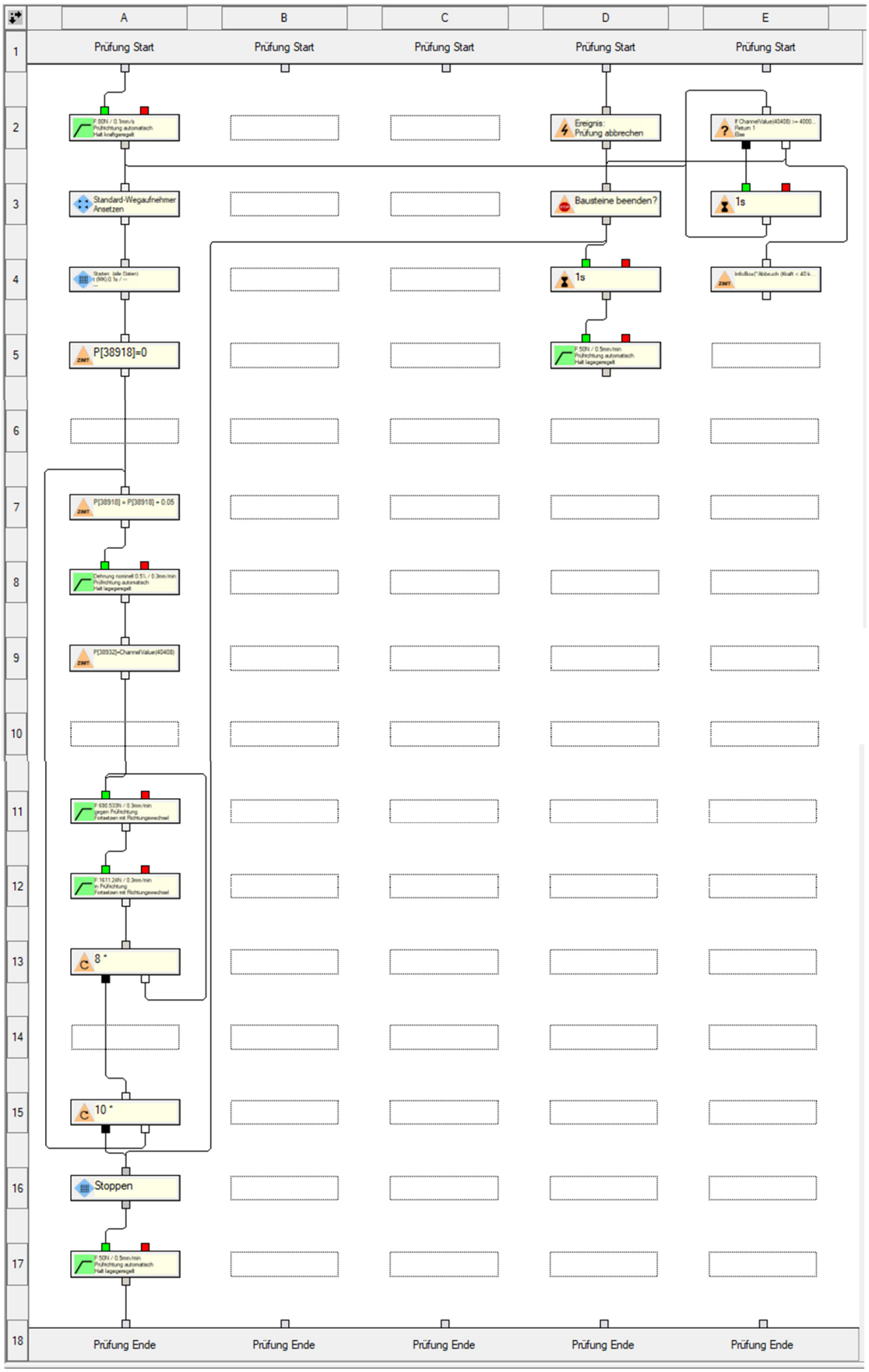


Abbildung 9.7 Schematischer Ablaufplan der freien Versuchsdefinition zur zyklischen Druckprüfung in der Software testXpertII der Firma Zwick&Roell, Ulm, Deutschland.

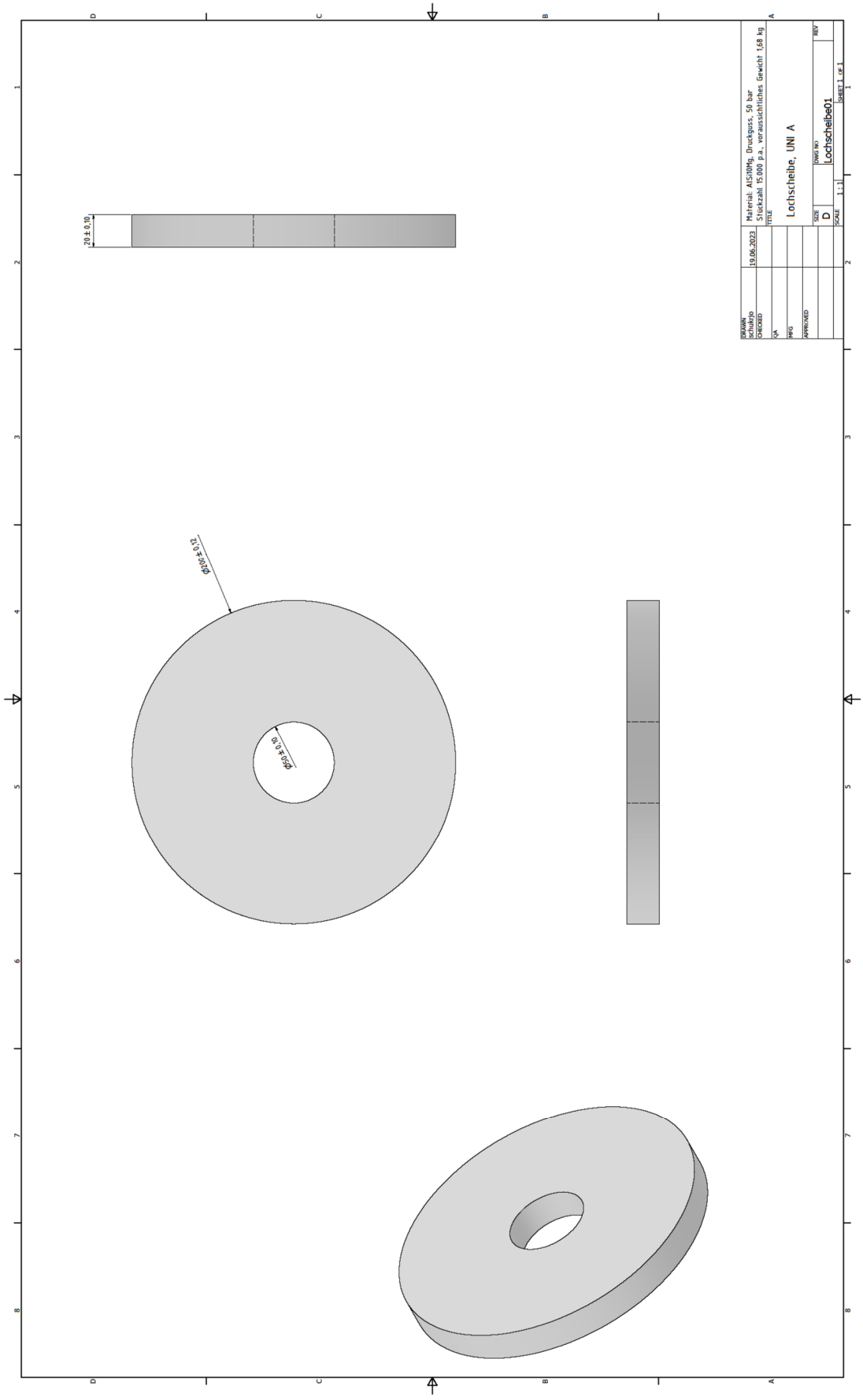


Abbildung 9.8 Technische Zeichnung einer Lochscheibe, für die zur Abschätzung der Fertigungskosten Anfragen zur Durchdringungsverbundherstellung mittels Aluminiumdruckguss durchgeführt wurden.