

Herstellung und Charakterisierung eines Durchdringungsverbundes basierend auf metallischem Glas Ni60Nb20Ta20

Kerstin Dittmann

Angaben zur Veröffentlichung / Publication details:

Dittmann, Kerstin. 2025. "Herstellung und Charakterisierung eines Durchdringungsverbundes basierend auf metallischem Glas Ni60Nb20Ta20." Augsburg: Universität Augsburg.

Nutzungsbedingungen / Terms of use:

licgercopyright

Dieses Dokument wird unter folgenden Bedingungen zur Verfügung gestellt: / This document is made available under these conditions:

Deutsches Urheberrecht

Weitere Informationen finden Sie unter: / For more information see:

<https://www.uni-augsburg.de/de/organisation/bibliothek/publizieren-zitieren-archivieren/publiz/>



**Herstellung und Charakterisierung eines
Durchdringungsverbundes basierend auf
metallischem Glas $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$**

Dissertation

Zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor der Ingenieurwissenschaften

Dr.-Ing.

eingereicht an der

Mathematisch-Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät

der Universität Augsburg

von

Kerstin Dittmann, M.Sc.

Augsburg, April 2025



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

Zweitgutachterin: Prof. Dr.-Ing. Anna Trauth

Tag der mündlichen Prüfung: 29.04.2025

Für Pünktchen

Danksagung

Die vorliegende Dissertation entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftliche Mitarbeiterin am Institut für Materials Resource Management (MRM) der Universität Augsburg. Die zugrunde liegenden Forschungsarbeiten wurden im Rahmen des DFG-Projekts WE 4273/19-1 zwischen Juli 2019 und Juni 2023 durchgeführt.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr.-Ing. Kay Weidenmann für die umfangreiche Betreuung, die anregenden Diskussionen zu wissenschaftlichen Fragestellungen sowie die Übernahme des Erstgutachtens dieser Dissertation. Besonders schätze ich seine stets offene Tür und die Bereitschaft, sich auch kurzfristig Zeit für meine Fragen und Herausforderungen zu nehmen.

Ein weiterer besonderer Dank gilt Frau Prof. Dr.-Ing. Anna Trauth für ihre wertvolle Unterstützung und Anregungen bei fachlichen Fragestellungen, sowie für die Übernahme des Zweitgutachtens. Durch ihre engagierte Betreuung während der gesamten Projektlaufzeit konnte ich nicht nur wissenschaftlich, sondern auch persönlich wertvolle Erkenntnisse gewinnen.

Des Weiteren möchte ich Kilian Renner, Moritz Belli, Johannes Miller, Stephan Pöppel und Lars Baier danken, die im Rahmen ihrer Bachelorarbeit zum Gelingen der vorliegenden Arbeit beigetragen haben.

Darüber hinaus danke ich allen Mitarbeitenden des Instituts für Materials Resource Management für ihre Unterstützung und die stets angenehme und kollegiale Atmosphäre. Besonders hervorheben möchte ich dabei meine Bürokollegen Philipp Lork und Joél Schukraft, die jederzeit für einen fachlichen oder persönlichen Austausch zur Verfügung standen und den Arbeitsalltag bereichert haben. Ein herzlicher Dank gilt Julia Reichmann und Christina Baumeister, deren Gesellschaft und Unterstützung die abendlichen Schreibsessions in der Endphase dieser Dissertation deutlich angenehmer gemacht haben. Mein besonderer Dank gilt auch Dr. Robert Horny und Stefan Schmitt, die mich mit ihrem Fachwissen bei der Durchführung meiner Forschungsarbeiten maßgeblich unterstützt haben. Darüber hinaus haben sie mit unermüdlicher Geduld dazu beigetragen, die experimentellen Untersuchungen erfolgreich umzusetzen.

Abschließend möchte ich mich bei meinen Freunden, meinen Geschwistern und meinen Eltern für ihre immerwährende Unterstützung während meines Studiums und der darauffolgenden Promotion bedanken. Sie haben immer an mich geglaubt, mich in stundenlangen Gesprächen ermutigt und in schwierigen Zeiten auf meine mentale und körperliche Gesundheit geachtet. Ohne Euch wären die letzten Jahre nicht möglich gewesen. Ebenso danke ich meiner Katze Pünktchen, die mir ihr ganzes Leben lang treu zur Seite stand und immer einen besonderen Platz in meinem Herzen einnehmen wird.

Kurzfassung

Metallische Gläser zeichnen sich durch ihre amorphe Struktur und herausragende mechanische Eigenschaften aus. Ihre geringe Duktilität begrenzt jedoch ihre Anwendung als monolithisches Strukturbauteil. Eine vielversprechende Alternative stellt ihre Integration als Verstärkungsphase in Metallmatrixverbundwerkstoffen dar. In dieser Arbeit wurde erstmals eine offenporige, mechanisch stabile Gitterstruktur aus dem metallischen Glas $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ mittels pulverbettbasiertem Laserstrahlschmelzen hergestellt und mit einer eutektischen Aluminiumgusslegierung (AlSi12) infiltriert, um einen Durchdringungsverbund zu erzeugen. In beiden Prozessschritten konnte die amorphe Struktur des metallischen Glases weitgehend erhalten werden. Die $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform weist eine anisotrope Geometrie in und quer zur Aufbaurichtung auf, was sich in den Ergebnissen der mikrostrukturellen, thermischen und mechanischen Charakterisierung widerspiegelt. Insbesondere die thermische Ausdehnung und die mechanische Druckfestigkeit wird von der anisotropen Preform geprägt. So erzielt der Verbund in Aufbaurichtung eine deutlich höhere thermische Ausdehnung als quer dazu. Ebenso erreicht der Verbund in Aufbaurichtung eine höhere mechanische Druckfestigkeit als quer zur Aufbaurichtung. Dies geht mit einem anisotropen Schädigungsverhalten einher. Das Versagensverhalten in der Verbundprobe entlang der Aufbaurichtung wird von Schubspannungen dominiert und resultiert in einem Abscheren der gesamten Probe. Quer zur Aufbaurichtung wird das Versagensverhalten von Normalspannungen dominiert und resultiert in einem Ausbauchen der Verbundprobe. Die TEM-Ergebnisse in Korrelation mit in-situ-Untersuchungen zeigen, dass aufgrund der mechanischen Verzahnung sowie der Schrumpfung der Aluminiumschmelze nach der Infiltration ein guter Grenzflächenverbund erzielt werden konnte. Die experimentellen Ergebnisse konnten mit analytischen Modellen zum thermischen Ausdehnungsverhalten und den elastischen Kennwerten sowie einem FE-Modell validiert werden. Durch die durchgeführten Arbeiten konnte ein ganzheitliches Materialverständnis für die $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ Preform aus metallischem Glas und den Durchdringungsverbund erreicht werden.

Abstract

Metallic glasses have an amorphous atomic structure and exhibit exceptional mechanical properties. However, metallic glasses are also prone to brittle fracture, making them difficult to use as monolithic structural components and might better be used as a reinforcement phase in hybrid composite materials such as metal matrix composites. In this work, an open-porous lattice structure was manufactured from metallic glass powder ($\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$) by laser powder bed fusion and subsequently infiltrated with an eutectic aluminum alloy (AlSi12) to create an interpenetrating composite. In both process steps, the amorphous structure of the metallic glass was largely retained. The $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -preform has an anisotropic geometry in and transversely to build direction, which is reflected in the results of the microstructural, thermal and mechanical characterization of the composite. In particular, the thermal expansion and the mechanical compressive strength are influenced by the anisotropic preform. Thus, the composite material achieves a significantly higher thermal expansion in than transversely to build direction. Likewise, the composite material achieves a higher mechanical compressive strength in than transversely to build direction. This is accompanied by an anisotropic failure behavior. The failure behavior in build direction is dominated by shear stress resulting in shearing of the whole sample. The failure behavior transversely to build direction is dominated by normal stress resulting in buckling of the sample in the end of experiment. The STEM results in correlation with in-situ investigations show a good interfacial bonding could be achieved based on mechanical interlocking due to the roughness of the interface as well as due to the shrinkage of the aluminum melt after infiltration. The experimental results were validated using analytical models of the thermal expansion behavior and the elastic properties, as well as an FE-model. In this work a complete understanding of the metallic glass $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -preform and the interpenetrating composite has been achieved.

Abkürzungen

BMG	Massivgläser (engl.: Bulk Metallic glasses)
CPS	Zählungen pro Sekunde (engl.: count per seconds)
CSRO	Zusammensetzungsbezogene Nahordnung (engl.: chemical short-range order)
CTE	Thermischer Ausdehnungskoeffizient (engl.: coefficient of thermal expansion)
DED	Gerichtete Energieabscheidung (engl.: direct energy deposition)
DSC	Dynamische Differenzkalorimetrie (engl.: differential scanning calorimetry)
EDX	Energiedispersive Röntgenspektalanalyse (engl.: energy dispersive X-ray spectroscopy)
EPMA	Elektronenstrahlmikroanalyse (engl.: electron probe micro analysis)
ETD	Everhart-Thornley-Detektor
FFF	Schmelzschichtverfahren (engl.: fused filament fabrication)
FIB	Fokussierter Ionenstrahl (engl.: focused ion beam)
GFA	Glasbildungsfähigkeit (engl.: glas-forming ability)
HAADF	Dunkelfeld Detektor (engl.: high-angle annular dark field)
HAZ	Wärmeeinflusszonen (engl.: heat affected zone)
HF	Hellfeld Detektor
HPDC	Druckguss (engl.: high-pressure die casting)
LFA	Laser Flash Analyse
LFP	Laser Foil Printing
LOF	Fehlende Verschmelzung (engl.: lack of fusion)
LPBF	Pulverbettbasiertes Laserstrahlschmelzen (engl.: laser powder-bed fusion)
LPDC	Niederdruckguss (engl.: low-pressure die casting)
MMC	Metallmatrixverbundwerkstoffe (engl.: metal matrix composite)
REM	Rasterelektronenmikroskop
ROM	Lineare Mischungsregel (engl. rule of mixture)
RSP	Verfahren zur Rascherstarrung (engl.: rapid solidification process)

SDD	Silicon-Drift-Detektor
SLM	Selektives Laserschmelzen (engl.: selective laser melting)
SPS	Spark Plasma Sintering
STEM	Rastertransmissionselektronenmikroskopie (engl.: scanning transmission electron microscope)
TEM	Transmissionselektronenmikroskop (engl.: transmission electron microscope)
TSRO	Topologiebezogene Nahordnung (engl.: topological short-range order)
UAM	Ultraschallgestützte additive Fertigung (engl.: ultrasonic additive manufacturing)
UPS	Ultraschallphasenspektroskopie (engl.: ultrasound phase spectroscopy)
VED	Volumenenergiedichte (engl.: volume energy density)
XRD	Röntgendiffraktometrie (engl.: X-ray diffraction)

Symbole und Formelzeichen

T_m	Schmelztemperatur
T_g	Glasübergangstemperatur
T_x	Kristallisationstemperatur
ΔT_x	Temperaturbereich der unterkühlten Schmelze
T_{rg}	Reduzierte Glasübergangstemperatur
T_l	Liquidustemperatur
R_c	Kritische Abkühlrate
γ	Dimensionsloser Parameter für die Berechnung der kritischen Abkühlrate und kritischen Dicke
Z_c	Kritische Dicke
α	Thermischer Ausdehnungskoeffizient
E	E-Modul
R	Gaskonstante
ϵ_E	Elastische Dehnung
RT	Raumtemperatur
V	Volumen
P	Laserleistung
v	Scangeschwindigkeit
h	Schraffurdistanz
t	Schichtdicke
E_c	E-Modul des Verbundes
V_r	Verstärkungsvolumenanteil
E_m	E-Modul der Matrix
E_r	E-Modul des Verstärkungsmaterials
$E_{c,Reuss}$	E-Modul des Verbundes, berechnet mittels Reuss-Modell
$E_{c,Voigt}$	E-Modul des Verbundes, berechnet mittels Voigt-Modell
K_c	Kompressionsmodul des Verbundes
K_r	Kompressionsmodul des Verstärkungsmaterials

K_m	Kompressionsmodul der Matrix
$K_{c,oben}$	Obere Grenze des Kompressionsmoduls des Verbundes
$K_{c,unten}$	Untere Grenze des Kompressionsmoduls des Verbundes
G_c	Schubmodul des Verbundes
G_r	Schubmodul des Verstärkungsmaterials
G_m	Schubmodul der Matrix
$G_{c,oben}$	Obere Grenze des Schubmoduls des Verbundes
$G_{c,unten}$	Untere Grenze des Schubmoduls des Verbundes
$E_{c,oben}$	Obere Grenze des E-Moduls des Verbundes
$E_{c,unten}$	Untere Grenze des E-Moduls des Verbundes
c	Parameter für die Berechnung des E-Moduls nach dem Ravichandran- und Tuchinskii-Modell
f_1	Phase 1 des Tuchinskii-Modells
f_2	Phase 2 des Tuchinskii-Modells
α_c	Thermischer Ausdehnungskoeffizient des Verbundes
α_r	Thermischer Ausdehnungskoeffizient des Verstärkungsmaterials
α_m	Thermischer Ausdehnungskoeffizient der Matrix
$\alpha_{c,oben}$	Obere Grenze des thermischen Ausdehnungskoeffizienten des Verbundes
$\alpha_{c,unten}$	Untere Grenze des thermischen Ausdehnungskoeffizienten des Verbundes
$\alpha_{c,entlang}$	Thermischer Ausdehnungskoeffizient entlang der Plättchenorientierung im Wakashima-Modell
$\alpha_{c,senkrecht}$	Thermischer Ausdehnungskoeffizient senkrecht zur Plättchenorientierung im Wakashima-Modell
r	Atomradius
H	Mischungsenthalpie
T_P	Prozesstemperatur
ρ	Dichte
m_L	Masse der Probe an der Luft
m_W	Masse der Probe im destillierten Wasser
ρ_W	Dichte des Wassers

L_0	Ausgangslänge der Probe zu Versuchsbeginn
δL	Gemessene Längenänderung
δT	Temperaturänderung
p	Druck
a	Temperaturleitfähigkeit
c_p	Spezifischen Wärmekapazität
λ	Wärmeleitfähigkeit
S	Entlastungssteifigkeit
F	Kraft
h	Eindringtiefe
h_f	Eindringtiefe nach Entlastung
h_c	Tiefe des Kontakts des Eindringkörpers mit der Probe bei F_{\max}
h_{\max}	Maximale Eindringtiefe bei F_{\max}
F_{\max}	Maximal aufgebrachte Kraft
$A_c(h_c)$	Projizierte Kontaktfläche des Eindringkörpers beim Abstand h_c von der Spitze
E_{red}	Reduzierter E-Modul
E_I	E-Modul Indenter
ν_I	Poissonzahl Indenter
ν	Poissonzahl
$c_{i,j}$	Ausbreitungsgeschwindigkeit der Ultraschallwellen
L	Probenlänge
Φ	Phasenverlauf
f	Frequenz
C_{ii}	Elastische Konstanten
D	Schädigungsparameter
σ	Spannung
σ_{nom}	Nominelle Spannung
ε	Dehnung
ε_{nom}	Nominelle Dehnung

T_R	Relaxationstemperatur
HV_{IT}	Eindringhärte Nanoindentation
R_m	Druckfestigkeit
ϵ_t	Totalstauchung bei Druckfestigkeit R_m
$R_{p0,2}$	0,2%-Stauchgrenze unter Druckspannungen
E^*	E-Modul einer zellularen Struktur
E_s	E-Modul des Vollmaterials
ρ^*	Dichte der zellularen Struktur
ρ_s	Dichte des Vollmaterials
C	Koeffizient in Abhängigkeit der Geometrie der Elementarzelle
n	Exponent in Abhängigkeit der Geometrie der Elementarzelle
\bar{x}	mittlerer Diffusionsweg
D	Diffusionskoeffizient
t	Haltezeit

Inhaltsverzeichnis

Kurzfassung	vii
Abstract	viii
Abkürzungen	ix
Symbole und Formelzeichen	xi
Inhaltsverzeichnis	xv
1 Einleitung	1
1.1 Motivation und Zielsetzung	1
1.2 Aufbau der Arbeit	3
2 Stand der Forschung	5
2.1 Einführung in metallische Gläser	6
2.1.1 Grundlagen der Glasbildungsfähigkeit	7
2.1.2 Herstellungsverfahren von metallischen Gläsern	12
2.1.3 Eigenschaften metallischer Gläser	14
2.2 Einführung in Metallmatrixverbundwerkstoffe	20
2.2.1 Herstellung von Metallmatrixverbundwerkstoffen mit metallischem Glas als Verstärkungsphase	22
2.2.2 Eigenschaften von Metallmatrixverbundwerkstoffen mit metallischem Glas als Verstärkungsphase	24
2.2.3 Analytische Modellierung	28
2.3 Ableitung wissenschaftlicher Fragestellungen	35

3	Material und Verbundherstellung	37
3.1	Verstärkungsmaterial metallisches Glas	38
3.2	Herstellung der Preform	41
3.3	Matrixmaterial	46
3.4	Herstellung des Verbundwerkstoffs	47
4	Methoden der experimentellen Charakterisierung	51
4.1	Charakterisierung der Mikrostruktur	52
4.1.1	Röntgendiffraktometrie	52
4.1.2	Gaspyknometrie und Archimedes	52
4.1.3	Mikroskopie und Elementanalyse	53
4.1.4	Transmissionselektronenmikroskopie	54
4.2	Charakterisierung der thermischen Eigenschaften	55
4.2.1	Dynamische Differenzkalorimetrie	55
4.2.2	Dilatometrie	56
4.2.3	Laser Flash Analyse	58
4.3	Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften	59
4.3.1	Nanoindentation	59
4.3.2	Ultraschallphasenspektroskopie	60
4.3.3	Härtemessungen	63
4.3.4	Mechanische Druckversuche	64
4.4	Charakterisierung des Schädigungsverhaltens	68
5	Numerische Modellierung	71
5.1	Modellerstellung der Matrix	72
5.2	Modellerstellung der Preform	74

5.3	Modellerstellung des Verbundes	75
6	Ergebnisse der experimentellen und numerischen Charakterisierung	77
6.1	Mikrostrukturelle Eigenschaften	78
6.1.1	Dichte und Verstärkungsvolumenanteil	78
6.1.2	Mikrostruktur des Verbundes	78
6.1.3	Grenzflächenaufbau	83
6.2	Thermische Eigenschaften	86
6.2.1	Ergebnisse der dynamischen Differenzkalorimetrie	86
6.2.2	Thermische Ausdehnung	89
6.2.3	Thermische Schädigungen im Verbund	95
6.2.4	Wärmekapazität	97
6.2.5	Wärmeleitfähigkeit	99
6.3	Mechanische Eigenschaften	100
6.3.1	Härte	100
6.3.2	Elastische Eigenschaften	102
6.3.3	Elastisch-plastische Eigenschaften	104
6.4	Schädigungsverhalten	122
7	Diskussion	129
7.1	Diskussion der Preform- und Verbundherstellung	130
7.1.1	Herstellungsprozess der Preform	130
7.1.2	Herstellungsprozess des Verbundes	134
7.2	Diskussion der mikrostrukturellen Eigenschaften	137
7.2.1	Dichte der Preform und des Verbundes	137
7.2.2	Einfluss des Herstellungsprozesses auf die Mikrostruktur	138

7.2.3	Grenzfläche zwischen dem metallischen Glas und der Matrix	144
7.3	Diskussion der thermischen Eigenschaften	146
7.3.1	Diskussion der dynamischen Differenzkalorimetrie	146
7.3.2	Thermische Ausdehnung und thermischer Ausdehnungskoeffizient	148
7.3.3	Schädigung durch thermische Beanspruchung	157
7.3.4	Wärmekapazität und Wärmeleitfähigkeit	161
7.4	Diskussion der mechanischen Eigenschaften	162
7.4.1	Härte und elastische Eigenschaften des metallischen Glases	162
7.4.2	Elastische Eigenschaften des Verbundes	163
7.4.3	Elastisch-plastische Eigenschaften der Preform	166
7.4.4	Elastisch-plastische Eigenschaften des Verbundes	169
7.5	Diskussion des Schädigungsverhaltens	175
7.5.1	Schädigungsverhalten des Verbundes unter Druckspannung	175
7.5.2	Korrelation zwischen Grenzflächenaufbau und Schädigungsverhalten	179
8	Zusammenfassung	183
	Literaturverzeichnis	189
	Angeleitete Abschlussarbeiten	212
	Abbildungsverzeichnis	213
	Tabellenverzeichnis	222
	Anhang	223

1 Einleitung

1.1 Motivation und Zielsetzung

Metallische Gläser sind eine noch relativ junge, aber einzigartige Werkstoffklasse, die sich durch ihre amorphe, nichtkristalline Struktur auszeichnet. Ihre amorphe Struktur verleiht ihnen außergewöhnliche Eigenschaften wie hohe Festigkeit, Härte, Korrosionsbeständigkeit und ein hohes elastisches Dehnungsvermögen, wodurch sie ein großes Potenzial zur elastischen Energiespeicherung besitzen [1–3]. Im Gegensatz zu kristallinen Metallen, deren mechanisches Verhalten von Versetzungen dominiert wird, weisen metallische Gläser keine regelmäßige Struktur und in Folge keine solchen Gitterdefekte auf, was zu ihrer hohen theoretischen Festigkeit führt. Dies geht jedoch mit einer geringen Duktilität einher, die metallische Gläser anfällig für sprödes Versagen macht und ihren Einsatz als monolithische Strukturbauteile einschränkt [4].

Um diese Einschränkungen zu überwinden, werden zunehmend metallische Gläser in Metallmatrixverbundwerkstoffen eingesetzt. Diese kombinieren eine metallische Matrix mit einer zweiten Phase und ermöglichen so die Optimierung mechanischer Eigenschaften wie spezifische Steifigkeit, Kriech- und Ermüdungsverhalten. Diese Phase kann in Form von Partikeln, Fasern oder als dreidimensionale, interpenetrierende Struktur vorliegen [5, 6]. Die Integration von metallischen Gläsern als Verstärkungsphase in Metallmatrixverbundwerkstoffen bietet vielversprechende Vorteile. Mehrere Studien haben gezeigt, dass Metallmatrixverbundwerkstoffe mit metallischen Gläsern eine signifikante Erhöhung der Festigkeit und des Elastizitätsmoduls der Matrix aufweisen, während die Fähigkeit zur plastischen Verformung unter Druckbelastung erhalten bleibt [7–10]. Ein weiterer Vorteil ist, dass durch den metallischen Charakter beider Phasen eine potenziell bessere Grenzflächenanbindung, als bei keramisch verstärkten Metallmatrixverbundwerkstoffen, erreicht werden kann [11]. Eine technologische Herausforderung stellt jedoch der Herstellungsprozess dar. Um die amorphen Eigenschaften der metallischen Gläser zu erhalten, muss die Prozesstemperatur bei der Herstellung des Verbundes unterhalb der Kristallisationstemperatur liegen.

Aus diesem Grund werden Metallmatrixverbundwerkstoffe mit metallischem Glas häufig pulvermetallurgisch hergestellt. Dabei wird pulverförmiges metallisches Glas in Kombination mit der Matrix durch Heißpressen gesintert [8, 12, 13]. Neben der pulvermetallurgischen Herstellung gibt es bereits Untersuchungen zur Herstellung durch Gasdruckinfiltration [9]. Auch mit metallischem Glas verstärkte Durchdringungsverbunde wurden in mehreren Studien hergestellt und untersucht [14, 15]. Bisher wurden jedoch nur Metallmatrixschäume mit metallischem Glas infiltriert und nicht umgekehrt ein metallischer Glasschaum mit Metallmatrix. Die Infiltration von Metallmatrixschäumen mit metallischem Glas erfordert, dass die Matrix eine deutlich höhere Schmelztemperatur als das metallische Glas aufweist. Daher sind Leichtmetallwerkstoffe wie Aluminium und Magnesium für dieses Verfahren nicht geeignet, da die meisten metallischen Gläser eine höhere Schmelztemperatur haben. In diesem Fall müsste der Schaum aus metallischem Glas vorgelegt werden. Dies setzt eine entsprechend hohe Kristallisationstemperatur des metallischen Glases voraus.

Die aktuelle Forschung konzentriert sich zunehmend auf die additive Fertigung, insbesondere das pulverbettbasierte Laserstrahlschmelzen, als Methode zur Herstellung von metallischen Gläsern mit komplexen Geometrien. Dieses Verfahren ermöglicht die Erzeugung amorpher Strukturen durch hohe lokale Abkühlraten. Gleichzeitig erlaubt die additive Fertigung eine gezielte Steuerung von Porosität und Geometrie, was sie zu einem idealen Fertigungsverfahren für die Herstellung von offenporigem Schaum aus metallischem Glas macht.

Im Rahmen dieser Arbeit soll zunächst ein offenporiger Schaum aus metallischem Glas mit der Legierung $\text{Ni}_{60}\text{N}_{20}\text{Ta}_{20}$ durch pulverbettbasiertes Laserstrahlschmelzen hergestellt werden. Anschließend soll dieser mit einer eutektischen Aluminiumgusslegierung infiltriert werden, um einen interpenetrierenden Metallmatrixverbundwerkstoff herzustellen. Bisher wurden noch keine interpenetrierenden Verbundwerkstoffe auf Basis von metallischem Glas auf diese Weise hergestellt, so dass die Machbarkeit der Verbundherstellung im Vordergrund steht. Anschließend soll eine umfassende Charakterisierung der strukturellen, mechanischen und thermischen Eigenschaften des hergestellten Verbundes erfolgen.

Dadurch wird ein umfassendes Verständnis der Prozess-Struktur-Eigenschafts-Beziehungen erreicht. Darüber hinaus soll die Erstellung einer mikrostrukturbasierten Finite-Elemente-Modellierung in Ergänzung zu analytischen Modellen des thermischen Ausdehnungsverhaltens und der elastischen Kennwerte zu einem vertieften Materialverständnis beitragen. Ziel ist es, ein ganzheitliches Werkstoffverständnis für schmelzmetallurgisch hergestellte, interpenetrierende Metallmatrixverbundwerkstoffe auf Basis metallischer Gläser zu erlangen.

1.2 Aufbau der Arbeit

Die vorliegende Arbeit ist in acht Hauptkapitel gegliedert, in denen die in Kapitel 1 vorgestellte Thematik behandelt wird. Kapitel 2 befasst sich mit dem Stand der Forschung, beginnend mit einer Einführung in metallische Gläser, gefolgt von einer Einführung in Metallmatrixverbundwerkstoffe. Abschließend werden die wissenschaftlichen Fragestellungen abgeleitet. Kapitel 3 beschreibt die Herstellung des Verbundwerkstoffes. Neben der Vorstellung der verwendeten Werkstoffe werden die Herstellungsverfahren der Preform und des Verbundes erläutert. Im anschließenden Kapitel 4 werden alle für die Charakterisierung notwendigen experimentellen Charakterisierungsmethoden und in Kapitel 5 die numerische Modellierung vorgestellt. Die Ergebnisse der experimentellen und numerischen Charakterisierung werden in Kapitel 6 dargestellt und in Kapitel 7 diskutiert. Die Herstellung der Preform und des Verbundes, sowie deren Eigenschaften und das Schädigungsverhalten werden ausführlich interpretiert und im Kontext der Literatur bewertet. Abschließend werden in Kapitel 8 die wesentlichen Ergebnisse im Kontext der wissenschaftlichen Fragestellung zusammengefasst.

2 Stand der Forschung

Das folgende Kapitel befasst sich mit dem aktuellen Stand der Forschung zu den für diese Arbeit relevanten Themen. Dazu gehören die Grundlagen der metallischen Gläser (Kapitel 2.1), die einen Überblick über deren besondere Eigenschaften sowie deren Herstellungsverfahren geben sollen. Des Weiteren wird auf die strukturellen, thermischen und mechanischen Eigenschaften von metallischen Gläsern sowie auf den Einfluss der Herstellung mittels pulverbettbasiertem Laserstrahlschmelzen eingegangen. Darüber hinaus wird die Werkstoffgruppe der Metallmatrixverbundwerkstoffe vorgestellt (Kapitel 2.2), insbesondere solche mit metallischem Glas als Verstärkungsphase. Es wird ein Überblick über die mechanischen und thermischen Eigenschaften gegeben und die in dieser Arbeit verwendeten mikro- und thermomechanischen Modelle vorgestellt. Abschließend werden die sich daraus ergebenden wissenschaftlichen Fragestellungen abgeleitet (Kapitel 2.3).

2.1 Einführung in metallische Gläser

Metallische Gläser unterscheiden sich von kristallinen Metallen durch ihre atomare Struktur. Kristalline Metalle besitzen eine geordnete, dreidimensionale Gitterstruktur, die durch eine regelmäßige Fernordnung der Atome gekennzeichnet ist, wie in Abbildung 2.1 (a) schematisch dargestellt. Diese Anordnung wird durch das Konzept des Bravais-Gitters beschrieben, dieses erfordert, dass gleiche Atome identische nächste Nachbarn haben. Durch die geordnete Struktur ergibt sich eine definierte Koordinationszahl und feste Abstände zwischen den Atomen, die als Einheitszelle beschrieben werden können [1, 5]. In metallischen Gläsern fehlt diese regelmäßige Fernordnung. Ihre atomare Struktur ist amorph, was bedeutet, dass die Atome in einer ungeordneten Anordnung vorliegen, die einer eingefrorenen Flüssigkeit ähnelt (vgl. Abbildung 2.1 (b)). Die amorphe Struktur metallischer Gläser entsteht durch ein schnelles Abkühlen der Schmelze, wobei die Atome in einem metastabilen Zustand erstarren. Dieser Prozess verhindert die Keimbildung als Grundvoraussetzung für das Kristallwachstum, in Folge bleibt die ungeordnete Anordnung der Atome erhalten. Diese Unterschiede in der atomaren Struktur führen zu deutlich unterschiedlichen mechanischen und thermischen Eigenschaften [1, 16, 17].

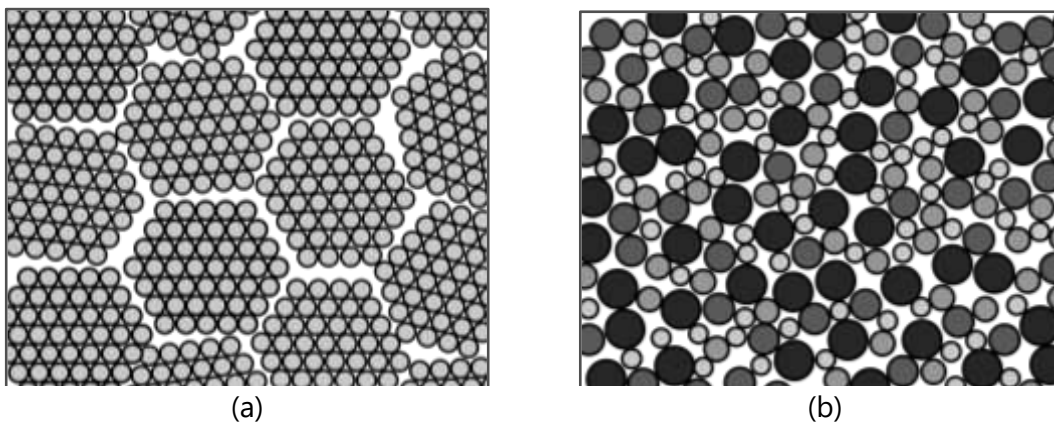


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung der Atomstruktur in (a) kristallinen und (b) amorphen Metallen nach [18].

Der Begriff „amorph“ ist ein genereller Überbegriff für Festkörper ohne Periodizität und umfasst auch Polymere, bei denen die Unordnung vor allem auf die Komplexität der Makromoleküle zurückzuführen ist. Der Ausdruck „Glas“ wird für amorphe Festkörper verwendet, die durch Unterkühlen der Schmelze und einen Glasübergang entstanden sind.

In dieser Arbeit werden die Begriffe „metallische Gläser“ und „amorphe Metalle“ synonym verwendet [1].

2.1.1 Grundlagen der Glasbildungsfähigkeit

Im Allgemeinen erfolgt die Erstarrung einer Schmelze durch Unterkühlung unter die Schmelztemperatur. Bei kristallinen Werkstoffen liegt die erforderliche Unterkühlung im Bereich von wenigen 10 K, da die Aktivierungsenergie für die Keimbildung schnell erreicht wird [1]. Die Ausbildung der Kristallstruktur bei Erreichen der Schmelztemperatur T_m führt zu einer sprunghaften Volumenabnahme, wie in Abbildung 2.2 schematisch dargestellt. Wird der entstandene Festkörper weiter abgekühlt, kann die Volumenänderung in Abhängigkeit des thermischen Ausdehnungskoeffizienten beschrieben werden [1].

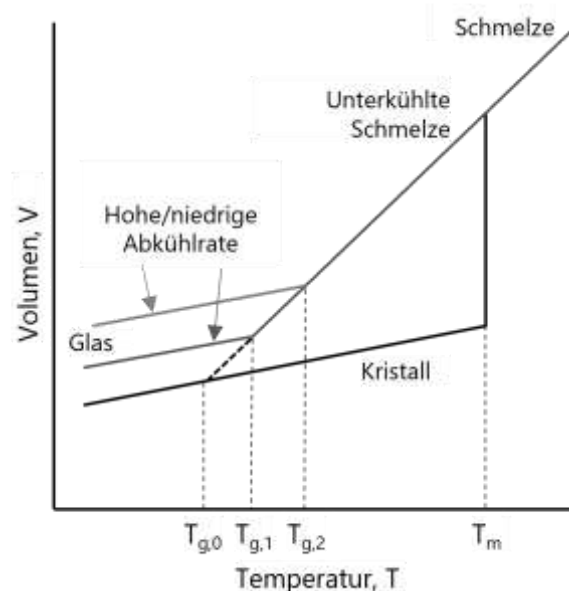


Abbildung 2.2: Schematische Darstellung der Volumenänderung als Funktion der Temperatur für ein kristallin und amorph erstarrendes Material nach [1].

Bei nichtkristallinen Festkörpern, zu denen alle Gläser einschließlich der metallischen Gläser gehören, wird die Schmelze durch stetige und schnelle Abkühlung unter Beibehaltung des flüssigen Aggregatzustandes unterhalb T_m unterkühlt. Der Grund für das Ausbleiben der Kristallisation liegt darin, dass für das Einsetzen der Keimbildung eine bestimmte Aktivierungsenergie überschritten werden muss. Diese nimmt mit zunehmender Unterkühlung der Schmelze ab. Eine stark unterkühlte Schmelze kann daher leichter den

Glasübergang vollziehen. Während der Unterkühlung nimmt das Volumen mit sinkender Temperatur ab, während die Viskosität zunimmt. Beim Erreichen der Glasübergangstemperatur T_g ist die Viskosität der Schmelze so hoch (circa 10^{12} Pa·s), dass die Schmelze zu einem amorphen Festkörper erstarrt und das freie Volumen eingefroren wird [1, 19]. Dieser Vorgang ist kein Phasenübergang in herkömmlichem Sinne (Phasenübergang 1. Ordnung), sondern rein kinetischer Natur. T_g und die Kristallisationstemperatur T_x sind keine festen materialspezifischen Werte, wie zum Beispiel der Schmelzpunkt, sondern abhängig von der Abkühl- bzw. Aufheizrate. Gleiches gilt für das Volumen und die Dichte [20]. Wie in Abbildung 2.2 dargestellt, führt eine schnellere Abkühlrate zu einem früheren Glasübergang und einer höheren Glasübergangstemperatur [1, 20]. Im Vergleich zum kristallinen Zustand weisen metallische Gläser bei gleicher Legierungszusammensetzung aufgrund des eingefrorenen freien Volumens eine um 2–3% geringere Dichte auf [21].

Die Eignung einer Legierung zur Herstellung von metallischen Gläsern hängt von ihrer Fähigkeit zur Glasbildung ab. Dies wird als Glasbildungsfähigkeit (engl.: glass-forming ability, GFA) bezeichnet. Inoue [22–24] hat drei empirisch ermittelte Kriterien aufgestellt, deren Erfüllung eine hohe GFA begünstigt:

1. Mehrkomponentensysteme: Die Legierung muss aus mindestens drei oder mehr Komponenten bestehen.
2. Unterschiedliche Atomradien: Die Atome der Legierungskomponenten sollten ein Größenverhältnis von mindestens 12% aufweisen.
3. Negative Mischungsenthalpie der Legierungskomponenten.

Die erste Regel (Mehrkomponentensysteme) kann mit dem Prinzip der „confusion of design“ nach Greer [25] erklärt werden. Je mehr unterschiedliche Elemente in der Legierung enthalten sind, desto geringer ist die Wahrscheinlichkeit, eine stabile oder metastabile Kristallstruktur zu finden. Auch die zweite Regel („atomic size mismatch“) erschwert die mögliche Kristallisation, indem sie die potenzielle Einheitszelle verkompliziert [25]. Die negative Mischungsenthalpie (Regel 3) begünstigt die Glasbildung, da die starke Anziehung zwischen den Atomen die amorphe Phase stabilisiert und das

Kristallwachstum hemmt. Zuletzt kann in speziellen Fällen auch eine hohe Elektronegativität einzelner Legierungsbestandteile wirksam sein, wenn dadurch der Bereich der unterkühlten Schmelze erweitert wird [26].

Die beschriebenen Prinzipien sorgen für eine dichte atomare Packung sowie eine hohe Viskosität der Schmelze, wodurch die atomare Beweglichkeit reduziert wird [18]. Außerdem wird die Grenzflächenenergie zwischen der flüssigen und der festen Phase erhöht, was die Bildung von kristallinen Keimen unterdrückt [24]. Gleichzeitig wird das Kristallwachstum durch die erschwerte atomare Anordnung der Atome während der Erstarrung verhindert [24]. In Abbildung 2.3 sind die genannten Kriterien und wirkenden Mechanismen nach [27] übersichtlich zusammen gefasst.

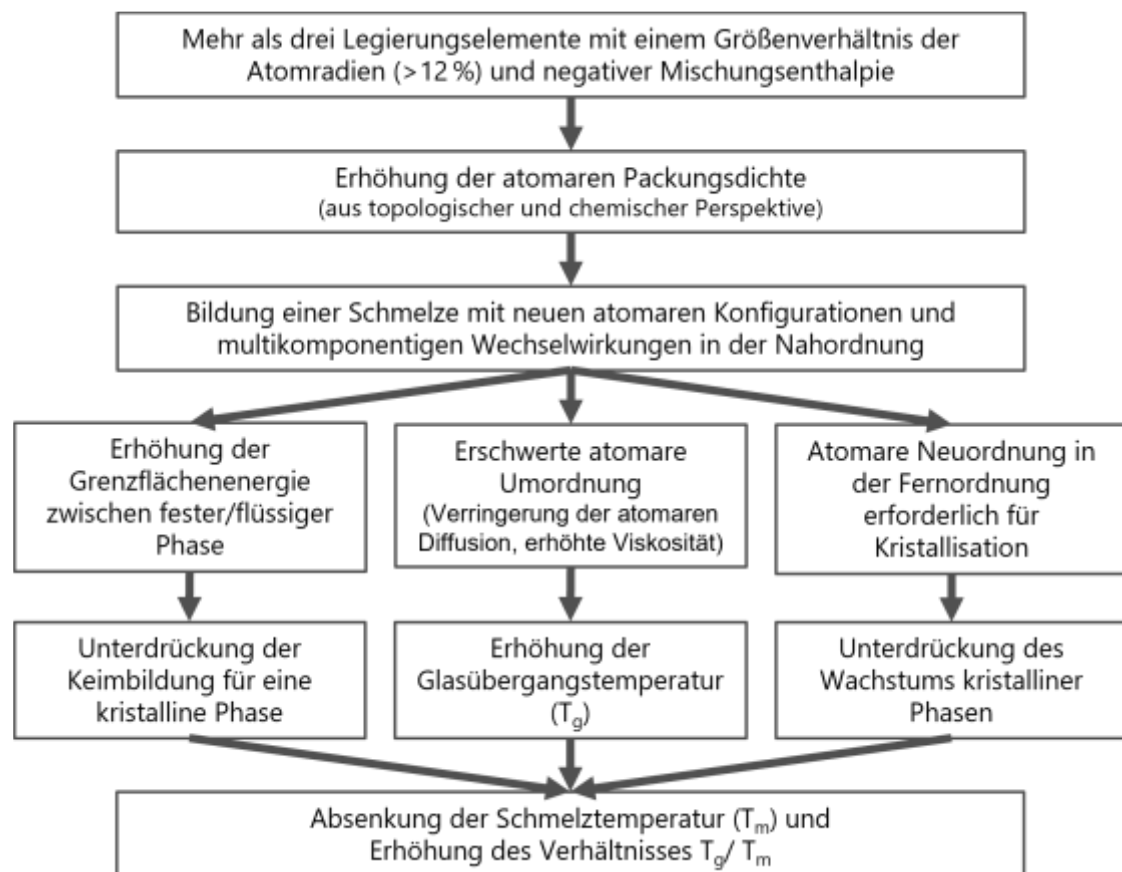


Abbildung 2.3: Mechanismen zur Stabilisierung der unterkühlten Schmelze und der hohen GFA nach [27].

Weitere Kriterien für die GFA präsentieren Turnbull [28] mit dem Kriterium der reduzierten Glasübergangstemperatur und in Inoue [22, 23, 29] wird die GFA über den Bereich der unterkühlten Schmelze (ΔT_x) beurteilt. Die reduzierte Glasübergangstemperatur (T_{rg}) wird mit dem Quotienten aus der Glasübergangstemperatur (T_g) und der Liquidustemperatur (T_l) berechnet (Formel 2.1) und muss für metallische Gläser mindestens 0,4 betragen [1]. Je höher (T_{rg}) ist, desto höher ist die Viskosität der Schmelze und umso leichter kann die Schmelze bereits bei niedrigen Abkühlraten in Glas umwandeln. Den höchsten Wert nimmt (T_{rg}) im eutektischen Punkt eines Legierungssystems, weshalb Legierungszusammensetzungen am Eutektikum gute Glasbilder sind [19].

$$T_{rg} = \frac{T_g}{T_l} \quad 2.1$$

Der Bereich der unterkühlten Schmelze wird aus der Differenz von der Kristallisationstemperatur (T_x) und Glasübergangstemperatur (T_g) berechnet (Formel 2.2).

$$\Delta T_x = T_x - T_g \quad 2.2$$

Alle genannten Kriterien erhöhen die GFA und verringern die damit einhergehende kritische Abkühlrate. Die kritische Abkühlrate und kritische Dicke ist ebenfalls ein Maß für die GFA metallischer Gläser und lässt sich näherungsweise nach Lu et al. [30, 31] bestimmen. Je besser die GFA einer Legierung ist, desto niedriger fällt die für den Glasübergang notwendige kritische Abkühlrate (R_c) aus, diese lässt sich näherungsweise mit der Formel 2.3 berechnen [31]

$$R_c = 5,1 \times 10^{21} e^{-117,19\gamma} \text{ (K/s)} \quad 2.3$$

Der dimensionslose Parameter (γ) berechnet sich nach der Formel 2.4 [31] aus der Kristallisationstemperatur (T_x), der Glasübergangstemperatur (T_g), sowie der Liquidustemperatur (T_l).

$$\gamma = \frac{T_x}{(T_g + T_l)} \quad 2.4$$

Mit dem Parameter (γ) kann ebenfalls die kritische Dicke (Z_c) mit Formel 2.5 abgeschätzt werden [31].

$$Z_c = 2,8 \times 10^{-7} e^{41,7\gamma} \text{ (mm)} \quad 2.5$$

Abbildung 2.4 zeigt schematisch die kritischen Abkühlraten von kristallinen und amorphen Legierungen in Abhängigkeit von der Glasbildungsfähigkeit in einem Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramm. Kristalline Legierungen („Conventional Crystalline Alloy“) benötigen sehr hohe Abkühlraten von circa 10^{15} K/s, um amorph erstarren zu können. Bei amorphen Legierungen konnte durch die Weiterentwicklung der Legierungen unter Berücksichtigung deren GFA die kritische Abkühlrate von ehemals 10^6 K/s („Ordinary Amorphous Alloy“) auf bis zu $0,067$ K/s („Glassy Alloy“) gesenkt werden [32].

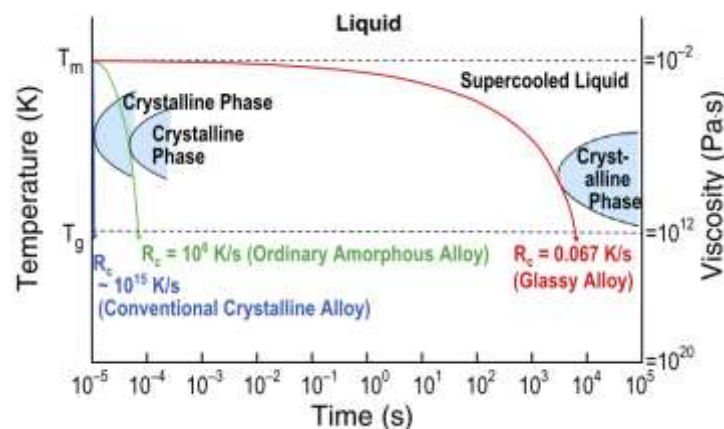


Abbildung 2.4: Schematische Darstellung der Abhängigkeit kritischer Abkühlraten von der GFA in einem Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramm [33].

Diese Erhöhung der thermischen Stabilität unterkühlter Schmelze bestimmter Legierungen ermöglicht die Herstellung von Massivgläsern (engl.: bulk metallic glasses, BMG) mit höherer kritischer Dicke. So konnten beispielsweise zylindrische BMG mit einem Durchmesser von 72 mm und einer Höhe von 75 mm aus einer Pd-Cu-Ni-P-Legierung hergestellt werden [34].

2.1.2 Herstellungsverfahren von metallischen Gläsern

2.1.2.1 Allgemeine Herstellungsverfahren

Wie bereits beschrieben, basiert die Herstellung von metallischen Gläsern auf der Vermeidung der Kristallisation während des Erstarrungsprozesses, um eine amorphe Struktur auszubilden. Dieser Prozess erfordert Verfahren, bei denen hohe Abkühlraten und damit eine schnelle Erstarrung der Schmelze realisiert werden können (engl.: rapid solidification process, RSP) [1]. Durch die bereits beschriebenen Kriterien zur Erhöhung der GFA kann die Abkühlrate reduziert werden.

Eines der gebräuchlichsten Herstellungsverfahren für RSP ist das Schmelzspinnverfahren (engl.: melt spinning). Bei diesem Verfahren wird die in einem Tiegel induktiv aufgeschmolzene Schmelze auf ein bewegtes Substrat, meist eine schnell rotierende, gekühlte Kupferrolle, aufgetragen [18, 35]. Durch den Kontakt mit der rotierenden Rolle wird der Schmelze die Wärme so schnell entzogen, dass das Material amorph erstarrt. Die Abkühlrate hängt dabei hauptsächlich von der Bahngeschwindigkeit an der Radaußenseite ab und kann Größenordnungen von 4×10^4 – 5×10^6 K/s erreichen [35]. Die Dicke der amorphen Bänder ist auf 10–60 µm begrenzt [18]. Weitere Gießverfahren, die insbesondere für die Herstellung von BMGs eingesetzt werden, sind Druckguss (engl.: high-pressure die casting, HPDC) [36], Niederdruckguss (engl.: low-pressure die casting, LPDC) [37] und der konventionelle Kokillenguss [38].

Ein weiteres verbreitetes Herstellungsverfahren ist die Pulverherstellung im Gasverdüngungsprozess [39–41]. Dabei wird die Schmelze unter hohem Druck durch eine Düse geleitet und durch einen Inertgasstrahl wie Argon oder Stickstoff in feine Tröpfchen zerstäubt. Die feinen Tröpfchen erstarren aufgrund der schnellen Wärmeübertragung von der Oberfläche auf das umgebende Gas. Diese Pulver sind häufig Ausgangsmaterial für weitere pulverbasierte Fertigungsverfahren, wie beispielsweise die additive Fertigung [42, 43].

Neben den schmelzflüssigen Verfahren können metallische Gläser auch aus dem festen Zustand hergestellt werden. Die wichtigsten Verfahren hierfür sind das mechanische

Legieren (engl.: mechanical alloying) und das mechanische Mahlen (engl.: mechanical milling) [1].

2.1.2.2 Herstellung metallischer Gläser mittels additiver Fertigung

Inzwischen hat sich auch die Herstellung metallischer Gläser mittels additiver Fertigung als vergleichsweise junge Technologie erfolgreich etabliert. Es konnten bereits erfolgreich die gängigsten Verfahren in der additiven Fertigung, wie das pulverbettbasierte Laserstrahlschmelzen (engl.: laser powder-bed fusion, LPBF) [43–46], der gerichteten Energieabscheidung (engl.: direct energy deposition, DED) [47–49], Laser Foil Printing (LFP) [50–52], die ultraschallgestützte additive Fertigung (engl.: ultrasonic additive manufacturing, UAM) [53] und das Schmelzschichtverfahren (engl.: fused filament fabrication, FFF) [54] genutzt werden, um amorphe BMGs herzustellen.

Insbesondere das LPBF-Verfahren bietet Potenzial für die Herstellung amorpher Komponenten mit komplexen Geometrien. Es hat sich als effektive Methode zur Überwindung von Einschränkungen durch die Bauteildicke und damit zur Herstellung größerer BMGs erwiesen [46, 55]. Das LPBF-Verfahren basiert auf dem schichtweisen selektiven Aufschmelzen von Metallpulver auf einem Pulverbett mittels eines Laserstrahls, wodurch ein Bauteil mit komplexer dreidimensionaler Geometrie auf Basis eines CAD-Modells hergestellt werden kann [46, 56]. Der Vorteil des LPBF-Verfahrens liegt darin, dass pro Laserscan nur geringe Pulvermengen durch den Laserstrahl aufgeschmolzen werden und somit je nach Prozessparametern lokale Aufheiz- und Abkühlraten von 10^3 – 10^8 K/s erreicht werden können [56, 57]. Diese Abkühlraten liegen oberhalb der kritischen Abkühlraten für die Glasbildung in den meisten BMG-Legierungen (10^2 – 10^4 K/s) und ermöglichen somit die Bildung einer amorphen Struktur [17, 33]. Bisher wurden verschiedene Fe-basierte [46, 58], Ti-basierte [59], Al-basierte [60], Pd-basierte [61] und Zr-basierte [55, 62, 63] metallische Gläser durch additive Fertigung hergestellt, hauptsächlich in einfachen Geometrien als massive BMGs. Es wurden jedoch noch keine Beiträge zu additiv gefertigten metallischen Gläsern auf Ni-Nb-Ta-Basis veröffentlicht, obwohl diese eine hohe Glasübergangs- und Kristallisationstemperatur und damit eine hohe thermische Stabilität unter den bisher berichteten metallischen Gläsern auf Ni-Basis aufweisen [64].

2.1.3 Eigenschaften metallischer Gläser

2.1.3.1 Strukturelle Relaxation und thermische Ausdehnung

Wie bereits in Kapitel 2.1.1 beschrieben, wird beim Erstarrungsvorgang freies Volumen in der Schmelze eingefroren. Das spezifische Volumen (V/m) ist bei metallischen Gläser circa 1 % höher, als es beim entsprechenden Metall im kristallinen Zustand [65] der Fall wäre. Dieser Prozess ist jedoch reversibel, da sich metallische Gläser nach der Erstarrung in einem metastabilen, thermodynamisch nicht optimalen Zustand befinden [19]. Bei erneuter Erwärmung setzt bereits bei Temperaturen unterhalb der Kristallisationstemperatur ein Relaxationsprozess ein, bei dem sich die Atome in eine energetisch günstigere Konfiguration begeben. Sowohl unter isothermen Bedingungen als auch bei konstanten Aufheizraten findet ein viskoser Fließprozess innerhalb des metallischen Glases statt. Durch thermisch aktivierte Diffusion wird das freie Volumen, vergleichbar mit Leerstellen oder Gitterfehlern in einem kristallinen Festkörper, geschlossen [19, 65–67]. Die Volumenänderung durch den Relaxationsprozess findet im Temperaturbereich zwischen T_g und 100–200 K unterhalb T_g statt [66]. Temperaturen unterhalb T_g fördern den Relaxationsprozess, ohne dass Kristallisation einsetzt [67].

Es wird von zwei verschiedenen Prozessen bei der Relaxation gesprochen. Zum einen kann es zu einer reversiblen Umordnung der chemischen Nahordnung (engl.: chemical short-range order, CSRO) kommen, wobei sich einzelne Atome neu anordnen. Zum anderen kann eine irreversible Umordnung der topologischen Nahordnung (engl.: topological short-range order, TSRO) auftreten, hierbei werden ganze Atomgruppen neu angeordnet [65, 68]. Generell hat die strukturelle Relaxation durch thermische Aktivierung unterhalb der Glasübergangstemperatur einen maßgeblichen Einfluss auf die thermischen und mechanischen Eigenschaften metallischer Gläser [1, 65]. Bei den thermischen Eigenschaften wird insbesondere der thermische Ausdehnungskoeffizient durch die Relaxation und die damit verbundenen Änderungen des freien Volumens beeinflusst. In der Literatur werden Volumenänderungen von 0,3 % [69] und 0,5 % [66] beschrieben. Nach Van Den Beukel et al. [65] ist ein Teil des freien Volumens resistent gegen den Relaxationsprozess. Deshalb werden die eingangs genannten 1 % nicht erreicht. Das

Diagramm in Abbildung 2.5 zeigt die auf die Ausgangslänge normierte Längenänderung in Abhängigkeit von der Temperatur. Die Kurve beschreibt das wiederholte Aufheizen und Abkühlen (0,083 K/s) einer Probe des metallischen Glases $\text{Pd}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{20}$ und die daraus resultierende Längenänderung. Nach dem ersten Temperaturzyklus fällt der Wert der Länge unter die zu Beginn gemessene Länge L_0 , wodurch die Abkühlkurve unter dem Beginn der Aufheizkurve endet. Diese thermisch induzierte Probenschumpfung ist auf die strukturelle Relaxation zurückzuführen.

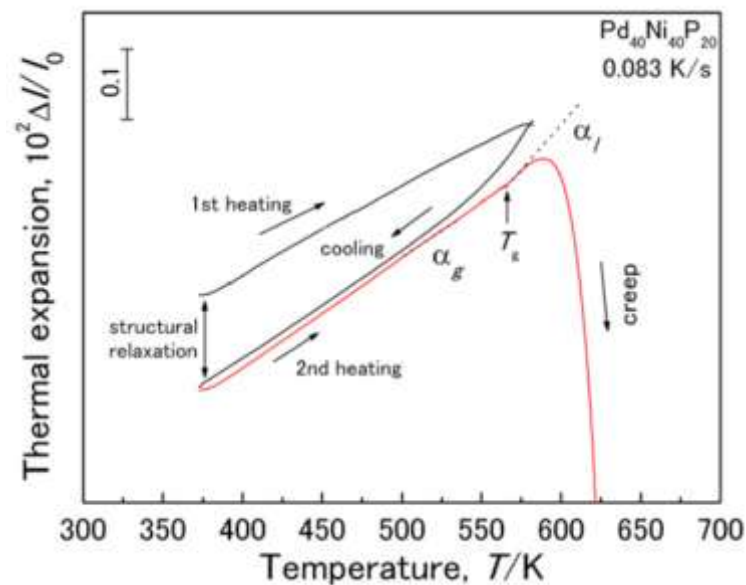


Abbildung 2.5: Schematische Darstellung der strukturellen Relaxation am metallischen Glas $\text{Pd}_{40}\text{Ni}_{40}\text{P}_{20}$ [69].

Allgemein besitzen metallische Gläser einen linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten bis circa 50–100 K unterhalb der Glasübergangstemperatur T_g [69, 70] der in der Größenordnung 10 bis $15 \times 10^{-6} 1/\text{K}$ liegt [1]. Ist die Glasübergangstemperatur bekannt, kann der thermische Ausdehnungskoeffizient eines metallischen Glases abgeschätzt werden.

In H. Kato et al. [69] wurde eine empirische Studie an 13 verschiedenen Legierungen durchgeführt und ein linearer Zusammenhang zwischen (T_g) und dem Kehrwert des thermischen Ausdehnungskoeffizienten $(1/\alpha)$ entdeckt (Formel 2.6).

$$\alpha T_g = 8,4 \times 10^{-3} \quad 2.6$$

2.1.3.2 Mechanische Eigenschaften

Das mechanische Verhalten konventioneller Metalle wird aufgrund ihrer kristallinen Struktur durch die Art und Dichte der Versetzungen sowie deren Beweglichkeit bestimmt. Aufgrund der Versetzungen weisen sie eine im Vergleich zum theoretisch möglichen Wert geringe Festigkeit und ein plastisches Verformungsverhalten auf. Im Gegensatz dazu sind metallische Gläser aufgrund ihrer amorphen Struktur frei von Versetzungen und weisen bemerkenswerte Eigenschaften wie hohe Festigkeit, Härte und elastische Dehngrenze sowie guten Verschleißwiderstand und Korrosionsbeständigkeit auf [1–3, 71]. Andererseits haben sie eine geringe Duktilität und neigen daher zum Spröbruch [1], was sie für den Einsatz als monolithische Strukturbauteile weniger geeignet macht [4]. In der Literatur werden Festigkeitswerte von bis zu 1700 MPa für Zr-, Hf- und Pd-Cu-basierte [72], 2100 MPa für Cu-basierte [73], 3000 MPa für Ni-basierte [74], 4000 MPa für Fe-basierte [71] und 5000 MPa für Co-basierte [2] metallische Gläser angegeben. Häufig ist die Druckfestigkeit höher als die Zugfestigkeit [75, 76]. Trotz der hohen Festigkeitswerte besitzen sie hohe elastische Dehngrenzen im Bereich von 1,2% für Pt-P-basierte Glasbänder und bis zu 2,2% für Cu-Zr-basierte Gläser [1]. Da sie jedoch zu sprödem Versagen mit geringer plastischer Verformung neigen, weisen sie plastische Dehnung unter Zugbelastung von weniger als 0,5% und unter Druckbelastung bis etwa 1% auf [1]. Die Diagramme nach Inoue [27] in Abbildung 2.6 veranschaulichen nochmals den Zusammenhang zwischen Zugfestigkeit und E-Modul, sowie Vickershärte und E-Modul für eine Auswahl typischer metallischer Glaslegierungen. Sie zeigen hohe Zugfestigkeiten von 840–2100 MPa in Kombination mit einem E-Modul von 47–102 GPa, je nach Legierungszusammensetzung. Die amorphen Legierungen weisen eine höhere Zugfestigkeit, eine höhere Vickershärte bei einem niedrigeren E-Modul als alle kristallinen Legierungen auf, was den großen Unterschied der mechanischen Eigenschaften hervorhebt.

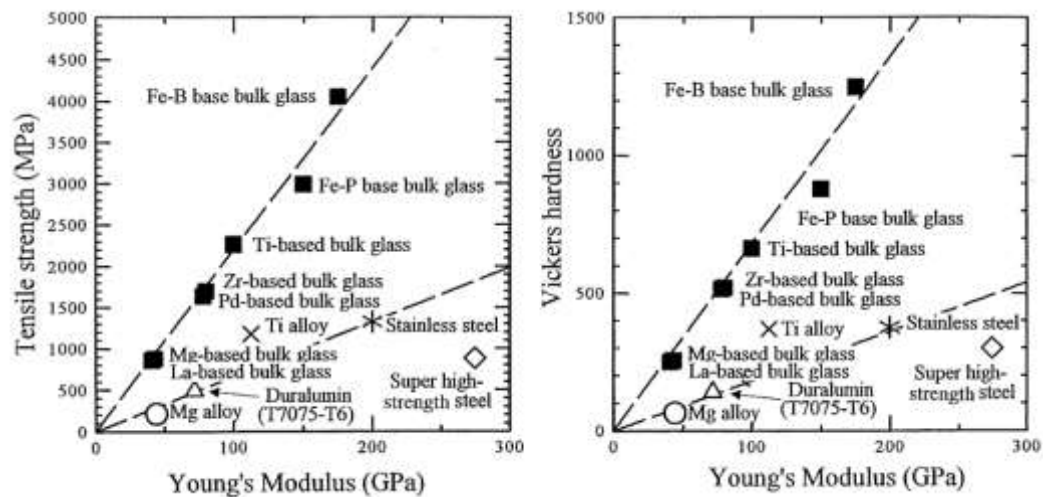


Abbildung 2.6: Zusammenhang zwischen der Zugfestigkeit und E-Modul, sowie Vickershärte und E-Modul für eine Auswahl an metallischen Gläsern. Für den Vergleich sind Werte von kristallinen Metallen inbegriffen [27].

Zudem besteht ein Zusammenhang zwischen den elastischen Eigenschaften und der Glasübergangstemperatur. In Liu et al. [77] wurde der Zusammenhang zwischen E-Modul und Glasübergangstemperatur anhand von metallischen Gläsern auf Zr-, Cu-, Ni- und Fe-Basis untersucht. Für den Zusammenhang wurde die Formel 2.7 aufgestellt, wobei der E-Modul (E) aus der Gaskonstante (R), elastischen Dehnung unter Druck (ε_E), Glasübergangstemperatur (T_g), Raumtemperatur (RT) und dem molaren Volumen (V) berechnet wird.

$$E = 3R \frac{2 T_g - RT}{\varepsilon_E V} \quad 2.7$$

Das Diagramm in Abbildung 2.7 zeigt den E-Modul in Abhängigkeit von $(T_g - RT)/V$ bei Raumtemperatur. Die Gerade zeigt mit $3R(2/\varepsilon_E)$ den Zusammenhang zwischen den metallischen Glaslegierungen, wobei für ε_E eine für BMG typische elastische Dehnung von 2% bei Raumtemperatur angenommen wird.

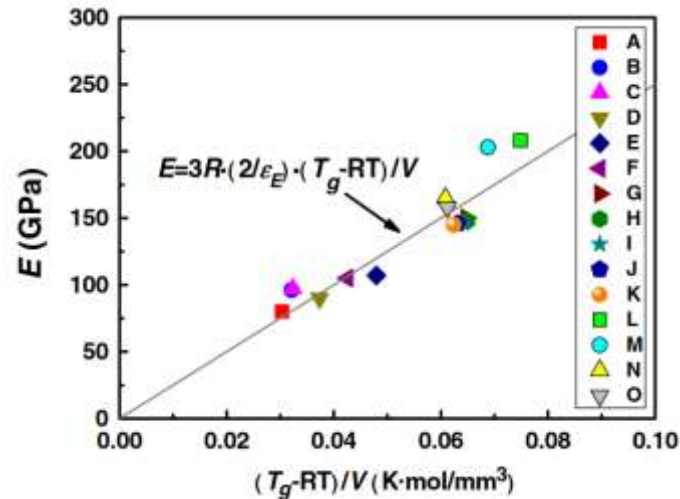


Abbildung 2.7: Zusammenhang zwischen dem E-Modul und der Glasübergangstemperatur [77].

Das Verformungsverhalten von metallischen Gläsern unter mechanischer Beanspruchung kann bei niedrigen Temperaturen als inhomogen und bei hohen Temperaturen als homogen beschrieben werden. Bei Temperaturen unterhalb von etwa $0,5 \cdot T_g$ konzentriert sich die Verformung hauptsächlich auf einige sehr dünne Scherbänder, die sich in den Ebenen der maximalen Schubspannung ausbilden. Diese Ebenen liegen in einem Winkel von 45° zur Belastungsrichtung. Diese lokale Verformung ist auf fehlende Versetzungsverfestigung zurückzuführen und wird als inhomogen bezeichnet. Sie führt dazu, dass metallische Gläser unter hohen Spannungen mechanisch instabil werden und spröde versagen. Im Gegensatz dazu unterliegen metallische Gläser bei Temperaturen oberhalb von $0,5 \cdot T_g$ einem viskosen Fließen, bei dem sich die plastische Verformung kontinuierlich, aber nicht notwendigerweise gleichmäßig auf verschiedene Volumenelemente innerhalb des Materials verteilt. Dies bedeutet, dass jedes Volumenelement der Probe zur Verformung beiträgt. Diese Art der Verformung wird als homogene Verformung bezeichnet [1].

2.1.3.3 Einfluss des pulverbettbasierten Laserstrahlschmelzens auf metallische Gläser

Untersuchungen haben gezeigt, dass bei der Herstellung metallischer Gläser mittels pulverbettbasierten Laserstrahlschmelzen partielle Kristallisation, auch Nanokristallisation genannt, auftreten kann. Dies ist ein häufig auftretender Effekt, der bei der laserbasierten

Bearbeitung von metallischem Glaspulver in den sogenannten Wärmeeinflusszonen (engl.: heat affected zone, HAZ) auftritt. Die HAZ ist der Bereich um das Schmelzbad, in dem das zuvor erstarrte Material wieder erwärmt aber nicht wieder aufgeschmolzen wird [55, 62, 63, 78]. Yang et al. [62] stellte Zr-basierte BMGs mit unterschiedlichen Geometrien her (kubisches Vollmaterial, Vollmaterial mit hohlen Aussparungen, Gitterstruktur), um den Einfluss der Geometrie auf die Nanokristallisation zu untersuchen. Es konnte gezeigt werden, dass in BMGs mit kubischer Geometrie der Phasenanteil der Nanokristallisation mit 26% am höchsten ist. Die gitterartigen Strukturen weisen 19% und die hohlen Strukturen lediglich 10% Nanokristallisation auf. Darüber hinaus wurde auch in Yang et al. [62] und Lu et al. [78] nachgewiesen, dass die Kristallisation hauptsächlich während der Wiedererwärmung des zuvor erstarrten Materials in den HAZs auftritt.

Nanokristallisation hängt dabei maßgeblich vom Energieeintrag durch den Laser in das metallische Glaspulver ab. Von Simchi et al. [79] wurde die Formel 2.8 entwickelt, welche die Energiemenge angibt, die pro Volumeneinheit des gesinterten Materials eingebracht wird. Sie dient somit als Maß für die Intensität des Energieeintrags während des Lasersinterprozesses und wird hier als Volumenenergiedichte (engl.: volume energy density, VED) nach [61] bezeichnet. Sie berechnet sich aus der Laserleistung (P), der Scangeschwindigkeit (v), der Schraffurdistanz (h) sowie der Schichtdicke (t).

$$VED = \frac{P}{vht} \text{ (J/mm}^3\text{)} \quad 2.8$$

In Sohrabi et al. [80] wurde der Einfluss von Laserleistung, Schraffurdistanz und Schichtdicke auf den amorphen Anteil einer AMZ4 ($Zr_{59,3}Cu_{28,8}Al_{10,4}Nb_{1,5}$) Beschichtung untersucht. Mit steigender Laserleistung nimmt der amorphe Anteil aufgrund der steigenden VED ab. Wird die Schraffurdistanz erhöht (VED sinkt), kommt es zu einer geringeren Überlappung benachbarter Laserscans, was zu einem geringeren Wärmeeintrag und somit zu einem höheren amorphen Anteil, aber auch zu einer Abnahme der relativen Dichte und einer schlechteren Verbindung zwischen den Linien führt. Eine Erhöhung der Schichtdicke von 20 μm auf 30 μm (VED sinkt) unter Beibehaltung aller anderen Parameter erhöhte ebenfalls den amorphen Anteil, kann aber auch die Dichte sowie die Anbindung an die untere Schicht negativ beeinflussen. Die Herausforderung

besteht also darin, ein Prozessfenster zu finden, in dem die VED hoch genug ist, um das Pulver überhaupt aufzuschmelzen, eine hohe Dichte zu erreichen und eine gute Verbindung mit den vorherigen Schichten und den benachbarten Laserspuren herzustellen. Aber auch niedrig genug, um einen möglichst hohen amorphen Anteil zu erreichen [43, 81].

Weitere bekannte Defekte die durch den LPBF-Prozess in BMGs auftreten können sind Porosität, fehlende Verschmelzung (engl.: lack of fusion, LOF) und Risse [81]. Die Hauptursachen für Porosität sind bereits vorhandene Poren im Ausgangsmaterial (Pulver) [82], das Verdampfen flüchtiger Stoffe oder niedrig schmelzender Elemente im Schmelzbad [83] und Poren, die durch Keyhole-Instabilität verursacht werden [84]. LOF-Defekte entstehen durch einen zu geringen Energieeintrag, der nicht ausreicht, um das Ausgangsmaterial (z.B. Pulver), vollständig aufzuschmelzen. Eine hohe Scangeschwindigkeit und eine geringe Laserleistung begünstigen die Bildung von LOF. Aufgrund ihrer Größe (Hunderte von Mikrometern) und ihrer unregelmäßigen Form können sie Spannungskonzentrationen verursachen und als Rissausgangspunkte dienen [81]. Risse können durch sehr hohe und lokale Aufheiz- und Abkühlraten verursacht werden, die zu Eigenspannungen führen. Da BMG nur eine geringe plastische Verformbarkeit aufweisen, sind sie generell anfällig für (Heiß-)Risse [81].

2.2 Einführung in Metallmatrixverbundwerkstoffe

Verbundwerkstoffe im Allgemeinen sind Werkstoffe, die aus zwei oder mehr verschiedenen Materialien mit unterschiedlichen physikalischen oder chemischen Eigenschaften bestehen [5]. Dabei bleiben die einzelnen Komponenten in der Regel getrennt, sowohl physikalisch als auch chemisch, und interagieren nur an ihren Grenzflächen [85, 86]. Somit können im Verbundwerkstoff Eigenschaften erzielt werden, die mit den jeweiligen Einzelkomponenten allein nicht erreichbar wären. Typischerweise besteht ein Verbundwerkstoff aus einer Matrix, welche die kontinuierliche Phase darstellt, und einer eingebetteten Verstärkungsphase, die die mechanischen Eigenschaften des Werkstoffs gezielt verbessert [86].

Metallmatrixverbundwerkstoffe (engl.: metal matrix composite, MMC) sind makroskopische Verbundwerkstoffe, die aus einer metallischen Matrix und einer Verstärkungsphase bestehen. Typische Verstärkungsphasen in MMCs sind keramische Werkstoffe, die meist in eine Leichtmetallmatrix eingebettet sind [5]. Die Verstärkungsphase kann in Partikeln/Flakes, Fasern (Kurzfasern oder Whiskern, Langfasern), geschichteten Strukturen (Laminaten) oder dreidimensionalen, durchdringenden Strukturen vorliegen (Abbildung 2.8) [5, 6]. Dreidimensionale Strukturen werden auch als interpenetrierende Verbundwerkstoffe bezeichnet, bei denen jede Phase des Verbundwerkstoffs über das gesamte Materialvolumen topologisch miteinander verbunden ist [6]. Zwischen Matrix und Verstärkungsphase kann dann nicht mehr unterschieden werden. MMCs bieten die Möglichkeit, monolithische Bauteile hinsichtlich mechanischer Eigenschaften wie spezifische Steifigkeiten sowie Kriech- und Ermüdungsverhalten zu übertreffen [5, 18, 87].

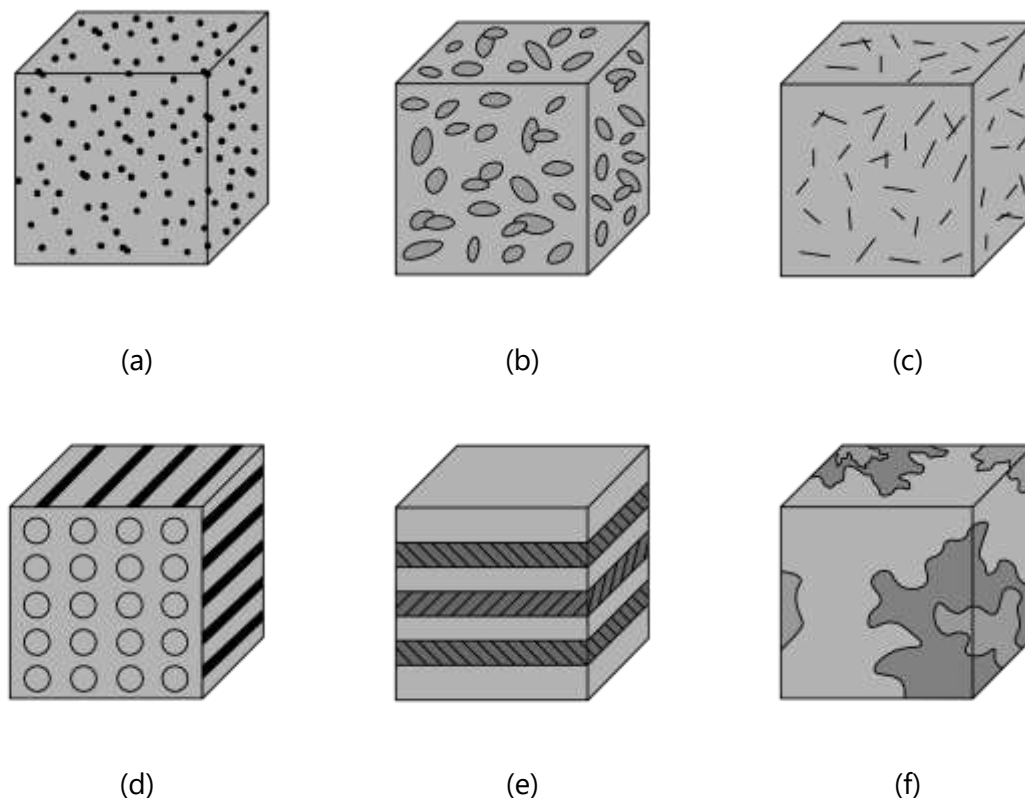


Abbildung 2.8: Schematische Darstellung von Verbundwerkstoffen mit unterschiedlichen Verstärkungsphasen (a) Partikel, (b) Flakes, (c) Kurzfasern/Whisker, (d) Langfasern, (e) Laminaten und (f) Durchdringungsstruktur nach [5, 6].

2.2.1 Herstellung von Metallmatrixverbundwerkstoffen mit metallischem Glas als Verstärkungsphase

Wie bereits in Kapitel 2.1.3 vorgestellt, besitzen metallische Gläser geringe Duktilität und neigen daher zu Sprödbbruch, was sie für die Verwendung als monolithische Strukturbauteile weniger geeignet macht [4]. Ein Ansatz, um das spröde Versagensverhalten zu kompensieren, ist in Kombination mit einer duktilen Matrix in einem hybriden Werkstoff wie einem MMC [9–11]. In mehreren Studien wurde nachgewiesen, dass die Verstärkung mit metallischem Glas die Festigkeit und den E-Modul einer kristallinen metallischen Matrix erhöht [9,12,13] und deren plastische Verformungsfähigkeit unter Druckbelastung beibehält [14]. Darüber ist es aufgrund des metallischen Charakters beider Phasen potenziell einfacher, eine gute Grenzflächenhaftung zu realisieren als durch die Verwendung einer keramischen Verstärkungsphase [15,16].

Da die Prozesstemperaturen zur Vermeidung der Kristallisation niedrig gehalten werden müssen, werden MMCs mit metallischen Gläsern häufig über ein pulvermetallurgisches Festphasenverfahren hergestellt. Dabei wird pulverförmiges metallisches Glas zusammen mit der Matrix durch Heißpressen gesintert. Mehrere Studien haben gezeigt, dass dieses Herstellungsverfahren eine gute Methode zur Herstellung von mit metallischen Glasparkeln verstärkten MMCs ist [8, 12, 13]. Es gibt ebenfalls Studien, die sich mit der Herstellung durch Gasdruckinfiltration befassen. In Lichtenberg et al. [9] wurden metallische Glasplättchen aus einer Ni-Nb-Ta-Legierung zunächst kaltgepresst und anschließend unter Argon-Schutzgasatmosphäre mit einer Aluminiumgusslegierung infiltriert, ohne dass eine Kristallisation auftrat.

Eine andere Möglichkeit, die Bruchzähigkeit metallischer Gläser zu erhöhen, ist die Einbettung metallischer Fasern als Verstärkungsphase [88]. In Dandliker et al. [89] wurden beispielsweise Verbundwerkstoffe auf Basis metallischer Gläser mit metallischen und keramischen Fasern durch schmelzmetallurgische Verfahren hergestellt. In Minay et al. [90] wurde diese Art der Verstärkung zur Herstellung von metallischen Glasschäumen genutzt. Hierfür wurde pulverförmiges metallisches Glas mit metallischen Kurzfasern zunächst

gepresst und anschließend mittels Mikrowellen gesintert. Während des Sinterns entstehen im metallischen Glas lokale Überhitzungen, die zur Bildung von Gasblasen führen. Die Kurzfasern wirken dabei als Nukleationskeime. Es konnten Porositäten von bis zu 50% eingestellt werden.

Des Weiteren wurden bereits mit metallischem Glas verstärkte interpenetrierende MMCs hergestellt. In Sun et al. [14] wurde ein Titanschaum mit geschmolzenem metallischem Glas infiltriert und der Verbund anschließend abgeschreckt. Anschließende Untersuchungen der Mikrostruktur zeigten vereinzelt kristallisierte Bereiche an den Grenzflächen zwischen Titan und metallischem Glas. Im Vergleich zu monolithischem Glas oder porösem Titan zeigt der MMC jedoch eine signifikante Erhöhung der Druckfestigkeit und eine Verbesserung des plastischen Verformungsvermögens. In Zhang et al. [15] wurde poröses Wolfram mit metallischem Glas infiltriert. Die anschließenden Messungen zeigten keine kristallinen Phasen und die Druckfestigkeit und Dehnung des MMC übertrafen sowohl die des Wolframschaums als auch die des monolithischen metallischen Glases.

Bisher wurden nur kristalline Metallschäume mit metallischem Glas infiltriert und nicht umgekehrt ein metallischer Glasschaum mit einer Metallmatrix. Die Infiltration von kristallinen Metallschäumen mit metallischem Glas erfordert, dass der Metallschaum eine deutlich höhere Schmelztemperatur als das metallische Glas aufweist. Dies stellt für die meisten metallischen Gläser und potenziell technisch interessante Zweitphasenwerkstoffe (z.B. Leichtmetalle) eine hohe Hürde dar. In diesem Fall müsste der Schaum aus metallischem Glas bestehen, was eine hohe Kristallisationstemperatur des metallischen Glases erfordert. Außerdem muss die zweite Phase eine deutlich niedrigere Schmelztemperatur als das metallische Glas aufweisen, damit die Kristallisationstemperatur während des Infiltrationsprozesses nicht erreicht wird.

2.2.2 Eigenschaften von Metallmatrixverbundwerkstoffen mit metallischem Glas als Verstärkungsphase

2.2.2.1 Wechselwirkungen zwischen metallischen Gläsern und der Metallmatrix an der Grenzfläche

Die Grenzfläche bzw. die Grenzflächenanbindung zwischen den metallischen Gläsern und der Metallmatrix in MMCs spielt eine entscheidende Rolle für die mechanischen Eigenschaften. Aufgrund der Prozesstemperaturen bei der Herstellung des MMCs können an den Grenzflächen chemische Wechselwirkungen und Diffusion zwischen der amorphen und kristallinen Phase auftreten, die sich auf die Lastübertragung und damit auf die mechanische Festigkeit des Verbundes auswirken. Diese Wechselwirkungen hängen stark von der Legierungszusammensetzung der metallischen Gläser und der Matrix sowie den Prozesstemperaturen ab [91].

In Fujii et al. [92] wurde in diesem Zusammenhang die chemische Reaktivität zwischen Eisen und einem Fe-basierten metallischen Glas ($\text{Fe}_{72}\text{B}_{14,4}\text{Si}_{9,6}\text{Nb}_4$) gegenüber Aluminium durch die Verarbeitung mittels Rührreibschweißen untersucht. Während das reine Eisen stark mit der Al-Matrix reagierte und intermetallische Phasen bildete, war für das Fe-basierte metallische Glas ein höherer Wärmeeintrag erforderlich, um ähnliche Reaktionen hervorzurufen. Die Bildung von intermetallischen Schichten an der Grenzfläche hat einen direkten Einfluss auf die mechanische Festigkeit des Verbundes.

In Lichtenberg [93] wurden metallische Glasplättchen der Legierungszusammensetzung $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ zunächst kaltgepresst und anschließend unter Argon-Schutzgasatmosphäre mit einer Aluminiumgusslegierung (AlSi12) infiltriert. Untersuchungen der Grenzfläche zeigen, dass sich an der Grenzfläche eine etwa 20 nm dicke Schicht gebildet hat, in der die Elemente des metallischen Glases zusammen mit dem Aluminium nachgewiesen werden können. Solche dünnen Interdiffusionsschichten können für eine gute Grenzflächenanbindung und eine effiziente Lastübertragung zwischen der Verstärkungs- und der Matrixphase in einem Verbundwerkstoff sorgen [5, 94, 95].

Bei Prozesstemperaturen oberhalb der Glasübergangstemperatur (T_g) können Matrixelemente in die amorphe Phase diffundieren, was die Glasbildungsfähigkeit herabsetzen und zu partieller Kristallisation führen kann. Dieser Effekt wird von Avettand-Fènoël et al. [96] untersucht, in dem ein Cu-Fe₆₄B₂₄Y₄Nb₆Al_{0,4}-Verbundwerkstoff durch Rührreibschweißen hergestellt und anschließend die Wechselwirkungen untersucht wurden. Es konnte festgestellt werden, dass das Cu in die amorphe Phase (Fe₆₄B₂₄Y₄Nb₆Al_{0,4}) eindiffundierte und eine partielle Kristallisation verursachte, was darauf schließen lässt, dass im Prozess Temperaturen oberhalb der Glasübergangstemperatur erreicht wurden. Es ist auch möglich, dass das Glas zuerst kristallisiert und anschließend die kristallinen Partikel mit der Matrix reagieren.

Die Ergebnisse von Yu et al. [97] deuten darauf hin, dass nach Abschluss der Kristallisation des metallischen Glases (Ni₆₀Nb₄₀) eine signifikante Wechselwirkung zwischen der amorphen Verstärkung und der Al-Metallmatrix stattfindet, die zur Bildung intermetallischer Phasen führt. Lee et al. [98] machten eine ähnliche Beobachtung: Eine Reaktion zwischen amorphen Bändern (Ni–20.6Nb–40.2Ta Gew.-%) und einer Al-Legierung fand erst nach der Kristallisation des Glases statt. Abhängig von den Verarbeitungsbedingungen der Verbundwerkstoffe kann die Dicke der Schichten mit einer von den Ausgangsphasen abweichenden Struktur variieren und zwischen einigen Nanometern [95] und einigen Mikrometern [99, 100] liegen. Aufgrund der komplexen Chemie amorpher Verstärkungen bestehen die Produkte ihrer Wechselwirkung mit der Matrix in der Regel aus mehreren intermetallischen Phasen. Die Stärke der Grenzflächenbindung ist ein wesentliches Merkmal eines Verbundwerkstoffs. Eine starke Grenzflächenbindung ermöglicht eine effiziente Lastübertragung von der Matrix auf die Verstärkung. Sind die Verstärkungspartikel nur schwach an die Matrix gebunden, wird die Gesamtverstärkung zunehmend ineffizient. Die Bildung dicker intermetallischer Schichten (in der Größenordnung von einigen Mikrometern) zwischen der Matrix und den Verstärkungspartikeln kann die Verbundwerkstoffe weiter verstärken, da der Volumenanteil der Phasen, die härter als die Matrix sind, mit dem Schichtwachstum zunimmt [91].

Ertugrul et al. [101] konnten zeigen, dass in einem Verbundwerkstoff mit Al-Matrix und einem Verstärkungsanteil von 40 Vol.-% eines metallischen Glases $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{40}$ nach einer Wärmebehandlung eine signifikante Festigkeitssteigerung erzielt werden konnte. In der unbehandelten Probe waren keine Grenzflächenreaktionen erkennbar, während sich nach der Wärmebehandlung um die Verstärkungspartikel eine Reaktionsschicht bildete, die hauptsächlich aus Al, Cu und Ni bestand. Diese Schicht förderte die Lastübertragung zwischen Matrix und Verstärkung und trug somit wesentlich zur Festigkeitssteigerung bei. Diese Beispiele zeigen, dass chemische Wechselwirkungen an Grenzflächen in MMCs nicht nur die mechanischen Eigenschaften beeinflussen, sondern auch durch gezielte Steuerung der Verarbeitungstemperaturen optimiert werden können.

2.2.2.2 Mechanische Eigenschaften

Metallische Gläser als Verstärkungsphase in MMCs bieten eine effektive Möglichkeit, die mechanischen Eigenschaften des Verbundes signifikant zu verbessern. Zahlreiche Studien belegen, dass mechanische Eigenschaften wie E-Modul, Streckgrenze und Druckfestigkeit durch die Einbettung von metallischen Gläsern gesteigert werden können.

In Yu et al. [13] wurden MMCs aus Reinaluminium und 30 Gew.-% metallischem Glas $\text{Ni}_{70}\text{Nb}_{30}$ in Pulverform untersucht. Die Herstellung erfolgte durch Sintern bei 773 K über zwei Stunden. Die Ergebnisse zeigten eine Erhöhung des E-Moduls von 65 GPa auf 110 GPa und eine Erhöhung der Druckfestigkeit von 126 MPa auf 146 MPa. Diese Verbesserungen wurden durch eine gute Lastübertragung zwischen Matrix und Partikeln erreicht.

Eckert et al. [102] untersuchten ebenfalls MMC aus Reinaluminium und 30 Gew.-% metallischen Glaspulver $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{40}$. Diese wurden durch konventionelles Sintern, Heißpressen und Heißextrudieren verarbeitet. Die besten mechanischen Eigenschaften wurden durch Heißextrusion erreicht, wobei der E-Modul von 65,2 GPa auf 72,2 GPa und die Streckgrenze von 94 MPa auf 134 MPa anstieg. Dieser Anstieg wurde auf die verbesserte Grenzflächenhaftung und die höhere Dichte des Materials (98,7%) zurückgeführt.

Scudino et al. [7] untersuchten ebenfalls MMCs mit einer Reinaluminiummatrix, die mit 30 bzw. 50 Vol.-% metallischen Glaspartikeln $\text{Al}_{85}\text{Y}_8\text{Ni}_5\text{Co}_2$ verstärkt waren, die aus gemahlene Bändern hergestellt wurden. Die Partikel wurden durch Heißpressen und Heißextrusion eingebettet. Die Druckfestigkeit wurde von 155 MPa auf 255 MPa (30 Vol.-%) bzw. 295 MPa (50 Vol.-%) erhöht. Die homogene Partikelverteilung bei niedrigen Volumengehalten trug wesentlich zur Eigenschaftsverbesserung bei, während bei höheren Volumengehalten Clusterbildung auftrat.

Wang et al. [95] berichteten über MMCs aus der Aluminiumlegierung EN AW-7075, die mit nano- und mikrometergroßen metallischen Glaspartikeln aus $\text{Zr}_{65}\text{Cu}_{18}\text{Ni}_7\text{Al}_{10}$ verstärkt wurden. Der MMC wurden mittels Spark Plasma Sintering (SPS) hergestellt. Die 0,2%-Stauchgrenze wurde von 168 MPa auf 366 MPa und die Druckfestigkeit von 326 MPa auf 471 MPa erhöht. Die Partikel waren durch eine 2–3 nm dicke Interdiffusionsschicht mit der Matrix verbunden, was die Lastübertragung unterstützte.

Dudina et al. [8] stellten MMCs mit einer Al-Fe-Mg-Si-Legierung (A520) und 15 Vol.-% metallischen Glaspartikeln $\text{Cu}_{54}\text{Zr}_{36}\text{Ti}_{10}$ aus geschnittenen und gemahlene Bändern her. Die Herstellung durch Hochfrequenzinduktionssintern bei 720 K verhinderte die Kristallisation des Glases. Die durchgeführten Druckversuche zeigen, dass die 0,2%-Stauchgrenze der Matrix von 190 MPa auf 580 MPa erhöht wurde. Neben der Lastübertragung trugen Versetzungs- und Mischkristallverfestigung zur Festigkeitssteigerung bei.

Jayalakshmi et al. [103] untersuchten den Einfluss des Verstärkungsvolumenanteils (5–25 %) metallischer Glaspartikel $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{40}$ in MMCs mit reiner Al-Matrix. Die Ergebnisse zeigten eine Erhöhung der 0,2%-Dehngrenze von 80 MPa (Matrix) auf 155 MPa (25 Vol.-% metallisches Glas) sowie eine Verbesserung der Zugfestigkeit. Die Glaspartikel waren gleichmäßig verteilt, wodurch die mechanischen Eigenschaften der Verbundwerkstoffe verbessert wurden.

Scudino et al. [10] untersuchten MMCs mit einer Reinaluminiummatrix, die mit 40 bzw. 60 Vol.-% metallischen Glaspartikeln $\text{Zr}_{57}\text{Ti}_8\text{Nb}_{2,5}\text{Cu}_{13,9}\text{Ni}_{11,1}\text{Al}_{7,5}$ verstärkt und durch mechanisches Legieren hergestellt wurden. Die Druckfestigkeit stieg von 155 MPa auf

250 MPa (60 Vol.-% metallisches Glas). Nach Erreichen der Druckfestigkeit traten deutliche plastische Verformungen in der Matrix und parallele Risse in den Partikeln auf.

Lee et al. [98, 104] berichteten über schmelzmetallurgisch hergestellte MMCs mit einer Aluminiumlegierung A356, die mit kaltgepressten $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Glasbändern verstärkt wurden. Bei einem Verstärkungsvolumengehalt von 36 % erhöhte sich die 0,2%-Dehngrenze von 129 MPa (Matrix) auf 230 MPa. Die amorphe Struktur des Glases blieb während des Herstellungsprozesses erhalten.

Lichtenberg et al. [9] verwendeten metallische Glasplättchen $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ zur Verstärkung einer AlSi12-Matrix, wobei der Verstärkungsanteil zwischen 9,4 % und 14,3 % liegt. Zur Herstellung des Verbundes wurden die metallischen Glasplättchen kaltgepresst und anschließend mit der AlSi12-Matrix infiltriert. Es konnte eine Steigerung des E-Moduls von 77 GPa (Matrix) auf 85–95 GPa im Verbund erreicht werden. Ebenso zeigten die durchgeführten Druckversuche, dass die 0,2%-Stauchgrenze der Matrix von 150 MPa auf 163–178 MPa im Verbund erhöht wurde. Die Steifigkeit und Festigkeit ist dabei abhängig von der Plättchenorientierung sowie dem Verstärkungsanteil.

Zusammenfassend zeigen die Untersuchungen, dass die mechanischen Eigenschaften von MMCs mit metallischen Gläsern stark von der Form der Verstärkungsphase (Partikel, Bänder, Nano- oder Mikrometergröße) und der Verarbeitungsmethode abhängen. Optimierte Herstellungsverfahren wie SPS, Heißextrusion und schmelzmetallurgische Verfahren ermöglichen die Herstellung von MMCs mit hervorragender Festigkeit und plastischer Verformbarkeit.

2.2.3 Analytische Modellierung

Im Folgenden werden, die in dieser Arbeit verwendeten analytischen mikro- und thermomechanischen Modelle zur Abschätzung des E-Moduls bzw. des thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Verbundwerkstoffen vorgestellt. Die numerische Modellierung wird in Kapitel 5 vorgestellt.

2.2.3.1 Mikromechanische Modelle

Die elastischen Eigenschaften eines Verbundwerkstoffes hängen direkt von den elastischen Eigenschaften seiner Einzelkomponenten ab, wobei der E-Modul und die Querkontraktionszahl eine zentrale Rolle spielen. Es gibt verschiedene Modelle zur Abschätzung des E-Moduls eines Verbundes auf Basis der Eigenschaften seiner Komponenten.

Voigt-Modell:

Das Voigt-Modell [105], auch als lineare Mischungsregel bekannt, ist die einfachste Möglichkeit den E-Modul zu berechnen. Es kann angewendet werden, wenn Matrix und Verstärkungsphase die gleiche Dehnung (iso-Dehnungs-Modell) aufweisen, was insbesondere bei einer Ausrichtung der Fasern in Belastungsrichtung der Fall ist. Es stellt grundsätzlich die theoretische Obergrenze für die Steifigkeit eines Verbundes bei homogener Belastung dar [106]. Der E-Modul des Verbundes (E_c) lässt sich mit Formel 2.9 aus dem Verstärkungsvolumenanteil (V_r), sowie dem E-Modul der Matrix (E_m) und der Verstärkungsphase (E_r) berechnen [5].

$$E_c = (1 - V_r)E_m + V_rE_r \quad 2.9$$

Reuss-Modell:

Das Reuss-Modell [107], auch inverse Mischungsregel genannt, kann angewendet werden, wenn die Beanspruchung senkrecht zur Faserorientierung erfolgt. Der E-Modul berechnet sich nach Formel 2.10 aus dem Kehrwert der linearen Mischungsregel und bildet damit die theoretische Untergrenze für die Steifigkeit des Verbundes [5].

$$\frac{1}{E_c} = \frac{(1 - V_r)}{E_m} + \frac{V_r}{E_r} \quad 2.10$$

Hill-Modell:

Das Hill-Modell [108] ist eine Näherung, die häufig für isotrope partikelverstärkte Verbunde zum Einsatz kommt und berechnet sich aus dem Mittelwert des Voigt- und Reuss-Modells (Formel 2.11).

$$E_c = \frac{E_{c,Reuss} + E_{c,Voigt}}{2} \quad 2.11$$

Ravichandran-Modell:

Das Ravichandran-Modell [109] wird zur Berechnung einer oberen und unteren Grenze des E-Moduls von partikelverstärkten Verbundwerkstoffen verwendet. Das Modell berücksichtigt eine periodische Anordnung kubischer Verstärkungspartikel, die homogen in der Matrix verteilt sind. Es eignet sich besonders für Verbundwerkstoffe, bei denen die Komponenten stark unterschiedliche Elastizitätsmodule aufweisen, und liefert in solchen Fällen genauere Ergebnisse als das Hashin-Shtrikman-Modell. Die Ober- und Untergrenzen (Formel 2.12 – 2.13) werden aus den Elastizitätsmodulen der Matrix (E_m) und der Verstärkungsphase (E_r) sowie dem Parameter (c) nach Formel 2.14 berechnet.

$$E_{c,oben} = \frac{(E_r E_m + E_m^2 (1+c)^2 - E_m^2)(1+c)}{(E_r - E_m)c + E_m(1+c)^3} \quad 2.12$$

$$E_{c,unten} = \frac{(c E_r E_m + E_m^2)(1+c)^2 - E_m^2 + E_r E_m}{(c E_r - E_m)(1+c)^2} \quad 2.13$$

$$c = \left(\frac{1}{V_r}\right)^{\frac{1}{3}} - 1 \quad 2.14$$

Hashin-Shtrikman-Modell:

Das Hashin-Shtrikman-Modell [110] kann ebenfalls bei partikelverstärkten Verbunden angewendet werden, die makroskopisch isotrop sind. In dem Modell wird davon ausgegangen, dass die Partikel vollständig von der Matrix umgeben sind und sich nicht berühren. Es wird zunächst eine Ober- und Untergrenze für den Kompressionsmodul (K_c)

und Schubmodul (G_c) anhand der Verstärkungsphase (K_r) und (G_r), der Matrix (K_m) und (G_m), sowie dem Verstärkungsvolumengehalt (V_r) berechnet (Formel 2.15 – 2.18) [5].

$$K_{c,oben} = K_r + (1 - V_r) \left(\frac{1}{K_m - K_r} + \frac{3V_r}{3K_r + 4G_r} \right)^{-1} \quad 2.15$$

$$K_{c,unten} = K_m + V_r \left(\frac{1}{K_r - K_m} + \frac{3(1 - V_r)}{3K_m + 4G_m} \right)^{-1} \quad 2.16$$

$$G_{c,oben} = G_r + (1 - V_r) \left(\frac{1}{G_m - G_r} + \frac{6V_r(K_r + 2G_r)}{5G_r(3K_r + 4G_r)} \right)^{-1} \quad 2.17$$

$$G_{c,unten} = G_m + V_r \left(\frac{1}{G_r - G_m} + \frac{6(1 - V_r)(K_m + 2G_m)}{5G_m(3K_m + 4G_m)} \right)^{-1} \quad 2.18$$

Mit den ermittelten Werten kann die Ober- und Untergrenze des E-Moduls berechnet werden (Formel 2.19 – 2.20). Die obere Grenze wird erreicht, wenn die steifere Phase eine durchgehende Struktur bildet, während die untere Grenze entsteht, wenn die weniger steife Phase die durchgehende Struktur darstellt und die steife Phase als „Einschlüsse“ wirkt.

$$E_{c,oben} = \frac{9K_{c,oben}}{1 + 3 \left(\frac{K_{c,oben}}{G_{c,oben}} \right)} \quad 2.19$$

$$E_{c,unten} = \frac{9K_{c,unten}}{1 + 3 \left(\frac{K_{c,unten}}{G_{c,unten}} \right)} \quad 2.20$$

Die bisher genannten Modelle nach Voigt, Reuss, Hill, Ravichandran und Hashin-Shtrikman beziehen sich auf faser- bzw. partikelverstärkte Verbundwerkstoffen und bieten somit lediglich eine Annäherung für Durchdringungsverbunde.

Tuchinskii-Modell:

Das Tuchinskii-Modell [111] wurde zur Berechnung des E-Moduls von Durchdringungsverbunden entwickelt und basiert auf der Theorie der effektiven Medienapproximation. Das Tuchinskii-Modell betrachtet eine zweiphasige, sich gegenseitig durchdringende Skelettstruktur (Einheitszelle genannt), bei der ein Würfel der

Phase (f_2) in den Hohlraum eines größeren Würfels der Phase (f_1) gefüllt wird. Die Abmessungen dieser Würfel werden durch die Volumenanteile der einzelnen Phasen gesteuert. Eine sich wiederholende Anordnung von Einheitswürfeln bildet somit eine sich gegenseitig durchdringende Skelettstruktur. Die Volumenanteile der einzelnen Phasen lassen sich mit Hilfe des Parameters (c) nach Formel 2.21 und Formel 2.22 berechnen [112].

$$f_1 + f_2 = 1 \quad 2.21$$

$$f_2 = (3 - 2c)c^2 \quad 2.22$$

Anschließend kann die Ober- und Untergrenze des E-Moduls im Verbund berechnet werden (Formel 2.23 – 2.24).

$$E_{c,oben} = E_1 \left(\frac{1 - c}{(1 - c^2) + \left(\frac{E_2}{E_1}\right) c^2} + \frac{c}{(1 - c)^2 + \left(\frac{E_2}{E_1}\right) (2 - c)c} \right)^{-1} \quad 2.23$$

$$E_{c,unten} = E_1 \left((1 - c^2) + \left(\frac{E_2}{E_1}\right) c^2 + \frac{2 \left(\frac{E_2}{E_1}\right) c(1 - c)}{c + \left(\frac{E_2}{E_1}\right) (1 - c)} \right) \quad 2.24$$

2.2.3.2 Thermomechanische Modelle

Der thermische Ausdehnungskoeffizient eines Verbundwerkstoffes kann im Bereich niedriger Temperaturen (bis etwa 100 °C) mit folgenden thermomechanischen Modellen abgeschätzt werden.

Lineare Mischungsregel:

Wie bei der Abschätzung der elastischen Konstanten ist die einfachste Methode zur Berechnung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten die lineare Mischungsregel (engl.: rule of mixture, ROM) [113]. Hierbei wird davon ausgegangen, dass sich die Grenzflächen zwischen den beiden Phasen elastisch verhalten. Der thermische Ausdehnungskoeffizient des Verbundes (α_c) berechnet sich aus dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten der

Matrix (α_m) und der Verstärkungsphase (α_r) sowie dem Verstärkungsvolumenanteil (V_r) nach Formel 2.25.

$$\alpha_c = \alpha_r V_r + \alpha_m (1 - V_r) \quad 2.25$$

Shapery-Modell:

Dem Shapery-Modell [114] liegt die Bedingung zugrunde, dass der Kompressionsmodul (K_m) und der thermische Ausdehnungskoeffizient der Matrix (α_m) größer sind als (K_r) und (α_r) der Verstärkungsphase. Aus den Ober- und Untergrenzen des Kompressionsmodul (vgl. Formel 2.15 und Formel 2.16) können die Grenzwerte des thermischen Ausdehnungskoeffizienten im Verbund berechnet werden (Formel 2.26 – 2.27) [5].

$$\alpha_{c,oben} = \alpha_r V_r + \alpha_m V c_m + \left(\frac{4G_m}{K_{c,unten}} \right) \left(\frac{K_{c,unten} - K_r}{4G_m + 3K_r} (\alpha_m - \alpha_r) V_r \right) \quad 2.26$$

$$\alpha_{c,unten} = \alpha_r V_r + \alpha_m V_m + \left(\frac{4G_r}{K_{c,oben}} \right) \left(\frac{K_{c,oben} - K_m}{4G_r + 3K_m} (\alpha_r - \alpha_m) V_m \right) \quad 2.27$$

Während sich der obere Grenzwert auf Verbundwerkstoffe mit isolierter Verstärkungsstruktur (z. B. Partikel) bezieht, gibt der untere Grenzwert den thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Verbundwerkstoffen mit dreidimensionaler Verstärkungsstruktur (z. B. Schäume) wieder.

Turner-Modell

Das Turner-Modell [115] bezieht sich auf die Abschätzung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Verbunden mit kontinuierlicher bzw. durchdringender Verstärkungsstruktur. Es wird von einer homogenen Dehnungsverteilung im gesamten Verbund und einem Gleichgewicht der internen Spannungen ausgegangen, wobei Schubverformungen vernachlässigt werden [116]. Es wird ebenfalls mit Hilfe des Kompressionsmoduls der Matrix (K_m) der Verstärkungsphase (K_r) berechnet (Formel 2.28). Das Modell nimmt eine homogene Dehnungsverteilung an.

$$\alpha_c = \frac{\alpha_m V_m K_m + \alpha_r V_r K_r}{V_m K_m + V_r K_r} \quad 2.28$$

Kerner-Modell:

Bei der Anwendung des Kerner-Modells [117] wird von einer sphärischen Verstärkungsstruktur mit einer homogenen und isotropen Verteilung in der Matrix ausgegangen. Aufgrund der Partikelverstärkung bietet dieses Modell lediglich eine Annäherung für Durchdringungsverbunde. Der Ausdehnungskoeffizient berechnet sich nach der Formel 2.29.

$$\alpha_c = \alpha_m - (\alpha_m - \alpha_r)V_r \left(\frac{K_r(3K_m + 4G_m)}{K_m(3K_r + 4G_m) + 4(K_r - K_m)G_mV_r} \right) \quad 2.29$$

Wakashima-Modell:

Das Wakashima-Modell [118] bietet eine Abschätzung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten für einen Verbund mit einer Verstärkungsphase in einer plättchenförmigen Struktur. Die thermische Ausdehnung wird einmal entlang der Plättchenorientierung und einmal quer dazu mit folgenden Formeln 2.30 – 2.31 betrachtet.

$$\begin{aligned} \alpha_{c,entlang} &= \alpha_m(1 - V_r) + \alpha_r V_r + (\alpha_r - \alpha_m)V_r(1 - V_r) \\ &\quad \times \left(\frac{(1 - \nu_m)E_r - (1 - \nu_r)E_m}{(1 - V_r)(1 - \nu_r)E_m + V_r(1 - \nu_m)E_r} \right) \end{aligned} \quad 2.30$$

$$\begin{aligned} \alpha_{c,senkrecht} &= \alpha_m(1 - V_r) + \alpha_r V_r + (\alpha_r - \alpha_m)V_r(1 - V_r) \\ &\quad \times \left(\frac{2(\nu_r E_m - \nu_m E_r)}{(1 - V_r)(1 - \nu_r)E_m + V_r(1 - \nu_m)E_r} \right) \end{aligned} \quad 2.31$$

Mit diesem Modell lässt sich eine mögliche Anisotropie in einem Durchdringungsverbund abschätzen.

2.3 Ableitung wissenschaftlicher Fragestellungen

Im Rahmen dieser Arbeit sollen folgende wissenschaftliche Fragestellungen beantwortet werden:

- Kann aus dem pulverförmigen metallischen Glas $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ eine offenporige und mechanisch stabile Gitterstruktur mittels pulverbettbasiertem Laserstrahlschmelzen hergestellt werden?
- Welchen Einfluss hat der Lasersinterprozess auf die mikrostrukturellen Eigenschaften und insbesondere amorphe Struktur des metallischen Glases bzw. bleibt diese erhalten?
- Kann anschließend die Preform in einem Gasdruckinfiltrationsprozess mit einer Aluminiumgusslegierung infiltriert werden, ohne seinen amorphen Charakter zu verlieren?
- Welche mikrostrukturellen, mechanische und thermische Eigenschaften weisen die Preform und der Verbund auf? Wie können diese modellhaft beschrieben werden?
- Wie gut ist die Grenzflächenanbindung zwischen dem metallischen Glas und der Matrix und welches Schädigungsverhalten weist der Verbund unter Druckbeanspruchung auf?

3 Material und Verbundherstellung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein Durchdringungsverbund bestehend aus einer Aluminiumgusslegierung (AlSi12) und einem metallischen Glas ($\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$) hergestellt. Im Folgenden werden die verwendeten Werkstoffe (Kapitel 3.1 und 3.3), sowie die Herstellung der Preform aus metallischem Glas (Kapitel 3.2) und der anschließende Infiltrationsprozess (Kapitel 3.4) im Detail beschrieben. Zur Qualitätssicherung des Prozesses wurden das Ausgangspulver, die Preform alleine und im infiltrierten Verbund mittels Röntgendiffraktometrie, Rasterelektronenmikroskopie und dynamischer Differenzkalorimetrie kontinuierlich charakterisiert, um zu dokumentieren, inwieweit der amorphe Zustand entlang der Prozesskette erhalten bleibt.

3.1 Verstärkungsmaterial metallisches Glas

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein metallisches Glas mit der Legierung $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ ($\text{TaNi}_{39,1}\text{Nb}_{20,7}$ Gew.-%) als Verstärkungswerkstoff eingesetzt. Die Zusammensetzung der Legierung wird zur Vereinfachung in einem binären Ni-Nb-Phasendiagramm betrachtet, das in Abbildung 3.1 dargestellt ist.

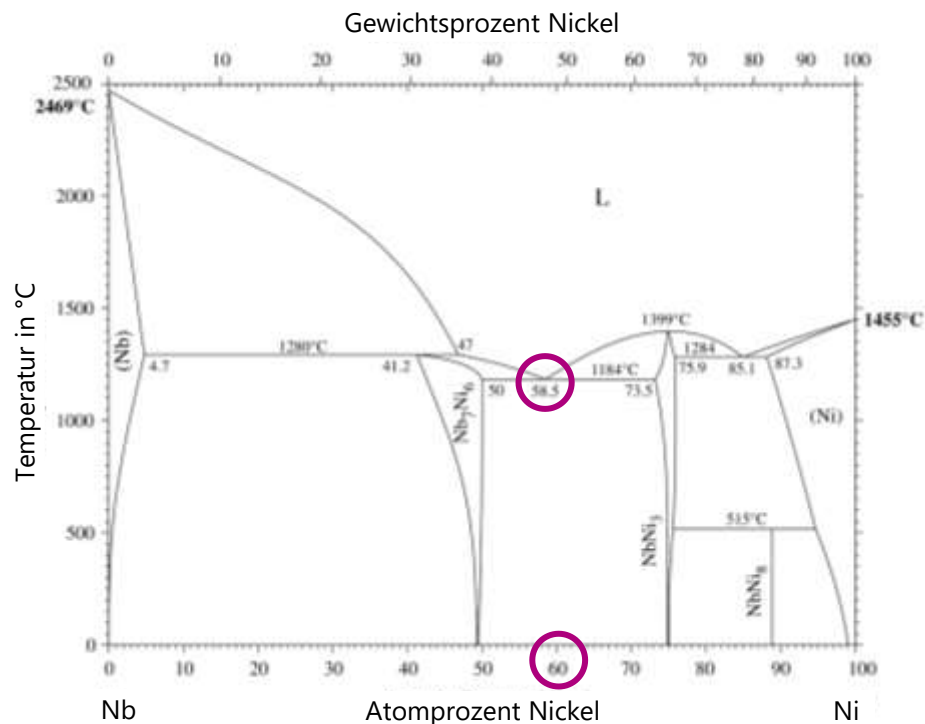


Abbildung 3.1: Binäres Ni-Nb-Phasendiagramm nach [119] mit nachträglicher Markierung des eutektischen Punktes und der Zusammensetzung des verwendeten Materials.

Eine Multikomponentenlegierung sollte zum Hervorbringen guter Glas-Former eine Zusammensetzung nahe dem eutektischen Punkt aufweisen [120]. Xia et al. [120] untersuchten mittels Röntgendiffraktometrie (engl.: X-ray diffraction, XRD) die amorphe Struktur und damit auch die Glasbildungsfähigkeit verschiedener Zusammensetzungen von Ni-Nb-Legierungen. Von diesen weist die Legierung $\text{Ni}_{62}\text{Nb}_{38}$ die ausgeprägteste amorphe Phase auf, die bei einem etwas höheren Nickelgehalt als dem eutektischen Punkt ($\text{Ni}_{58,5}\text{Nb}_{41,5}$) liegt. Das im Rahmen dieser Arbeit untersuchte Glas liegt mit 60 at.-% Nickel zwischen diesen beiden Punkten. Das Ni-Nb-System besitzt aufgrund seiner starken zwischenatomaren Wechselwirkung eine stabile amorphe Struktur bis zu einer Temperatur

von 930 K, was deutlich über dem Wert anderer, viel genutzter Vertreter wie beispielsweise Ni-Zr-, Ni-P- oder Cu-Zr-basierten metallischen Gläsern liegt. Diese behalten ihren Glaszustand üblicherweise nur bis zu einer Temperatur von unter 750 K [121].

Aufgrund ihrer ähnlichen Atomradien, $r_{\text{Nb}} = 1,64 \text{ \AA}$ und $r_{\text{Ta}} = 1,70 \text{ \AA}$ [122], kann das Niob durch Tantal substituiert werden. Werden die ähnlichen Mischungsenthalpien von Ni-Nb mit $\Delta H(\text{Ni/Nb}) = -143 \text{ kJ/mol}$ [64] und Ni-Ta mit $\Delta H(\text{Ni/Ta}) = -133 \text{ kJ/mol}$ [64], sowie die hohen Schmelzpunkte $T_{\text{m,Nb}} = 2477 \text{ °C}$ und $T_{\text{m,Ta}} = 3017 \text{ °C}$ [123], in die Betrachtung mit einbezogen, verspricht diese Substitution eine Erhöhung der thermischen Stabilität der resultierenden Legierung [64, 121]. Lee et al. [64] zeigte, dass die GFA von Legierungen der Zusammensetzung $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{40-x}\text{Ta}_x$ ($x = 0,3; 0,5; 10; 20 \text{ at.-%}$) proportional zum steigenden Tantal-Anteil ist. Diese Optimierung der GFA kann auf die signifikant verbesserte Stabilität der amorphen Phase gegenüber der Kristallisation zurückgeführt werden und erreicht ihr Maximum bei einem Tantal-Anteil von 20 at.-%. Der mögliche Unterkühlungsgrad dieser Legierung liegt bei einem Wert von $\Delta T_x = 30 - 80 \text{ K}$. Gleichzeitig sinken die Korrosionsraten und korrosionsbedingten Gewichtsverluste von Ni-Nb-Legierungen bei einem Anteil von 20% Tantal in konzentrierter Salzsäure auf ein nicht mehr messbares Niveau [124]. Die Eigenschaften der einzelnen Legierungselemente sind zusammenfassend in Tabelle 3.1 aufgelistet.

Tabelle 3.1: Eigenschaften der Legierungselemente Nickel, Niob und Tantal.

	Nickel	Niob	Tantal
Atomare Masse [123]	58,7 u	92,9 u	180,9 u
Schmelzpunkt [123]	1455 °C	2477 °C	3017 °C
Dichte (25 °C) [123]	8,90 g/cm ³	8,57 g/cm ³	16,4 g/cm ³
Kovalenter Atomradius [122]	1,24 Å	1,64 Å	1,70 Å
Kristallstruktur [125]	fcc	bcc	bcc

Des Weiteren kann die Legierung, auf die in Kapitel 2.1.1 genannten Kriterien der GFA geprüft werden. Die Legierung gehört mit nur drei beteiligten Elementen zu den Systemen mit wenigen Komponenten in der Materialklasse der metallischen Gläser, erfüllt aber die

Mindestanforderung von drei Komponenten. Die empfohlene Atomgrößendifferenz der Hauptlegierungselemente von mindestens 12 % wird ebenfalls übertroffen. Der kovalente Atomradius von Niob und Tantal übertrifft den von Nickel um 33 % bzw. 37 %, wodurch die Stabilität des Glaszustandes gesteigert wird. Ebenfalls sind die Mischungsenthalpien von Nickel gegenüber seinen Legierungspartnern in beiden Fällen negativ.

Die Herstellung der Legierung $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ erfolgte durch das Fraunhofer Institut für Fertigungstechnik und angewandte Materialforschung IFAM (Dresden, Deutschland). Die Legierungselemente Nickel, Niob und Tantal mit einem Reinheitsgrad von 99,5 % wurden unter Argon-Schutzgasatmosphäre induktiv aufgeschmolzen und in Kupferkokillen zu zylindrischen Stäben mit einem Durchmesser von 35 mm und eine Länge von 200 mm abgegossen. Die Weiterverarbeitung der Stäbe zu einem amorphen Pulver erfolgte in einem Gasverdünnungsprozess durch die Firma Nanoval GmbH & Co.KG (Berlin, Deutschland). Das Nanoval-Verfahren ist tiegelfrei [126], weshalb die Enden der Stäbe zunächst durch Drahterodieren in eine Pyramidenform gebracht werden. Bei der Gasverdünnung wird die Spitze des Stabes induktiv aufgeschmolzen und unter Argon-Schutzgasatmosphäre verdüst. Die anschließende schnelle Abkühlung auf Raumtemperatur lässt die Legierung amorph erstarren. Das Endprodukt war ein Pulver aus metallischem Glas mit einer mittleren Korngrößenverteilung von $d_{50} = 44 \mu\text{m}$ ($d_{10} = 28 \mu\text{m}$, $d_{90} = 69 \mu\text{m}$). Die genaue Korngrößenverteilung befindet sich im Anhang 1.

Um die amorphe Struktur des Pulvers zu bestätigen, wurde eine XRD-Messung entsprechend den Messparametern in Kapitel 4.1.1 durchgeführt. Das daraus resultierende Diffraktogramm ist in Abbildung 3.2 (a) abgebildet und das breite, diffuse Maximum bei circa $42,5^\circ$ ohne scharfe, kristalline Interferenzlinien bestätigt die amorphe Struktur des metallischen Glases. Die Abbildung 3.2 (b) zeigt eine Aufnahme des Pulvers ($d_{50} = 44 \mu\text{m}$) im Rasterelektronenmikroskop (REM). Das Pulver weist eine überwiegend kugelförmige Partikelmorphologie auf.

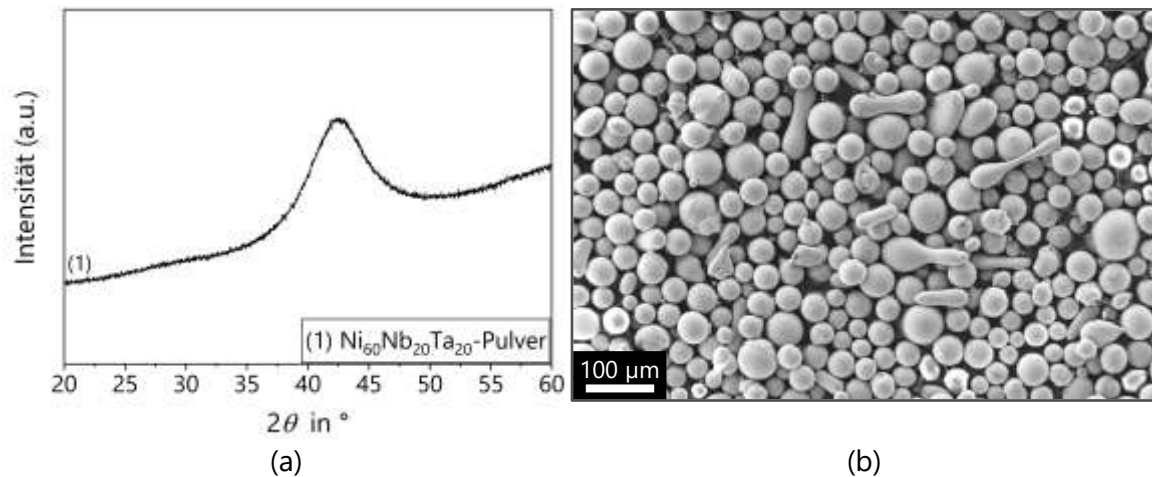


Abbildung 3.2: $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Pulver analysiert mittels (a) XRD-Messung und (b) REM [127].

3.2 Herstellung der Preform

Für die Herstellung der offenporigen Preform aus metallischem Glas wurde das LPBF-Verfahren gewählt. Mit diesem Verfahren kann die Geometrie und damit die Porengröße sowie die Porosität der Preform durch die Übergabe einer definierten Geometrie an den 3D-Drucker gezielt eingestellt werden. Dadurch kann eine hohe Reproduzierbarkeit der hergestellten Proben erreicht werden.

Die Weiterverarbeitung des amorphen Pulvers zu einer offenporigen Preform mit gitterartiger Struktur mittels LPBF erfolgte in Kooperation mit Steffen Czink vom Lehrstuhl Fertigung und Bauteilverhalten (Institut für Angewandte Materialien – Werkstoffkunde, Karlsruher Institut für Technologie KIT, Deutschland). Hierfür kam ein von der O.R. Lasertechnologie GmbH (Dieburg, Deutschland) entwickelter ORLAS Creator RM zum Einsatz. Die Anlage verfügt über einen Ytterbium-Faserlaser (YLM-150) mit einer maximalen Leistung von 250 W, einer Wellenlänge von 1070 nm und einer einstellbaren Spotgröße von 40–160 μm . Die Preform wurde ohne Vorerwärmung unter Argon-Schutzgasatmosphäre mit einem Restsauerstoffgehalt von $<0,2\%$ hergestellt. Als Druckplatte wurde eine zylindrische Edelstahlplatte (SS316L) mit einem Durchmesser von 110 mm und einer Dicke von 15 mm verwendet. Zur Entwicklung einer Herstellungsstrategie für eine zusammenhaltende, offenporige Preform mit gitterartigen

Struktur, in der das metallische Glas seine amorphe Struktur beibehält, wurden zwei Parameterstudien mit jeweils unterschiedlichen Druckstrategien und Druckparametern durchgeführt, die in Dittmann et al. [127] ausführlich beschrieben sind. Für die Parameterstudien wurde das metallische Glaspulver mit einer mittleren Korngrößenverteilung von $d_{50} = 44 \mu\text{m}$ verwendet, da der LPBF-Prozess ein rieselfähiges Pulver erfordert. Im Rahmen dieser Arbeit wird lediglich auf die final ermittelte Druckstrategie und die daraus resultierende Preform näher eingegangen.

Bei der finalen Druckstrategie, abgebildet in Abbildung 3.3, wurden die Gitterstrukturen mit einer bidirektionalen Schraffur ohne Perimeterscan und einem Laserspotdurchmesser von $40 \mu\text{m}$ gedruckt. Der Rotationswinkel der Schraffurvektoren zwischen zwei aufeinanderfolgenden Schichten wurde bei einer Schichtdicke von $100 \mu\text{m}$ auf 90° eingestellt, während der Schraffurabstand auf $400 \mu\text{m}$ festgelegt wurde. Die Druckparameter betragen eine Laserleistung von 200 W und eine Scangeschwindigkeit von 1000 mm/s . Die finalen Druckparameter sind in Tabelle 3.2 zusammengefasst dargestellt.

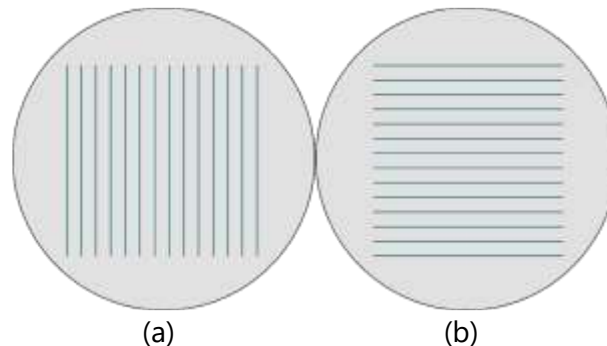


Abbildung 3.3: Finale Druckstrategie mit einer bidirektionalen Schraffur mit $400 \mu\text{m}$ Schraffurabstand und mit (a) Schicht n und (b) Schicht $n+1$ um 90° gedreht ohne Perimeterscan [127].

Tabelle 3.2: Finale Druckparameter für die Herstellung der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform.

	Leistung (W)	Geschwindigkeit (mm/s)	Schraffurabstand (μm)	Schichtdicke (μm)
$\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$-Preform	200	1000	400	100

Prozessbegleitend wurden XRD-Messungen, entsprechend der Beschreibung in Kapitel 4.1.1, an den gedruckten Preformen durchgeführt. In Abbildung 3.4(a) ist das Ergebnis

einer Probe der finalen Druckparameter, bezeichnet als $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform, im Vergleich zum $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Pulver abgebildet.

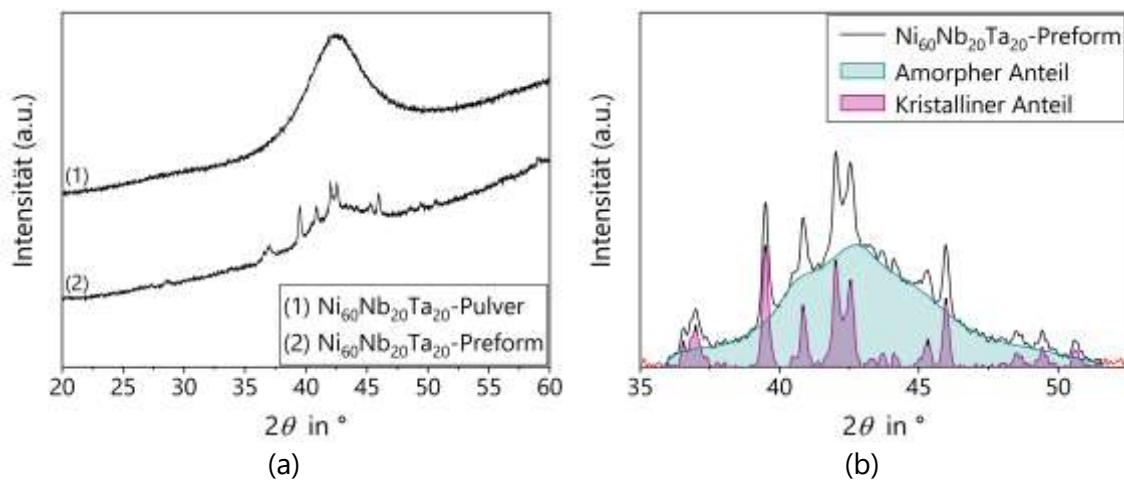


Abbildung 3.4: XRD-Diffraktogramm (a) der final gedruckten $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform im Vergleich zum $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Pulver [127] und (b) der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform zur Bestimmung des kristallinen Anteils.

Das Ergebnis der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform zeigt Kristallisationspeaks mit geringer Intensität, die das typische breite Maximum bei 42,5° überlagern. Dies deutet darauf hin, dass während des Druckprozesses partielle Kristallisation stattgefunden hat.

Der kristalline Anteil wurde mittels der Software OriginPro® Version 2023b von OriginLab Corporation (Northampton, MA, USA) bestimmt und ist in Abbildung 3.4(b) grafisch dargestellt. Es wurde zunächst das XRD-Ergebnis der Preform geglättet (Fast Fourier Transformation, 3 Punkte), anschließend eine Basislinie erzeugt und der darunter liegenden abgezogen. Daraufhin wurde im relevanten Bereich zwischen 35,8–51,6° der amorphe Anteil (dargestellt in Grün) und der kristalline Anteil (dargestellt in Rot) berechnet. Bei der Berechnung des kristallinen Anteils wurden Peaks berücksichtigt, die eine Schwellenwerthöhe von 17% überschreiten. Die berücksichtigten Peaks sind in Abbildung 3.4(b) mit einem schwarzen Strich an der Spitze kenntlich gemacht. Als Gesamtergebnis ergibt sich somit ein kristalliner Anteil von 14,72%.

Zur näheren Untersuchung des Gitteraufbaus der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform wurden REM-Aufnahmen quer und entlang der Aufbaurichtung aufgenommen. Die Aufnahme quer zur Aufbaurichtung ist in Abbildung 3.5(a) abgebildet und zeigt, dass einige der gedruckten Einzelschichten zusammengeschmolzen sind, so dass sich keine klare Gitterstruktur,

sondern ein säulenartiger Aufbau ergeben hat. In Abbildung 3.5 (b) ist eine REM-Aufnahme entlang der Aufbaurichtung zu sehen, die eine deutlich gleichmäßigere Gitterstruktur aufweist. Durch den unterschiedlichen Aufbau entlang und quer zur Aufbaurichtung ergibt sich insgesamt eine inhomogene bzw. anisotrope Gitterstruktur der Preform. Zudem ist in den ersten beiden Aufnahmen zu erkennen, dass während des Prozesses nicht aufgeschmolzene Pulverpartikel an den Gitterstreben fest gesintert sind.

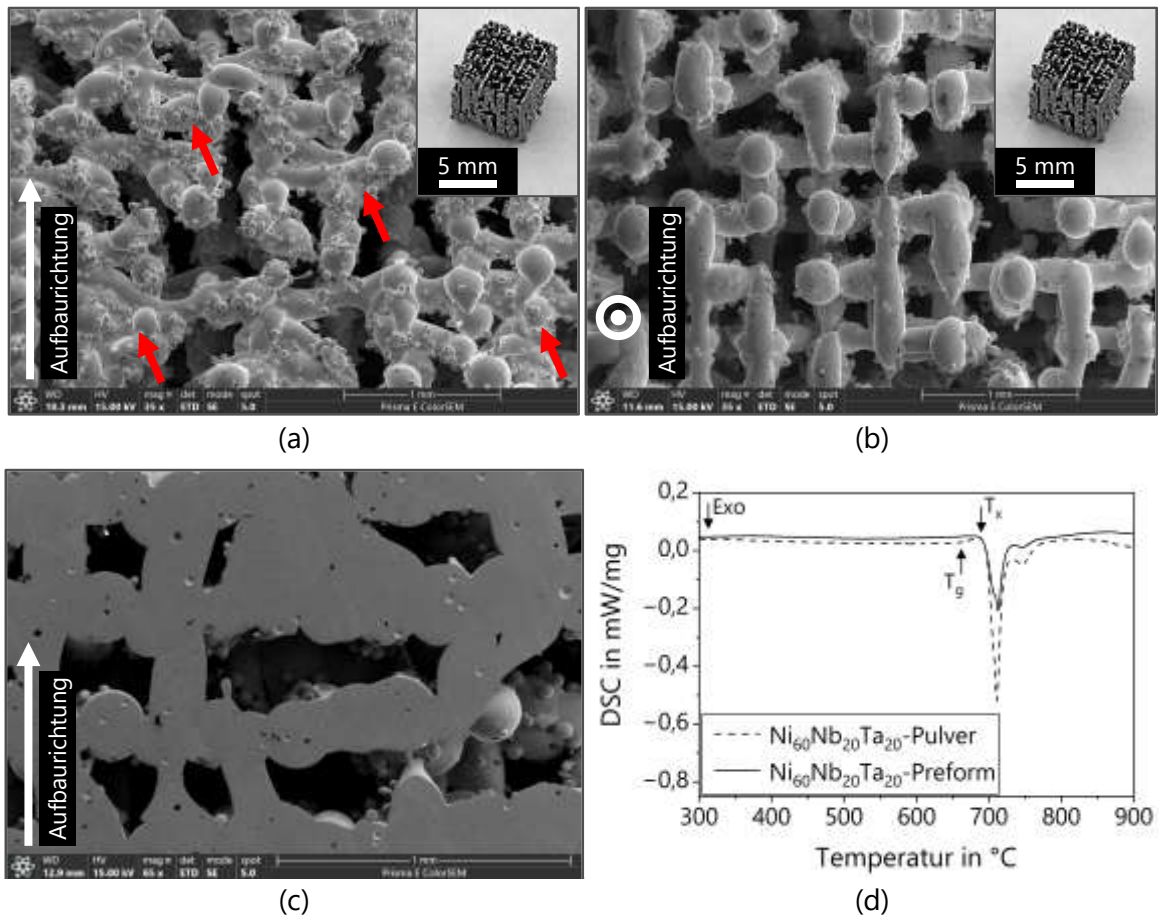


Abbildung 3.5: REM-Aufnahmen der gedruckten $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform (a) entlang der Aufbaurichtung mit ineinander geschmolzenen Schichten (markiert mit roten Pfeilen), (b) quer zur Aufbaurichtung und (c) im Querschnitt. Sowie (d) das Ergebnis der DSC-Messungen der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform im Vergleich zum $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Pulver [127].

Außerdem wurde eine REM-Aufnahme des Querschnitts, abgebildet in Abbildung 3.5 (c), aufgenommen. Diese zeigt, dass sich bei dem Druckvorgang eingeschlossene Gasporen im Inneren der Streben gebildet haben. Alle Messungen und Aufnahmen bestätigen, dass erfolgreich eine offenporige und zusammenhaltende, größtenteils amorphe, gitterartige

Preform hergestellt werden konnte, die für die Weiterverarbeitung zu einem Verbundwerkstoff geeignet ist. Hierfür wurden die finalen $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preformen mit einer Größe von $30 \times 30 \times 15 \text{ mm}^3$ gedruckt.

Um die thermische Stabilität hinsichtlich Glasübergangs- und Kristallisationstemperatur, sowie dem Bereich der unterkühlten Schmelze zu untersuchen, wurden Messungen mittels dynamischer Differenzkalorimetrie (engl.: differential scanning calorimetry, DSC) an der gedruckten $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform und dem unverarbeiteten $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Pulver entsprechend der Beschreibung in Kapitel 4.2.1 durchgeführt und ausgewertet. Um einen statistischen Wert zu erhalten, wurde jeweils fünf Proben gemessen. In Abbildung 3.5 (d) ist jeweils eine repräsentative Kurve dargestellt. Das DSC-Signal des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Pulvers zeigt eine endotherme Reaktion als Beginn des Glasübergangs bei $T_{g,\text{Pulver}} = 664,7 \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$. Bei der darauffolgenden exothermen Reaktion beginnt die Kristallisation der amorphen Phase ($T_{x,\text{Pulver}} = 697,0 \pm 0,2 \text{ }^\circ\text{C}$). Dies führt zu einem Bereich der unterkühlten Schmelze von circa $\Delta T_{x,\text{Pulver}} = 32,2 \text{ }^\circ\text{C}$. Die exotherme Reaktion ist gekennzeichnet durch zwei Peaks, die auf einen mehrstufigen Kristallisationsprozess hindeuten. Der erste und ausgeprägtere Peak liegt bei $T_{\text{Peak1},\text{Pulver}} = 710,6 \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$, der zweite und weniger ausgeprägte Peak bei $T_{\text{Peak2},\text{Pulver}} = 745,8 \pm 0,2 \text{ }^\circ\text{C}$. Die exotherme Reaktionsenthalpie des gesamten Kristallisationsprozesses beträgt $66,6 \pm 0,5 \text{ J/g}$. Die gedruckte $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform hingegen weist keinen klaren Beginn des Glasübergangs auf, weshalb hier kein genauer Wert für T_g bestimmt werden kann. Die exotherme Reaktion der Kristallisation beginnt bei $T_{x,\text{Preform}} = 694,3 \pm 0,2 \text{ }^\circ\text{C}$. Die Kristallisationspeaks liegen bei $T_{\text{Peak1},\text{Preform}} = 712,5 \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$ und $T_{\text{Peak2},\text{Preform}} = 746,1 \pm 0,4 \text{ }^\circ\text{C}$ und damit im gleichen Bereich wie für das unverarbeitete Pulver. Allerdings ist mit $40,4 \pm 2,6 \text{ J/g}$ die Kristallisationsenthalpie deutlich geringer und beträgt nur 61 % der exothermen Enthalpie des Pulvers. Diese Ergebnisse wurden in Dittmann et al. [127] veröffentlicht.

3.3 Matrixmaterial

Als Matrixmaterial kam die naheutektische Aluminiumgusslegierung AlSi12 zum Einsatz. Das entsprechende binäre Aluminium-Silizium-Phasendiagramm ist in Abbildung 3.6 dargestellt.

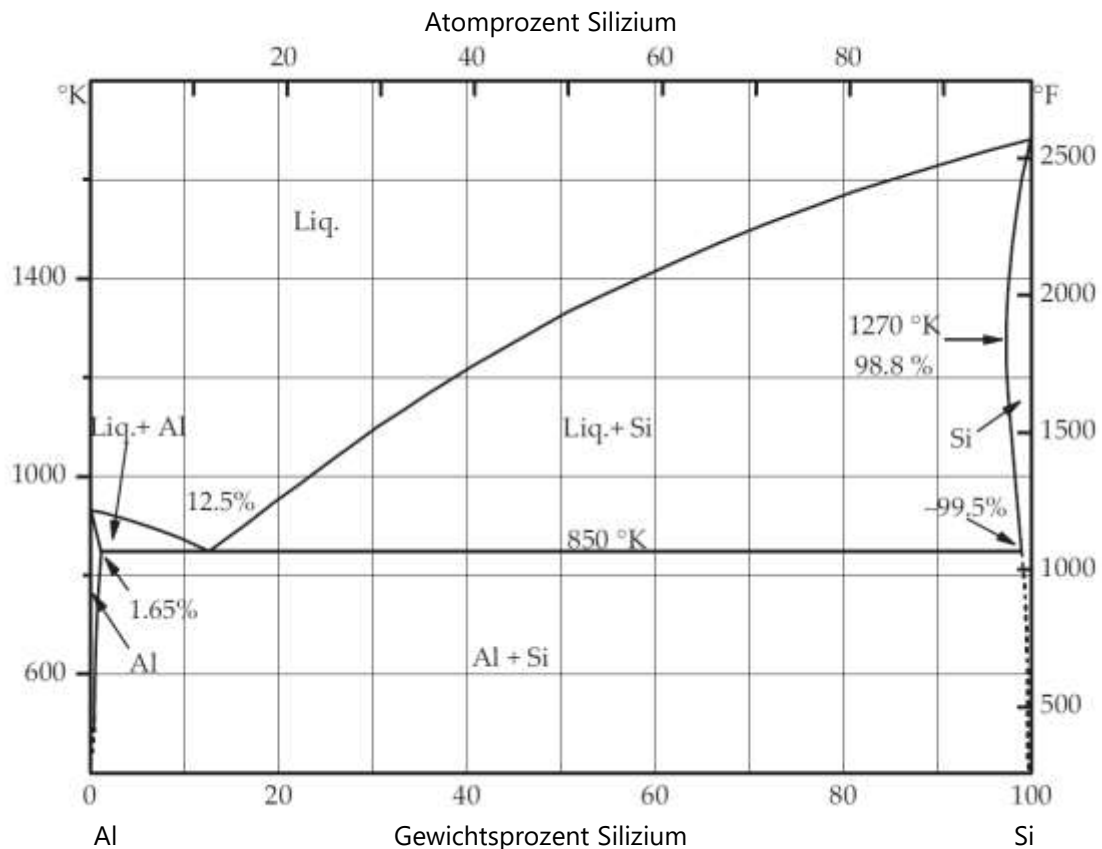


Abbildung 3.6: Binäres Aluminium-Silizium-Phasendiagramm, nach [93] und [128].

Die Legierung besitzt eine Schmelztemperatur von 577 °C im eutektischen Punkt bei einem Siliziumgehalt von 12,5 Gew.-%, wobei das Schmelzintervall zwischen 570–580 °C liegt [128]. Aufgrund vorteilhafter Eigenschaften wie gute Gießbarkeit, geringer Anfälligkeit für Lunker- und Warmrissbildung, sowie verbesserten mechanischen Eigenschaften mit höheren Festigkeiten gegenüber Reinaluminium, ist die Legierung in verschiedenen industriellen Anwendungen weit verbreitet [129].

3.4 Herstellung des Verbundwerkstoffs

Die Herstellung des Verbundwerkstoffes mit der gedruckten $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform als fester Ausgangsphase und der Aluminiumgusslegierungen AlSi12 als zu infiltrierende Phase erfolgte über einen Gasdruckinfiltrationsprozess an einer institutseigenen Infiltrationsanlage. Der schematische Aufbau der Anlage ist in Abbildung 3.7 dargestellt.

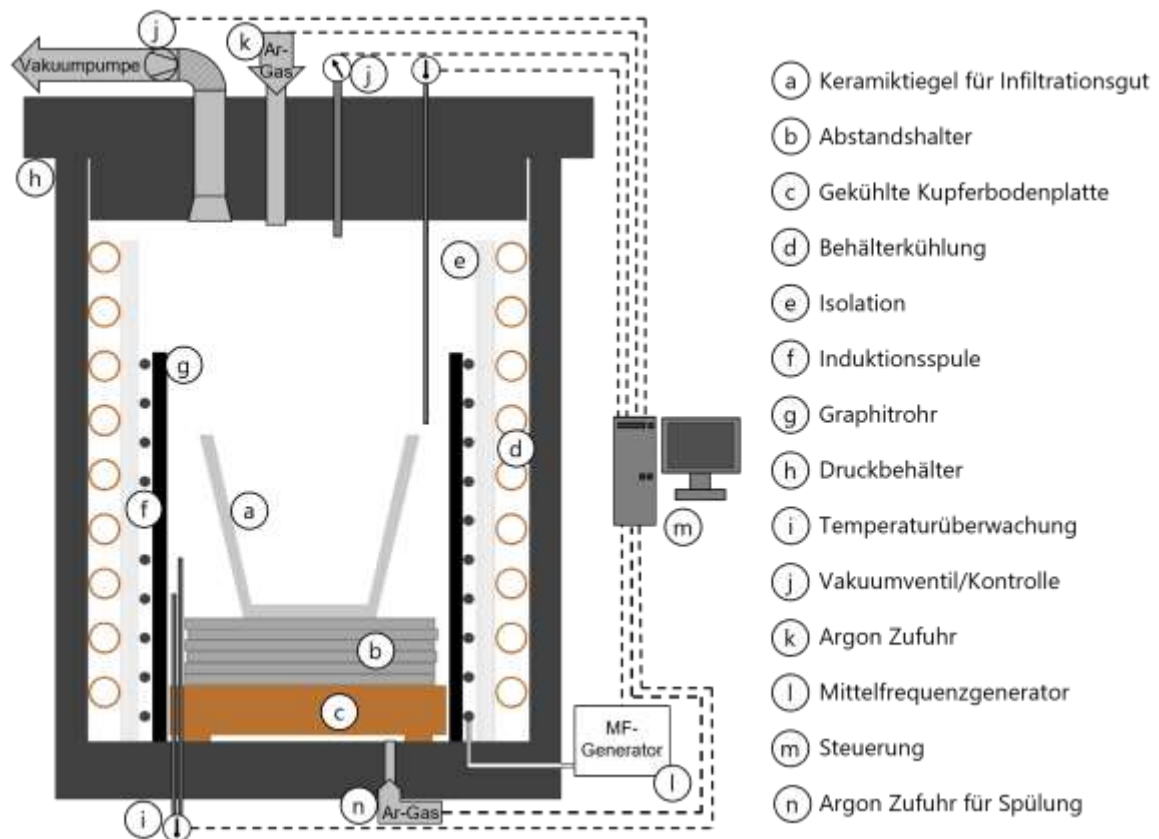


Abbildung 3.7: Schematischer Aufbau der institutseigenen Gasdruckinfiltrationsanlage nach [130].

Die Anlage besteht aus einem Druckbehälter (h) indem ein Keramiktiegel mit dem Infiltrationsgut (a) platziert werden kann. Geheizt wird die Anlage induktiv mittels einer Induktionsspule (f), die um ein Graphitrohr (g) gewickelt ist. Die Induktionsspule ist an einen Mittelfrequenzgenerator (l) der Firma Hilgefort-Stromversorgungssysteme (Rastatt, Deutschland) angeschlossen und wird mittels einer LabView®-Steuerung geregelt. Das für die Infiltration notwendige Vakuum wird mit einer Drehschieberpumpe der Firma Pfeiffer Vacuum (Ablar, Deutschland) erzeugt. Der benötigte Infiltrationsdruck wird über ein Ventil (k) im Deckel der Anlage aufgebracht und am Ende des Prozesses wird dieser über eine

Abgasleitung wieder abgebaut. Im Boden der Anlage ist ein weiteres Ventil (n) eingebaut das eine separate Schutzgaspülung im Druckbehälter ermöglicht.

In Abbildung 3.8 ist eine schematische Darstellung des Keramiktiegels mit dem Infiltrationsgut in verschiedenen Stadien des Infiltrationsprozesses abgebildet. Für die Infiltration wurde die quaderförmige $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform (3) so in einen konischen Keramiktiegel (1) platziert, dass sie nur an ihren Ecken in dem Tiegel aufliegt, siehe Abbildung 3.8(a). Über der Preform (3) wurde mit etwas Abstand eine Keramikplatte (2) mit einem Loch in der Mitte platziert und darauf das AlSi12 -Matrixmaterial (4). Dies ermöglichte eine gleichmäßige Infiltration der Preform nach Erreichen der Schmelztemperatur von allen Seiten (Abbildung 3.8(b)) und eine Reduktion der Gaseinschlüsse. Außerdem verhinderte die Keramikplatte ein mögliches Aufschwimmen der Preform (Abbildung 3.8(c)).

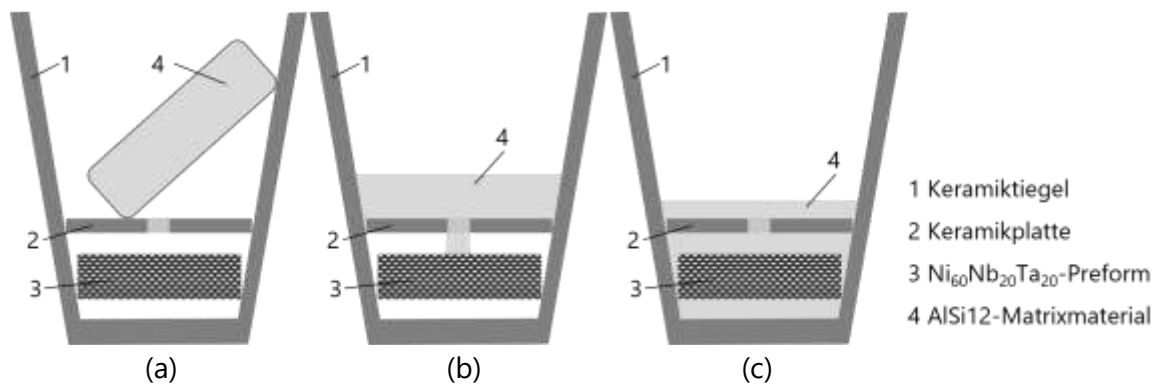


Abbildung 3.8: Schematische Darstellung des Tiegels mit dem Infiltrationsgut (a) bei Raumtemperatur, (b) bei der Schmelztemperatur mit flüssiger AlSi12 -Matrix und (c) im Erstarren Zustand nach der Abkühlung am Ende des Prozesses.

Der im Folgenden beschriebene Infiltrationsprozess wurde in Dittmann et al. [131] veröffentlicht. Vor dem Beginn des Infiltrationsprozesses wurde in der Infiltrationskammer mit dem darin platzierten Keramiktiegel ein Vakuum von 0,1mbar erzeugt und anschließend mit Argon gespült. Damit wurde der Restsauerstoff im Druckbehälter weitestgehend eliminiert, um zu verhindern, dass dieser vom metallischen Glas aufgenommen wird und dadurch die Kristallisationstemperatur kritisch absinkt. Nach erneutem Evakuieren auf ein Vakuum von 0,08mbar wurde die Infiltrationskammer mit einer Heizrate von 5,5K/min auf eine Infiltrationstemperatur von $T_P = 660^\circ\text{C}$ aufgeheizt.

Während des Aufheizens wurde das Vakuum in der Infiltrationskammer bei 0,1 mbar gehalten. Die Infiltrationstemperatur wurde so gewählt, dass sie oberhalb der Schmelztemperatur der AlSi12-Matrix (577 °C [128]) und unterhalb der experimentell ermittelten Kristallisationstemperatur des metallischen Glases (694 °C [127]) liegt. Die Temperatur wurde zwei Stunden lang gehalten, um die AlSi12-Matrix komplett aufzuschmelzen und die Schmelze zu homogenisieren. Anschließend wurde ein Infiltrationsdruck von 40 bar mit Argon aufgebracht und 10 Minuten lang gehalten, bevor die Infiltrationskammer auf Raumtemperatur abgekühlt wurde. Während des Abkühlvorgangs wurde der Prozessdruck aufrechterhalten, um der Bildung von Schwindungslunkern im Matrixmaterial vorzubeugen. Nach der Abkühlung auf Raumtemperatur konnte die infiltrierte Preform dem Keramikziegel entnommen werden (Abbildung 3.8(c)). Der gesamte Temperatur- und Druckverlauf des Infiltrationsprozesses ist in Abbildung 3.9(a) schematisch dargestellt.

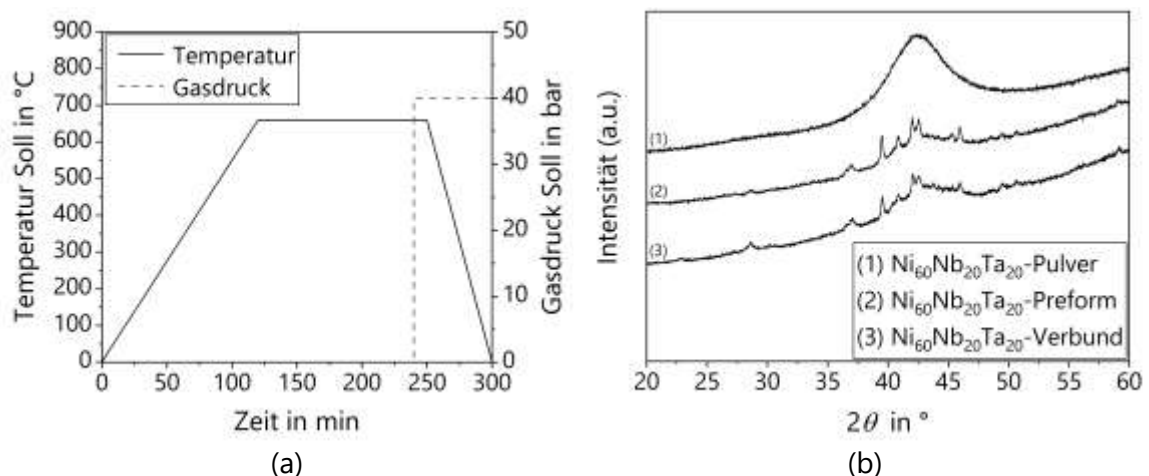


Abbildung 3.9: (a) Schematische Darstellung des Infiltrationsprozesses und (b) XRD-Diffraktogramm des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Verbunds nach dem Infiltrationsprozess im Vergleich zur $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform vor der Infiltration und zum $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Pulver [131].

Nach dem Infiltrationsprozess wurde das metallische Glas erneut mittels XRD, entsprechend der Beschreibung in Kapitel 4.1.1, hinsichtlich Kristallisation untersucht. Das Ergebnis ist in Abbildung 3.9(b) mit $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Verbund bezeichnet und wird mit den vorherigen XRD-Ergebnissen der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform und dem $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Pulver abgeglichen. Es ist zu erkennen, dass die eingebrachte Wärme während des Infiltrationsprozesses keine weitere Kristallisation im metallischen Glas verursacht hat. Da

die Infiltrationsrichtung der Aufbaurichtung der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform entspricht, wird im Folgenden ausschließlich der Begriff Aufbaurichtung verwendet.

4 Methoden der experimentellen Charakterisierung

Das folgende Kapitel beschreibt mikro- und makroskopische Charakterisierungsmethoden zur Untersuchung der Eigenschaften der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform aus metallischem Glas, sowie des infiltrierten Durchdringungsverbundes mit AlSi12 als Matrixmaterial. Zunächst werden die verwendeten Methoden zu Untersuchung der Mikrostruktur und die Bestimmung der Dichte beschrieben (Kapitel 4.1). Anschließend wird auf die Methoden zur Ermittlung der thermischen Eigenschaften, wie der Glasübergangstemperatur, der spezifischen Wärmekapazität, sowie des thermischen Ausdehnungskoeffizienten und der Wärmeleitfähigkeit eingegangen (Kapitel 4.2). Daraufgehend werden die Untersuchungen zur Ermittlung mechanischer Eigenschaften, wie den elastischen Konstanten, Druckfestigkeit und Grenzflächenanbindung dargelegt (Kapitel 4.3). Abschließend wird ein in-situ Versuchsaufbau zur Untersuchung des Schädigungsverhaltens des Verbundes unter Druckbelastung dargestellt (Kapitel 4.4).

4.1 Charakterisierung der Mikrostruktur

4.1.1 Röntgendiffraktometrie

Während des gesamten Herstellungsprozesses der Preform sowie des Verbundes (vgl. Kapitel 3.2 und Kapitel 3.4) wurde das metallische Glas immer wieder mittels Röntgendiffraktometrie (engl.: X-ray diffraction, XRD) untersucht, um zu überprüfen, ob Kristallisation in der amorphen Struktur aufgetreten ist. Die Messungen wurden mit einem Seifert 3003 TT Diffraktometer durchgeführt, welches vom Lehrstuhl für Festkörperchemie (Institut für Physik, Universität Augsburg) zur Verfügung gestellt wurde. Die Proben der Parameterstudie wurden mit einem Mörser zu Pulver gemahlen. Für die Überprüfung des metallischen Glases nach der Infiltration wurde eine infiltrierte Probe zunächst in Salzsäure eingelegt, um die AlSi12-Matrix aufzulösen. Anschließend wurde die verbliebene Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀-Preform ebenfalls händisch zu Pulver gemahlen. Die Messungen wurden bei Raumtemperatur mit einer Bragg-Brentano-Geometrie mit Cu-K_α-Strahlung im Scanbereich 10–60° mit einer Schrittweite von 0,02°, 40 Scans pro Datenpunkt und 160 s Integrationszeit pro Grad, aufgenommen. Die Röntgenröhre arbeitete mit einer Spannung von 40 kV und Stromstärke von 40 mA.

4.1.2 Gaspyknometrie und Archimedes

Die Dichte der Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀-Legierung wurde mit einem Gaspyknometer AccuPyc II 1340 der Firma Micromeritics (Unterschleißheim, Deutschland) bestimmt. Es wurde Helium als Prozessgas verwendet. Mit der gemessenen Dichte, sowie der Masse und dem Volumen von drei Preform-Proben, konnte der gemittelte Verstärkungsvolumenanteil des metallischen Glases in der Preform sowie dessen Dichte bestimmt werden. Die Proben wurden mit einer Explorer EX225D (Linearität ± 0,1 mg) von Ohaus (Nänikon, Schweiz) gewogen und das Volumen mit einer Mikrometerschraube gemessen ($V \approx 30 \times 30 \times 15 \text{ mm}^3$). Die Dichte des Verbundes (ρ) wurde mit dem Auftriebsprinzip nach Archimedes bestimmt. Hierfür wurde die Masse der Proben zunächst an Luft (m_L) und anschließend in destilliertem Wasser (m_W) bestimmt. Zudem wurde die Temperatur des destillierten

Wassers gemessen, um die exakte temperaturabhängige Dichte des Wassers (ρ_W) zu erhalten. Mit Formel 4.1 kann aus den gemessenen Parametern die Dichte berechnet werden.

$$\rho = \frac{m_L \rho_W}{m_L - m_W} \quad 4.1$$

4.1.3 Mikroskopie und Elementanalyse

Die Mikrostruktur der Preform und des Verbundes wurde anhand von metallographisch präparierten Schlißbildern mit einem VHX-6000 Digitalmikroskop der Firma Keyence (Neulsenburg, Deutschland) untersucht. Hierfür wurde jeweils eine Probe in und quer zur Aufbaurichtung in Epoxidharz kalt eingebettet und anschließend auf einer Schleifmaschine Tegramin 25 der Firma Struers GmbH (Willich, Deutschland) entsprechend den in Tabelle 4.1 aufgeführten Präparationsschritten geschliffen und poliert.

Tabelle 4.1: Metallographische Präparationsschritte zur Vorbereitung der Proben für mikroskopische Untersuchungen.

Schleifpapier / Poliertücher	Suspension	Anpresskraft (N)	Umdrehungen (rpm)	Zeit (min)
SiC (P1200)	Wasser	25	Gleichlauf 150/150	5:00
MD-Largo	Diamant, 9 μ m	25	Gleichlauf 150/150	3:30
MD-DAC	Diamant, 3 μ m	20	Gleichlauf 150/150	3:30
MD-DUR	Diamant, 1 μ m	10	Gleichlauf 100/110	3:30
MD-CHEM	OP-S	10	Gegenlauf 150/150	1:10

Die präparierten Proben wurden auch zur Elementanalyse lokaler Werkstoffzusammensetzungen mittels energiedispersiver Röntgenspektroanalyse (engl.: energy dispersive X-ray spectroscopy, EDX) verwendet. Die EDX-Messungen wurden mit einem Rasterelektronenmikroskop (REM) des Typs Merlin 450 der Firma Zeiss (Oberkochen, Deutschland) mit einem Silicon-Drift-Detektor (SDD) durchgeführt. Es wurde eine Beschleunigungsspannung von 10 kV und ein elektrischer Strahlenstrom von 2 nA angelegt und durchschnittlich 80.000 Zählungen pro Sekunde (engl.: count per seconds,

CPS) erfasst. Weitere REM-Aufnahmen wurden mit einem Prisma E SEM von ThermoFisher Scientific (Waltham, Massachusetts, USA) gemacht. Für die Bildaufnahme wurde ein Standard Everhart-Thornley-Detektor (ETD) bei einem Arbeitsabstand von circa 8 mm verwendet. Der Strahlstrom wurde auf 1,1 nA und die Beschleunigungsspannung auf 15 kV eingestellt.

4.1.4 Transmissionselektronenmikroskopie

Der Aufbau der Grenzfläche zwischen dem metallischen Glas und der AlSi12-Matrix wurde mittels transmissionselektronenmikroskopischer Untersuchungen charakterisiert. Hierbei kam ein Transmissionselektronenmikroskop (engl.: transmission electron microscope, TEM) des Typs JEOL JEM-ARM200F NEOARM der Firma JEOL GmbH (Freising, Deutschland) zum Einsatz. Die TEM-Untersuchungen wurden in Kooperation mit Robert Gruhl vom Lehrstuhl Experimentalphysik VI (Zentrum für Elektronische Korrelationen und Magnetismus, Universität Augsburg) durchgeführt. Im Rahmen der Untersuchungen wurden rastertransmissionselektronenmikroskopische (engl.: scanning transmission electron microscope, STEM) Aufnahmen mit einem Hellfeld- (HF) und Dunkelfeld- (engl.: high-angle annular dark field, HAADF) Detektor von dem Grenzflächenbereich mit einer Beschleunigungsspannung von 200 kV gemacht. Zudem wurde mittels EDX eine Elementanalyse durchgeführt, um Einblick in die chemische Zusammensetzung zu erhalten.

Die Entnahme und Präparation der TEM-Lamelle erfolgte mittels fokussiertem Ionenstrahl (engl.: focused ion beam, FIB) mit einem ZEISS Crossbeam 550 der Firma ZEISS (Oberkochen, Deutschland), ausgestattet mit einem 30 kV Ga⁺-Ionenstrahl und einem zusätzlichen REM. Zum Schutz der Oberfläche der Probe wurde zunächst eine 3 µm dicke Pt-Schicht mit einem Gasinjektionssystem aufgetragen. Die Entnahme und das Ausdünnen der Lamelle erfolgte bei 30 kV, gefolgt von zwei Reinigungsschritten bei niedrigeren Energien von 5 kV und 2 kV.

4.2 Charakterisierung der thermischen Eigenschaften

4.2.1 Dynamische Differenzkalorimetrie

Die thermische Stabilität im Zusammenhang mit der Glasübergangstemperatur, dem Kristallisationsverhalten und dem Bereich der unterkühlten Schmelze des metallischen Glases, sowie des Verbundes wurden mittels dynamischer Differenzkalorimetrie (engl.: differential scanning calorimetry, DSC) untersucht. Hierfür wurde eine STA 449 F3 Jupiter der Firma Netzsch (Selb, Deutschland) verwendet. Die Messungen wurden mit einer Aufheizrate von 10K/min von Raumtemperatur auf 930°C und Argon als Prozessgas durchgeführt. Die Auswertung erfolgte entsprechend der Norm DIN 51007 [132] mit der Software „NETZSCH Proteus – Thermal Analysis – Version 8.0.1“. Durch eine Kalibrierung der Temperatur und des Wärmestroms mit geeigneten Kalibriersubstanzen (Indium, Zink, Aluminium und Silber) kann das als Thermospannung in $\mu\text{V}/\text{mg}$ aufgenommene primäre Messsignal in den Wärmestrom in mW/mg umgerechnet werden.

Die spezifische Wärmekapazität wurde mittels DSC-Messungen nach der Vergleichsmethode in DIN 51007 [132] ermittelt. Die Messungen wurden mit einer DSC 214 Polyma der Firma Netzsch (Selb, Deutschland) durchgeführt. Für die Vergleichsmethode wurden zunächst Referenzmessungen an einer Al_2O_3 -Probe mit bekannter Masse und Wärmekapazität durchgeführt. Dementsprechend wurde eine Probengröße von etwa $1 \times 2 \times 3 \text{ mm}^3$ für die $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform und den Verbund gewählt. In Abbildung 4.1 (a) ist jeweils eine Probe der Preform und des Verbundes neben dem verwendeten Probeniegel abgebildet. Der gewählte Temperatur-Zeit-Verlauf für die Bestimmung der Wärmekapazität setzte sich zusammen aus einer isothermen Startphase bei 0°C, einer dynamischen Phase mit konstanter Heizrate von 10K/min bis 200°C und einer abschließenden isothermen Endphase bei 200°C (Abbildung 4.1 (b)). Die DSC wurde vor dem Start des Temperaturprogramms auf 0°C abgekühlt, um eine konstante Heizrate bei 20°C zu erhalten. Da die Relaxation in metallischen Gläsern einen Einfluss auf die spezifische Wärmekapazität hat, wurde zunächst die Relaxationstemperatur T_R bestimmt. Zu diesem Zweck wurden an einer Probe der Preform vier zyklische DSC-Messungen von

Raumtemperatur bis 500 °C (10 K/min) durchgeführt, um am Ergebnisse Abweichungen im DSC-Signal der einzelnen Zyklen zu ermitteln. Alle Messungen wurden unter Argon-Schutzgasatmosphäre durchgeführt.

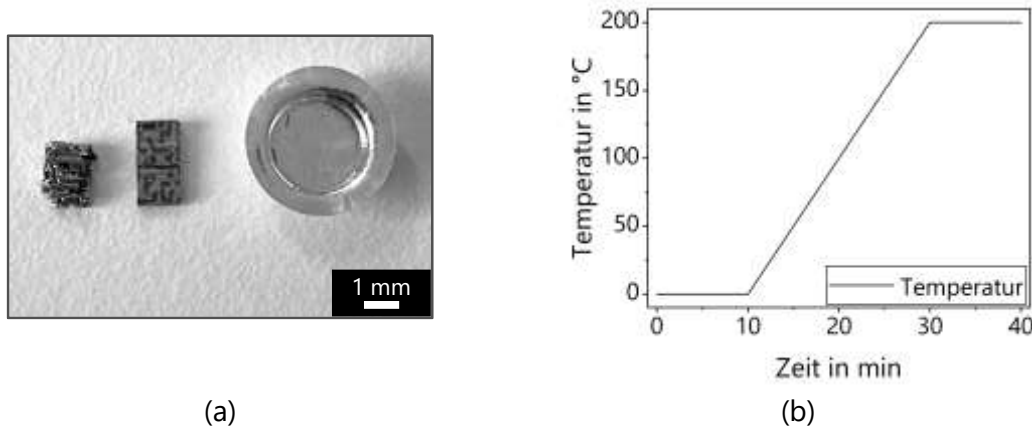


Abbildung 4.1: Für die Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität verwendeten (a) Proben der Preform und des Verbundes, sowie des verwendeten Probentiegels und (b) der Temperatur-Zeit-Verlauf.

4.2.2 Dilatometrie

Zur Ermittlung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten (engl.: coefficient of thermal expansion, CTE) wurden Dilatometerversuche an der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform, dem infiltrierten Verbund, sowie der reinen AlSi_{12} -Matrix nach der Norm DIN 51045-1 [133] durchgeführt. Hierfür kam ein Dilatometer des Typs DIL 402 Expeditis der Firma Netzsch (Selb, Deutschland) zum Einsatz. Die untersuchten Proben hatten eine quaderförmige Geometrie mit den Abmessungen $5 \times 5 \times 10 \text{ mm}^3$ und wurden mit einer Diamantdrahtsäge zugeschnitten. Anschließend wurden die Proben geschliffen (P1200), um glatte und planparallele Oberflächen zu erhalten. Die Planparallelität wurde mit einem Höhenmessgerät μ -Hite der Firma Tesa Technology (Renens, Schweiz) mit einer Toleranz von 0,02 mm überprüft. Aufgrund der in Kapitel 3.2 beschriebenen herstellungsbedingten anisotropen Struktur der Preform in (0°) und quer (90°) zur Aufbaurichtung wurden sowohl die Preform (Abbildung 4.2(a)) als auch der Verbund (Abbildung 4.2(b)) in beiden Richtungen hinsichtlich der Wärmeausdehnung untersucht.

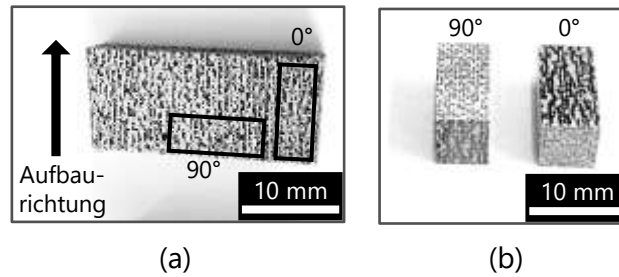


Abbildung 4.2: Für die Dilatometerversuche hergestellten (a) Proben der $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$ -Preform und (b) Proben des $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$ -AlSi12-Verbundes in (0°) und quer (90°) zur Aufbaurichtung [134].

Es wurden jeweils drei Proben der Preform in und quer zur Aufbaurichtung, sowie drei Proben der AlSi12-Matrix und jeweils fünf Proben des Verbundes in jeder Richtung geprüft. Pro Probe wurden drei thermische Aufheiz- und Abkühlzyklen von 20°C bis 500°C , mit einer konstanten Heiz- und Kühlrate von $5,5\text{ K/min}$ durchgeführt und dabei die thermisch bedingte Längenänderung mit einer voreingestellten Kontaktkraft von $0,2\text{ mN}$ gemessen. Die obere Grenztemperatur wurde so gewählt, dass sie unterhalb der Schmelztemperatur 577°C [128] des AlSi12 liegt. Um Oxidation zu vermeiden, wurde zunächst das Dilatometer mit eingebauter Probe dreimal auf ein Vakuum von 10^{-4} mbar evakuiert und mit Argon gespült, um den Restsauerstoffgehalt weitestgehend zu minimieren. Anschließend wurden alle Messungen unter Argon Schutzgasatmosphäre durchgeführt. Es wurde eine Korrekturmessung mit einer Al_2O_3 -Referenzprobe mit bekannter thermischer Ausdehnung und gleicher Probenlänge von 10 mm durchgeführt, um bei der Auswertung gerätebedingte Einflüsse abziehen zu können.

Mit der gemessenen Längenänderung während des Versuchs (δL) und der Ausgangslänge der Probe zu Versuchsbeginn (L_0) kann mit Formel 4.2 der differentielle thermische Ausdehnungskoeffizient (α) in Abhängigkeit von der Temperatur (δT) bei konstantem Druck (p) berechnet werden [133]. Im Rahmen dieser Arbeit erfolgte die Auswertung in einem Bereich von 60°C bis 480°C , da in diesem Bereich ein konstanter Temperaturverlauf gewährleistet war.

$$\alpha(T)_{p=\text{const.}} = \frac{1}{L_0} \frac{\delta L}{\delta T} \quad 4.2$$

4.2.3 Laser Flash Analyse

Die Wärmeleitfähigkeit wurde mit der Methode der Laser-Flash-Analyse (LFA) bestimmt. Durchgeführt wurden die Messungen mit einer LFA 1000 der Firma Linseis (Selb, Deutschland) nach der Norm ASTM E 1461 [135]. Bei dieser Methode wird während des Versuchs die Temperaturleitfähigkeit (a) des zu untersuchenden Materials gemessen. Multipliziert mit der Dichte (ρ) und der spezifischen Wärmekapazität (c_p) kann anschließend die Wärmeleitfähigkeit (λ) nach Formel 4.3 berechnet werden.

$$\lambda = a\rho c_p \quad 4.3$$

Für die Messungen wird eine Probe mit einem gleichmäßigen möglichst dünnen Querschnitt benötigt. Die Maße der untersuchten Verbundprobe betrug $10 \times 10 \times 1,6 \text{ mm}^3$ und die der AlSi12-Matrix $10 \times 10 \times 1,3 \text{ mm}^3$. Beide Proben sind in Abbildung 4.3 dargestellt.

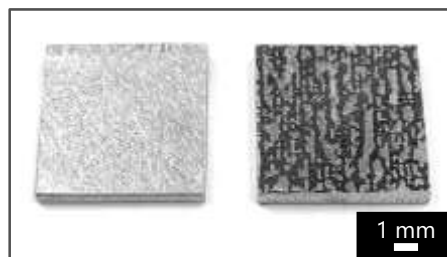


Abbildung 4.3: Für die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit untersuchte AlSi12- und Verbundprobe [134].

Da die Messung einen durchgehenden Probenkörper für zuverlässige Ergebnisse erfordert, konnte die offenporige Gitterstruktur der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform mit dieser Methode nicht untersucht werden. Vor den Messungen wurden die Proben mit einer dünnen Schicht Graphit beschichtet. Dies gewährleistet eine gute Wärmeaufnahme durch den Laser und wirkt einer Reflexion durch den metallischen Glanz entgegen. Graphit besitzt bei Raumtemperatur eine Temperaturleitfähigkeit von $3000\text{--}5000 \text{ W/mK}$ [136] und Nickel $97,5 \text{ W/mK}$ [137], weshalb bei einer dünnen Graphitschicht der Einfluss auf die Ergebnisse aufgrund der guten Leitfähigkeit vernachlässigbar ist.

4.3 Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften

4.3.1 Nanoindentation

Der E-Modul der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Legierung im Glaszustand wurde mittels Nanoindentation ermittelt. Für die Messungen wurde die Oberfläche der Proben mit SiC-Schleifpapier P2500 bearbeitet, um eine möglichst hohe Oberflächengüte zu erhalten und das Ergebnis nicht durch die Oberflächenrauigkeit zu beeinflussen. Für die Versuche wurde ein UNAT Nanoindenter der ehemaligen Firma ASMEC GmbH (jetzt Zwick/Roell, Ulm, Deutschland) verwendet. Alle Messungen wurden nach DIN 14577 [138] mit einem modifizierten Berkovich-Indenter kraftgesteuert mit einer Maximalkraft von 25 mN durchgeführt. Um einen statistisch gemittelten Wert zu erhalten, wurden 30 Messungen an der Querschnittsmitte der Streben der Preform gemessen. Anschließend wurde der E-Modul nach der standardisierten Methode von Oliver & Pharr [139, 140] bestimmt.

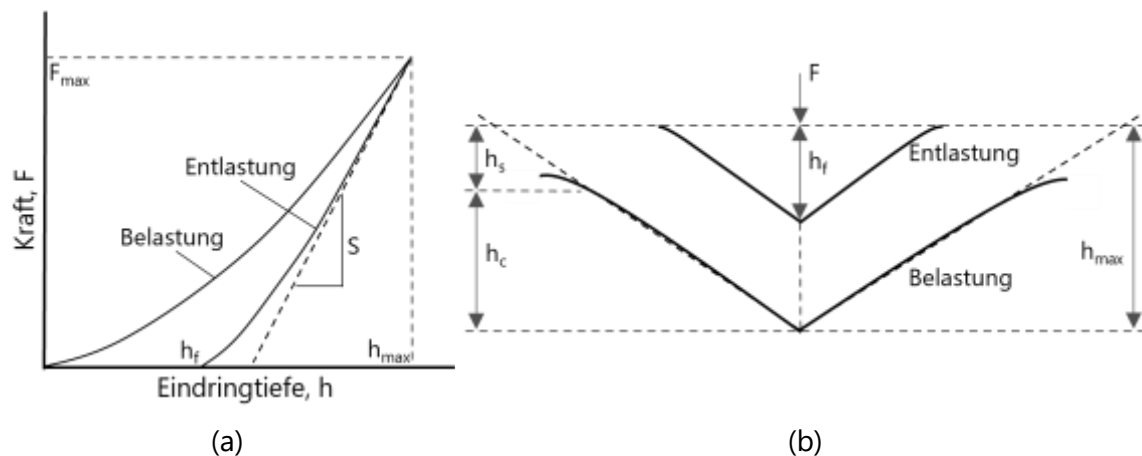


Abbildung 4.4: Für die Bestimmung des E-Moduls mittels Nanoindentation (a) typisches Kraft-Weg-Diagramm und (b) schematische Darstellung der Kontaktfläche zwischen Indenter und Material während und nach der Belastung entsprechend [139].

In Abbildung 4.4 ist eine typische Kraft-Weg-Kurve einer Nanoindentation zur Bestimmung des E-Moduls und die dazugehörige schematische Darstellung der Kontaktfläche zwischen Indenter und Material mit allen relevanten Größen abgebildet. Der Verlauf der Kraft-Weg-Kurve wird unter Belastung durch das elastisch-plastische Verhalten des untersuchten Materials geprägt. Bei der anschließenden Entlastung bestimmt zunächst der elastische

Anteil den Kurvenverlauf bis der Indenter durch die verbleibende plastische Verformung bei der Eindringtiefe h_f den Kontakt zum Material verliert. Zur Bestimmung des E-Moduls wird zunächst die Entlastungssteifigkeit (S) anhand der Steigung der Entlastungskurve bestimmt (Formel 4.4).

$$S = \frac{dF}{dh} \quad 4.4$$

Anschließend kann der reduzierte E-Modul (E_r) mit Hilfe der Kontaktfläche (A_c) zwischen Indenter und Material unter maximaler Belastung und somit in Abhängigkeit der gemessenen Kontakteindringtiefe (h_c) bestimmt werden (Formel 4.5) [141].

$$E_r = \frac{S}{2} \frac{\sqrt{\pi}}{A_c(h_c)} \quad 4.5$$

Abschließend kann der E-Modul (E) des Materials mit Formel 4.6 unter Berücksichtigung des E-Moduls (E_I) 1140 GPa und der Poissonzahl (ν_I) 0,07 des Diamant-Indenters, sowie der Poissonzahl (ν) des untersuchten Materials bestimmt werden [139].

$$E = (1 - \nu^2) \left(\frac{1}{E_r} - \frac{1 - \nu_I^2}{E_I} \right)^{-1} \quad 4.6$$

Da die Poissonzahl des metallischen Glases $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ nicht bekannt ist und im Rahmen dieser Arbeit nicht ermittelt werden konnte, wurde ein Literaturwert von 0,361 eines metallischen Glases mit ähnlicher Legierungszusammensetzung $\text{Ni}_{60}(\text{Nb}_{60}\text{Ta}_{40})_{34}\text{Sn}_6$ verwendet [142].

4.3.2 Ultraschallphasenspektroskopie

Um die elastischen Konstanten, E-Modul und Poissonzahl, des Verbundes zu bestimmen, wurde das Verfahren der Ultraschallphasenspektroskopie (engl.: ultrasound phase spectroscopy, UPS) angewendet. Aufgrund von innerer Reibung und Streuung im Material entsteht eine Dämpfung der Ultraschallwellen beim Durchgang durch den Verbund. Die entstehende Phasenverschiebung wird in Abhängigkeit von der Frequenz detektiert und daraus die Ausbreitungsgeschwindigkeit der Ultraschallwellen ermittelt [143–145].

Für die UPS-Messungen wurde ein elektronischer Netzwerkanalysator des Typs R3754A der Firma Advantest (Tokio, Japan) mit einer LabView®-Steuerung verwendet. Dieser wurde mit jeweils zwei baugleichen Ultraschallprüfköpfen für longitudinale (Olympus, V122-RM, nominale Mittenfrequenz 7,5 MHz) und transversale (Olympus, V155-RM, nominale Mittenfrequenz 5,0 MHz) Polarisation verbunden. Die untersuchten Proben des Verbundes wurden zunächst mit einer Diamantdrahtsäge DWS.250 der Firma Diamond WireTec GmbH & Co.KG (Weinheim, Deutschland) in kleine Quader getrennt. Anschließend wurden diese mit SiC-Schleifpapier P1200 mittels eines Handschleifers zu einem Würfel mit 5 mm Kantenlänge und planparallelen Oberflächen mit einer maximalen Abweichung von 0,02 mm geschliffen. Die Planparallelität wurde mit dem Höhenmessgerät μ -Hite geprüft. Zur Bestimmung der Dichte wurden die Proben mit einer Explorer EX225D (Linearität $\pm 0,1$ mg) von Ohaus (Nänikon, Schweiz) gewogen und das Volumen mit einer Mikrometerschraube gemessen. Anschließend konnte die Dichte analytisch berechnet werden. Die Ultraschallprüfköpfe wurden an den gegenüberliegenden Seiten der Proben angebracht, wobei die Ankopplung mit Rübensirup der Firma Graftschafter Krautfabrik Josef Schmitz KG (Meckenheim, Deutschland) erfolgte. Die Messungen wurden über einen Frequenzbereich von 10 kHz bis 10 MHz durchgeführt, wobei 1201 Datenpunkte in einer Sweep-Zeit von 30 s erfasst wurden. Die Ausbreitungsgeschwindigkeit (c_{ii}) der Ultraschallwellen in der Probe lässt sich mit Formel 4.7 ermitteln. Wobei (L) die bekannte Probendicke entlang der Wellenausbreitungsrichtung ist und die Steigung der Regressionsgerade aus dem gemessenen Phasenverlauf ($d\Delta\Phi$) über das Frequenzspektrum (df) [143, 145].

$$c_{ii} = -2\pi \frac{L}{\frac{d\Delta\Phi}{df}} \quad 4.7$$

Besteht ein linearer Zusammenhang zwischen der Phasendifferenz und der Frequenz, können die elastischen Konstanten (C_{ii}) der Steifigkeitsmatrix, unter Annahme orthotroper Symmetrie, in Abhängigkeit der Dichte (ρ) bestimmt werden (Formel 4.8).

$$C_{ii} = \rho c_{ii}^2 \quad 4.8$$

Mit Formel 4.8 können alle longitudinalen elastischen Konstanten ($i = 1, 2, 3$) aus Longitudinalwellen und alle Scherkonstanten ($i = 4, 5, 6$) aus Transversalwellen bestimmt werden. Eine Longitudinalwelle (Schwingungsrichtung \parallel Ausbreitungsrichtung) wird mit (c_{ii}) indiziert und eine Transversalwelle (Schwingungsrichtung \perp Ausbreitungsrichtung) wird mit (c_{ij}) indiziert. Wobei der erste Index die Ausbreitungsrichtung und der zweite die Schwingungsrichtung der Welle angibt. Im Rahmen dieser Arbeit wurde der E-Modul aus der Ausbreitungsgeschwindigkeit der Longitudinal- (c_{ii}) und Transversalwellen (c_{ij}) sowie der Probendichte (ρ) und der Poissonzahl (ν) mit Formel 4.9 und 4.10 bestimmt [146, 147].

$$c_{ii} = \sqrt{\frac{E}{\rho} \frac{1 - \nu}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)}} \quad 4.9$$

$$c_{ij} = \sqrt{\frac{E}{\rho} \frac{1}{2(1 + \nu)}} \quad 4.10$$

Durch Umstellen der Formel kann die Poissonzahl (ν_i) und der E-Modul (E_i) aus dem Verhältnis der longitudinalen Ausbreitungsgeschwindigkeit (c_{ii}) mit ($i = 1, 2, 3$) und dem Mittelwert der transversalen Ausbreitungsgeschwindigkeit ($\overline{c_{ij}}$) mit ($i, j = 1, 2, 3$) entsprechend Formel 4.11 und Formel 4.12 berechnet werden.

$$\nu_i = \frac{1 - 2 \left(\frac{\overline{c_{ij}}}{c_{ii}} \right)^2}{2 - 2 \left(\frac{\overline{c_{ij}}}{c_{ii}} \right)^2} \quad 4.11$$

$$E_i = 4\rho \overline{c_{ij}}^2 \left(\frac{\frac{3}{4} - \left(\frac{\overline{c_{ij}}}{c_{ii}} \right)^2}{1 - \left(\frac{\overline{c_{ij}}}{c_{ii}} \right)^2} \right) \quad 4.12$$

Jede Kombination aus Wellenausbreitungs- und Polarisationsrichtung wurde drei Mal gemessen und anschließend gemittelt. Somit wurden an jeder Probe insgesamt 27 Messungen durchgeführt (vgl. Tabelle 4.2).

Tabelle 4.2: Durchgeführte UPS-Messungen pro Probe.

	Sensor	Ausbreitungs- richtung	Polarisations- richtung	Messungen	Skizze
x-Richtung, E₁	V122	[100]	[100]	3	
	V155	[100]	[010]	3	
	V155	[100]	[001]	3	
y-Richtung, E₂	V122	[010]	[010]	3	
	V155	[010]	[001]	3	
	V155	[010]	[100]	3	
z-Richtung, E₃	V122	[001]	[001]	3	
	V155	[001]	[010]	3	
	V155	[001]	[100]	3	

Im Rahmen dieser Arbeit wurden fünf Verbundproben untersucht, wobei an jeder Probe jeweils 27 Messungen gemäß Tabelle 4.2 durchgeführt wurden. Die Ergebnisse aller Proben wurden dann gemittelt. Vor Beginn der Untersuchungen wurden Kalibrierungsmessungen durchgeführt, indem die Ultraschallprüfköpfe direkt und ohne Probe in Kontakt gebracht wurden. Dadurch wurde der systemische Einfluss auf die Phasen der Ultraschallwellen ermittelt und konnte anschließend von den Ergebnissen der eigentlichen Messungen abgezogen werden.

4.3.3 Härtemessungen

Um die Härte des metallischen Glases und der AlSi12-Matrix zu bestimmen, wurden Härtemessungen nach Vickers durchgeführt. Zudem wurden Härteeindrücke auf den Grenzflächen vorgenommen, um die Anbindung der beiden Phasen qualitativ zu untersuchen. Durchgeführt wurden die Messungen mit einer Universalprüfmaschine für Härtemessungen des Typs ZHU 2.5 von Zwick/Roell (Ulm, Germany). Mit dieser können Vickers Härtemessungen entsprechend DIN 6507 [148] mit einer Prüflast von 0,2 kg bis maximal 250 kg (V0,2 – V20) vorgenommen werden. Die Härtemessungen wurden an einer eingebetteten Verbundprobe durchgeführt, die zunächst entsprechend Tabelle 4.1 präpariert wurde. An der Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀-Legierung wurde die Härte mit HV0,5 ermittelt und an der Matrix, sowie den Grenzflächen kam HV 1 zum Einsatz.

4.3.4 Mechanische Druckversuche

Zur Ermittlung der mechanischen Festigkeit wurden quasistatische Druckversuche an der Preform und am Verbund durchgeführt. Die Probenpräparation, sowie die verwendete Prüfanlage und Prüfparameter werden im Folgenden für die Preform und den Verbund im Einzelnen beschrieben. Bei allen durchgeführten Versuchen wurde die Deformation der Proben an dem auf der Oberfläche aufgetragenen Speckle Pattern mittels digitaler Bildkorrelation (engl.: digital image correlation, DIC) bei einer Bildrate von 1 Hz gemessen. Hierfür kam ein 12M ARAMIS (2D) System der Firma GOM GmbH (Braunschweig, Deutschland) zum Einsatz. Mit der zugehörigen Software konnte mit einem virtuellen Extensometer die Dehnung bzw. Stauchung ausgewertet werden. Bei allen Versuchen wurde das Schmiermittel Molybdansulfid der Firma OKS Spezialschmierstoffe GmbH (München, Deutschland) zwischen Prüfstempel und Probe aufgebracht, um eine Relativbewegung zwischen den Oberflächen zu ermöglichen.

4.3.4.1 Preform

Für die Untersuchung der mechanischen Festigkeit mittels Druckversuche wurde eine additiv gefertigte $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform mit der Diamantdrahtsäge DWS.250 in Quader getrennt. Diese wurden anschließend manuell mit SiC-Schleifpapier mit der Körnung P1200 bis zu der Endgeometrie eines Würfels mit 5 mm Kantenlänge und planparallelen Oberflächen mit 0,02 mm Toleranz geschliffen. Die Planparallelität wurde mit dem Höhenmessgerät μ -Hite überprüft. Die Druckversuche wurden bei Raumtemperatur mit einer Universalprüfmaschine des Typs ZMART.PRO (Z1464) von Zwick/Roell (Ulm, Deutschland) mit einer 50 kN Kraftmessdose durchgeführt. Die Vorkraft wurde auf 20 N festgelegt und die Prüfgeschwindigkeit auf 0,12 mm/min entsprechend DIN 50106 [149] eingestellt. Dies entspricht bei der verwendeten Probengeometrie einer nominellen Dehnrates von $d\varepsilon/dt = 4 \cdot 10^{-4} \text{ 1/s}$. Es wurden jeweils drei Proben in (0°) und quer (90°) zur Aufbaurichtung geprüft.

4.3.4.2 Verbund

Für die Ermittlung der mechanischen Festigkeit am infiltrierten Verbund wurde eine Universalprüfmaschine Kappa 050 DS von Zwick/Roell (Ulm, Deutschland) mit einer 50 kN Kraftmessdose verwendet.

Es wurden kontinuierliche Druckversuche an je fünf Verbundproben in (0°), quer (90°) und drei Verbundproben im 45° Winkel zur Aufbaurichtung bei Raumtemperatur durchgeführt. Alle im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Verbundproben in 0°- und 90°-Richtung wurden mittels Drahterodieren zu Würfeln mit einer Kantenlänge von 5 mm zugeschnitten. Die Probenpräparation der Proben in 45°-Richtung erfolgte analog zur gewählten Vorgehensweise zur Präparation der Preform. Zunächst wurden mittels der Diamantdrahtsäge würfelförmige Rechtecke aus der Ausgangsprobe herausgetrennt, die dann anschließend manuell zu einem Würfel mit 5 mm Kantenlänge geschliffen wurden. Die Prüfgeschwindigkeit wurde auf 0,12 mm/min ($\dot{\epsilon} = 4 \cdot 10^{-4} \text{ 1/s}$) [149] und die Vorkraft auf 20 N festgelegt. Um die Festigkeit des Verbundes auch unter erhöhten Temperaturen zu bestimmen, wurden zusätzlich jeweils drei Verbundproben in 0°- und 90°-Richtung mit denselben Prüfparametern bei 230 °C, der maximal möglichen Temperatur der Klimakammer von Zwick/Roell (Ulm, Deutschland) geprüft.

Außerdem wurde der Einfluss prozessbedingter Eigenspannungen, welche sich während des Abkühlvorgangs des Infiltrationsprozesses im Verbund bilden, auf die mechanischen Eigenschaften untersucht. Hierfür wurden jeweils drei Verbundproben in 0°- und 90°-Richtung bei 250 °C für zwei Stunden wärmebehandelt, um ein Relaxationsglühen zu bewirken. Die Wärmebehandlung erfolgte in einem Induktionsofen unter Argon Schutzgasatmosphäre, siehe Abbildung 4.5. Die Temperaturmessung erfolgte mit einem Pyrometer auf der Oberfläche der Probe. Für eine bessere Ankopplung und Temperaturverteilung wurde Graphitpapier zwischen Proben und die Keramik, unter der zentral die Induktionsspule verläuft, gelegt. Anschließend wurden die Proben bei Raumtemperatur analog zu den kontinuierlichen Druckversuchen geprüft, um die Ergebnisse mit den nicht-wärmebehandelten Proben abgleichen zu können. Auf diese

Weise lässt sich indirekt erschließen, wie stark die Eigenspannungen die Verbundeigenschaften dominieren.

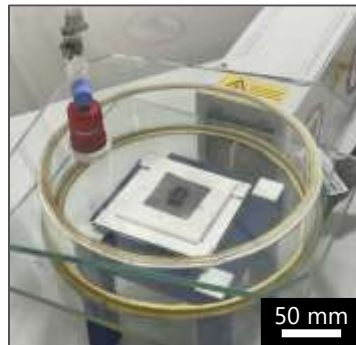


Abbildung 4.5: Induktionsofen für die Wärmebehandlung der Verbundproben

Des Weiteren können Eigenspannungen bei zyklisch-thermischen Belastungen auf Dauer zu einer Schädigung im Verbund führen. Deshalb wurden zusätzlich die Verbunde hinsichtlich ihrer Resistenz gegen thermische Wechselbeanspruchung geprüft. Hierfür wurden die Proben in dem bereits beschriebenen Induktionsofen (Abbildung 4.5) in mehreren Zyklen jeweils auf 500 °C aufgeheizt und anschließend schnellstmöglich mittels einem Argon-Gasstrom abgekühlt. Da die tiefste messbare Temperatur des Pyrometers bei 120 °C liegt, wurde zwischen den einzelnen Zyklen eine Pause von 10 Minuten eingelegt, um der Probe weitere Abkühlzeit zu geben. Es wurden jeweils drei Proben in 0°- und 90°-Richtung mit einem, zehn und zwanzig Zyklen thermisch behandelt. Nachfolgend wurden sie mittels Druckversuche hinsichtlich ihrer Restfestigkeit untersucht. Diese wurden bei Raumtemperatur analog zu den kontinuierlichen Druckversuchen durchgeführt, um die Ergebnisse mit den unbehandelten Proben abgleichen zu können.

Um die Steifigkeitsentwicklung der Verbundproben mit zunehmender Belastung zu untersuchen, wurden Entlastungsversuche durchgeführt. Hierfür wurden ab einer Kraft von 4000 N zehn Entlastungssequenzen ausgeführt. Die Probe wurde dabei auf 40% der aktuellen Maximalkraft entlastet und anschließend wieder belastet bis eine Dehnung von 2 %, bezogen auf den Traversenweg der Prüfmaschine, erreicht wurde. Anschließend wurde die nächste Entlastungssequenz ausgeführt. Aus der resultierenden Hysterese erfolgte die Bestimmung der Steigung bzw. des E-Moduls im Bereich der Wiederbelastung nach vorheriger Entlastung. Eine gegebenenfalls eintretende Degradation der Steifigkeit kann

mit Formel 4.13 ermittelt werden, indem die Steigungen (E) im Versuchsverlauf auf die Steigung der ersten Entlastungssequenz (E_1) im elastischen Bereich bezogen wird (Formel 4.10) [150]. Der Schädigungsparameter (D) kann somit einen Wert zwischen 0 (keine Schädigung) und 1 (maximale Schädigung) annehmen [151].

$$0 \leq D = \frac{E_1 - E}{E_1} = 1 - \frac{E}{E_1} \leq 1 \quad 4.13$$

Durch eine gegebenenfalls eintretende Degradation des E-Moduls kann ein Schädigungsverlauf des Materials mit zunehmender Beanspruchung erstellt werden. Es wurden jeweils drei Proben in 0°- und 90°-Richtung bei Raumtemperatur geprüft. Die Prüfgeschwindigkeit betrug durchgehend 0,12 mm/min ($\dot{\epsilon} = 4 \cdot 10^{-4}$ 1/s).

Alle im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Druckversuche sind mit den entsprechenden Prüfparametern und Probenvorbehandlungen in Tabelle 4.3 zusammengefasst.

Tabelle 4.3: Durchgeführte Druckversuche mit Prüfparametern und Probenvorbehandlungen.

Material	Orientierung	Vorbehandlung	Prüfparameter (Temperatur, Geschwindigkeit, Vorkraft)
Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀- Preform	0°/90°	-	20 °C, 0,12 mm/min, 20 N
Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀- AlSi12-Verbund	0°/45°/90°	-	20 °C, 0,12 mm/min, 20 N
Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀- AlSi12-Verbund	0°/90°	-	20 °C, 0,12 mm/min, 20 N
Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀- AlSi12-Verbund	0°/90°	250 °C, 2 Stunden	20 °C, 0,12 mm /min, 20 N
Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀- AlSi12-Verbund	0°/90°	500 °C, 1 Zyklus, 10 Zyklen, 20 Zyklen	20 °C, 0,12 mm /min, 20 N
Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀- AlSi12-Verbund	0°/90°	-	20 °C, 0,12 mm /min, 20 N Hysterese ab 4 kN auf 0,4 F _{max} , 2% Traversenweg

4.4 Charakterisierung des Schädigungsverhaltens

Um das elastisch-plastische Verformungs- und Schädigungsverhalten des Verbundes zu untersuchen, wurden mechanische in-situ Druckversuche im REM durchgeführt. Hierfür wurde ein in-situ Druckmodul der Firma Kammrath & Weiss GmbH (Schwerte, Deutschland) mit einer 10 kN Kraftmessdose verwendet. Die Verschiebung wird mittels eines am Modul angebrachten linearen Glasmaßstabes aufgezeichnet (Auflösung 0,1 μm). Das Druckmodul mit eingebauter Probe und eine vollständig präparierte Probe ist in Abbildung 4.6 zu sehen.

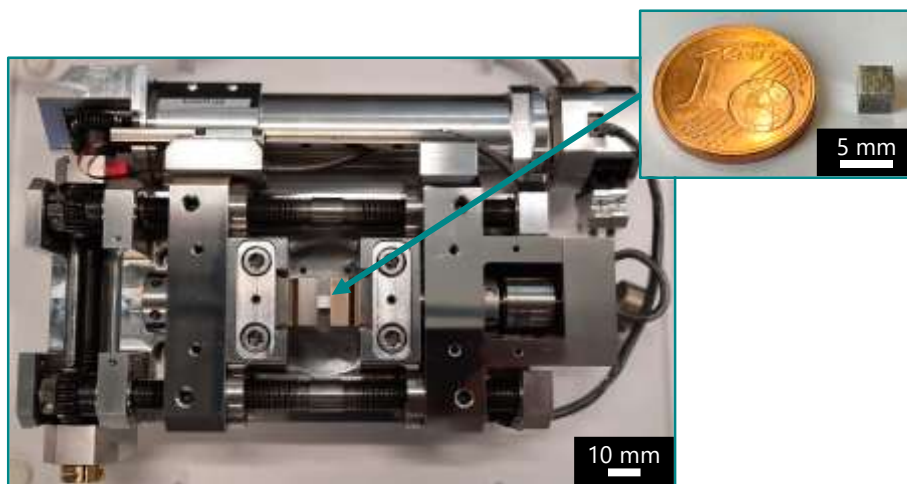


Abbildung 4.6: In-Situ Druckmodul von Kammrath & Weiss mit eingebauter Druckprobe (Abbildung aus [152]) und Nahaufnahme einer präparierten Verbundprobe im Verhältnis zu einer 1 Cent Münze.

Die untersuchten Proben hatten eine würfelförmige Geometrie mit einer Kantenlänge von circa 3,5 mm. Dafür wurden zunächst Würfel mit einer Kantenlänge von 5 mm mittels der Diamantdrahtsäge aus dem Verbund herausgetrennt und anschließend manuell mit P1200 Schleifpapier geschliffen, bis die gewünschte Geometrie erreicht war. Die zu untersuchende Oberfläche wurde abschließend entsprechend Tabelle 4.1 endpoliert. Für die Versuche wurde das Druckmodul in die Vakuumkammer des Rasterelektronenmikroskops Prisma E SEM von ThermoFisher Scientific (Waltham, Massachusetts, USA) eingebaut. Die Druckversuche wurden mit einer Prüfgeschwindigkeit von 0,5 $\mu\text{m/s}$ durchgeführt, dies entspricht bei der verwendeten Probengeometrie einer nominellen Dehnrates von $d\varepsilon/dt = 1,43 \cdot 10^{-4} 1/s$. Die Prüfgeschwindigkeit wurde so gewählt, dass im laufenden

Versuchsaufnahmen mit einer Frequenz von 1 Hz der Auflösung 1536×1024 Pixel² von der Probe gemacht werden konnten. Um REM-Aufnahmen mit höherer Auflösung (3072×2048 Pixel) des Verformungs- und Schädigungsverhaltens zu ermöglichen, wurden die Versuche in regelmäßigen Abständen von circa 50 MPa gestoppt und die Veränderungen dokumentiert.

5 Numerische Modellierung

Neben den aufgeführten physikalischen experimentellen Versuchsreihen erfolgte eine Untersuchung des Verbundes mittels analytischer und numerischer Modellierung. Die analytischen Modelle wurden bereits in Kapitel 2.2.3 vorgestellt. Ziel der numerischen Modellierung ist es, den elastischen Bereich und die Festigkeit des Verbundes unter mechanischem Druck abzubilden und mit den Ergebnissen der durchgeführten Druckversuche bei Raumtemperatur zu validieren. Hierfür wurde jeweils ein CAE-Modell für die AlSi12-Matrix (Kapitel 5.1) und die Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀-Preform (Kapitel 5.2), sowie ein zusammenführendes Modell für den Verbund (Kapitel 5.3) in Abaqus/CAE 2023 des Software-Entwicklungsunternehmens Dassault Systèmes Simulia Corp. (Johnston, Rhode Island, USA) modelliert und mittels Finite-Element-Methode berechnet. Im Folgenden wird die numerische Modellierung der drei Modelle im Detail erläutert.

5.1 Modellerstellung der Matrix

Für die numerische Simulation der mechanischen Druckversuche zur Validierung des elastischen Bereichs und der Festigkeit, wurde für alle Modelle eine nahezu würfelförmige Geometrie mit einer Kantenlänge von $2,54 \times 2,54 \times 2,5 \text{ mm}^3$ gewählt. Die Geometrie orientiert sich an den experimentellen Proben ($5 \times 5 \times 5 \text{ mm}^3$), wurde jedoch auf ein Achtel der ursprünglichen Größe verkleinert, um die Rechenzeit zu minimieren. Die kürzere Kantenlänge in z-Richtung ergibt sich aus dem Modell der Preform und wird in Kapitel 5.2 näher erläutert. Die erstellten Modelle der AlSi12-Matrix, der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform, sowie des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-Verbundes sind in Abbildung 5.1 dargestellt.

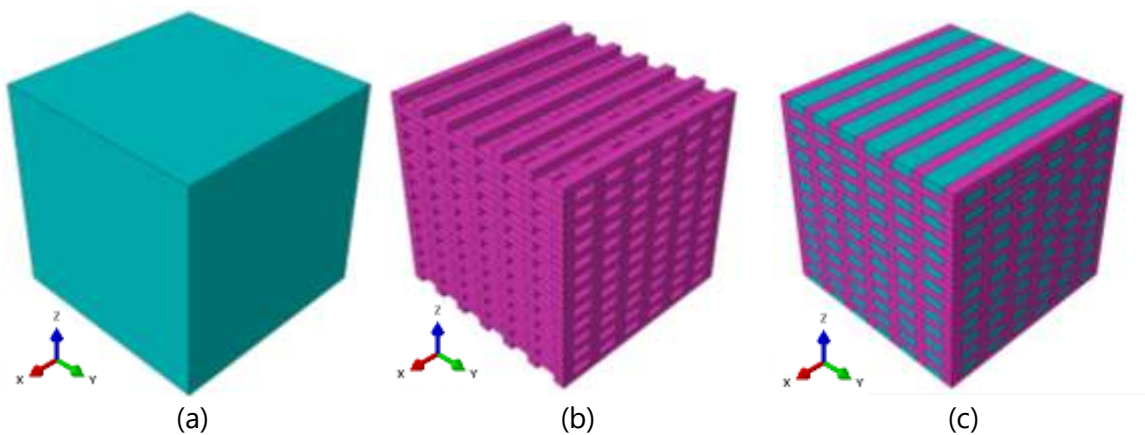


Abbildung 5.1: Für die numerische Simulation erstellte Modelle der (a) AlSi12-Matrix, (b) $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform und (c) des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-Verbundes.

Die AlSi12-Matrix wurde als würfelförmiges Vollmaterial modelliert (Abbildung 5.1 (a)). Zur Einleitung einer definierten Verschiebung in das Modell entlang der Prüfrichtung wurde ein Referenzpunkt in der Querschnittsmitte auf der Oberseite des Modells erzeugt und mit der Fläche im Modul „Interactions“ gekoppelt (in Abaqus *Constraint, Coupling), wobei sich alle Freiheitsgrade frei bewegen können und nur die Verschiebungsrichtung fest gekoppelt ist. Dieser Referenzpunkt ist in Abbildung 5.2 als „RP-Top“ bezeichnet. Um den weggesteuerten Druckversuch zu modellieren, wurde im Modul „Load“ als Randbedingung (in Abaqus *Boundary Conditions) dem Referenzpunkt eine Verschiebung von $-0,075 \text{ mm}$ entlang der Prüfrichtung (z-Achse) übergeben, dies ist in Abbildung 5.2 mit einem roten Pfeil gekennzeichnet. Mit diesen Einstellungen kann eine Relativbewegung der äußersten

Gitterpunkte quer zur Prüfrichtung gewährleistet werden, so wie es im experimentellen Druckversuch durch eine Schmierung zwischen Prüfstempel und Probe realisiert wurde. An der Unterseite des Modells wurde analog vorgegangen. Allerdings wurde in diesem Fall die Verschiebungsrandbedingung am Referenzpunkt „RP-Bottom“ entlang der Prüfrichtung auf null gesetzt.

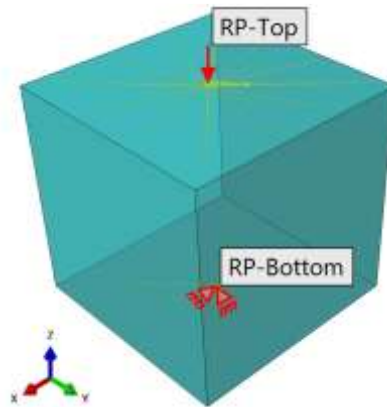


Abbildung 5.2: Simulationsmodell der AlSi12-Matrix mit markierten Referenzpunkten (RP-Top und RP-Bottom) sowie den definierten Verschiebungsrandbedingungen an

Zur Modellierung des Materialverhaltens wurde ein linear-elastisches und plastisches Materialmodell gewählt. Materialkennwerte desselben, wie die Dichte ($2,64\text{g/cm}^3$ [128]) und elastische Eigenschaften wie E-Modul (77GPa [93]) und Poissonzahl ($0,32$ [93]), sind aus der Literatur bekannt und können dem Modell direkt übergeben werden. Werte für die plastische Dehnung werden aus den Ergebnissen der experimentellen Druckversuche übernommen (Kapitel 6.3.3.2). Das plastische Fließverhalten wird durch das von-Mises-Plastizitätsmodell beschrieben, wobei eine isotrope Verfestigung angenommen wird (in Abaqus *Plastic). Da die Materialdaten aus dem experimentellen Druckversuch die nominelle Spannung und Dehnung darstellen, müssen die Werte vor der Übergabe an Abaqus in die wahre Spannung und Dehnung mit folgenden Formeln 5.1 und 5.2 umgerechnet werden [153].

$$\sigma = \sigma_{nom}(1 + \varepsilon_{nom}) \quad 5.1$$

$$\varepsilon = \ln(1 + \varepsilon_{nom}) \quad 5.2$$

Das Modell wurde mit Hexaederelementen mit einer Kantenlänge von $0,1\text{mm}$ vernetzt und mittels impliziter dynamischer Analyse berechnet (in Abaqus *Dynamic, Implicit). Die

Ausgabe der Reaktionskraft erfolgt am „RP-Top“ und wurde mittels des Ausgangsquerschnitts in Spannung umgerechnet. Die Spannung wurde in Abhängigkeit der Dehnung, die aus der Ausgangslänge und der vorgegebenen Verschiebung ermittelt wurde, betrachtet.

5.2 Modellerstellung der Preform

Das Modell für die Simulation der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform basiert auf einzelnen Balken, die zu einer Gitterstruktur zusammengeführt wurden, um eine möglichst realitätsnahe Abbildung der Preform zu erhalten (Abbildung 5.1 (b)). Deshalb wurden die geometrischen Parameter der Balken angelehnt an den laserbasierten Herstellungsprozess der Preform gewählt. Die Höhe entspricht der Schichthöhe (0,1 mm). Der Laserspotdurchmesser lag bei $40\ \mu\text{m}$, allerdings wurde durch das Aufschmelzen des Pulvers der Balken bei der gedruckten Preform tendenziell breiter als hoch, weshalb die Balkenbreite auf 0,14 mm festgelegt wurde. Der Abstand der einzelnen Balken entspricht der Schraffurdistanz (0,4 mm). Die Maße sind in Abbildung 5.3 in einem vergrößerten Ausschnitt des Modells der Gitterstruktur markiert. Die Balkenlänge ist abhängig von der finalen Modellgröße und beträgt hier 2,54 mm. Entsprechend dem Fertigungsprozess wurde das Modell schichtweise aufgebaut, wobei jede Schicht um 90° relativ zur vorherigen Schicht gedreht ist. Dadurch ergeben sich 25 Schichten bei einer Modellhöhe von 2,5 mm. Das erstellte Simulationsmodell der Preform weist ein Volumen von $6,22\ \text{mm}^3$ auf, was im Verbund zu einem Verstärkungsvolumenanteil von 38,56 % führt.

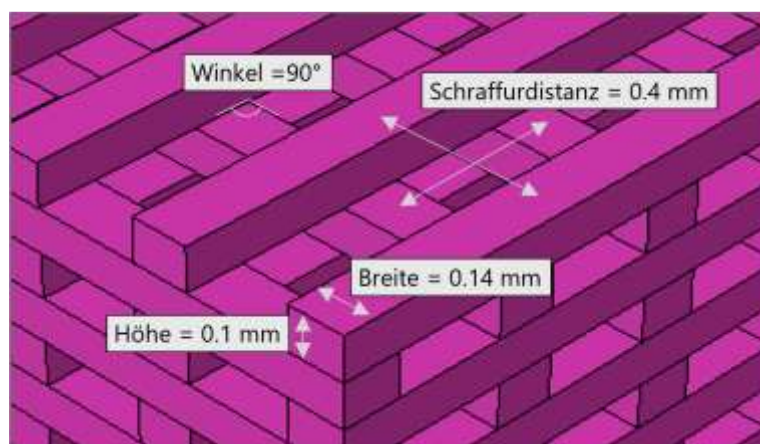


Abbildung 5.3: Vergrößerter Ausschnitt des Modells der Gitterstruktur mit geometrischen Parametern.

Bezüglich der Modellierung von Verschiebungsrandbedingungen und Referenzpunkten wurde das Modell analog zu dem Modell der AlSi12-Matrix, beschrieben in Kapitel 5.1, aufgebaut. Die Verschiebung in z-Richtung am Referenzpunkt „RP-Top“ auf $-0,01$ mm reduziert. Durch die Verschiebung in z-Richtung wird somit die Preform entlang ihrer Aufbaurichtung simuliert. Um ebenfalls eine Simulation der Preform quer zur Aufbaurichtung zu erhalten, wurde in einem weiteren Modell die Verschiebung in y-Richtung aufgebracht. In beiden Fällen wird ein rein linear-elastisches Materialverhalten angenommen und die benötigten Werte der Dichte, des E-Moduls und der Poissonzahl aus den Ergebnissen der experimentellen Untersuchungen übernommen (Kapitel 6.3.3.2). Für die Vernetzung wurden ebenfalls Hexaederelemente mit einer Kantenlänge von $0,05$ mm verwendet und die Analyse implizit dynamisch durchgeführt (in Abaqus *Dynamic, Implicit). Die Ausgabe der Reaktionskraft und der Verschiebung erfolgte analog zum Modell der AlSi12-Matrix.

5.3 Modellerstellung des Verbundes

Für die Modellerstellung des Verbundes (Abbildung 5.1 (c)) wurden die beiden Modelle der AlSi12-Matrix und der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform im Modul „Assembly“ zusammengeführt und von der Matrix die Preform geometrisch abgezogen, damit ein Verbund aus zwei Materialsystemen entsteht. Die Grenzflächen wurden im Modul „Interactions“ fest miteinander verbunden (in Abaqus *Constraint, Tie). Diese Annahme basiert auf den experimentellen Ergebnissen der in-situ Druckversuche (Kapitel 6.4). Alle vorher eingestellten Materialparameter für die jeweiligen Materialsysteme bleiben bestehen. Die Analyse, sowie die Modellierung von Referenzpunkten und Randbedingungen erfolgt analog zu Kapitel 5.1 und Kapitel 5.2. Es wird eine Verschiebung von $-0,02$ mm in z-Richtung entlang der Aufbaurichtung der Preform und y-Richtung quer dazu definiert. Zudem wurden die Materialsysteme einzeln an der Ober- und Unterseite mit den Referenzpunkten gekoppelt, damit keine Überbestimmung der Freiheitsgrade an den Grenzflächen entsteht.

6 Ergebnisse der experimentellen und numerischen Charakterisierung

Im Folgenden werden die Ergebnisse der experimentellen und numerischen Charakterisierung vorgestellt. Zunächst werden die Ergebnisse der mikrostrukturellen Untersuchungen (Kapitel 6.1) hinsichtlich der Dichte, der Phasenvolumenanteile, der Mikrostruktur sowie des Grenzflächenaufbaus dargestellt. Anschließend werden alle Ergebnisse der thermischen Untersuchungen (Kapitel 6.2), zur Ermittlung der Glasübergangstemperatur, der spezifischen Wärmekapazität sowie des thermischen Ausdehnungskoeffizienten und der Wärmeleitfähigkeit beschrieben. Im folgenden Teilkapitel werden die Ergebnisse der mechanischen Untersuchungen (Kapitel 6.3) einschließlich der Härte, sowie der elastischen und elastisch-plastischen Eigenschaften dargestellt. Des Weiteren werden in diesem Teilkapitel die Ergebnisse der FE-Simulation präsentiert. Abschließend werden die Ergebnisse der in-situ Untersuchungen (Kapitel 6.4) zum Schädigungsverhalten des Verbundes unter Druckbelastung dargestellt. Teile der Ergebnisse wurden bereits in [127, 131, 134, 154] veröffentlicht aber hier nochmal ausführlich dargestellt und in Kapitel 7 diskutiert.

6.1 Mikrostrukturelle Eigenschaften

6.1.1 Dichte und Verstärkungsvolumenanteil

Die Dichte der gedruckten $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Legierung wurde, wie in Kapitel 4.1.2 beschrieben, mittels Gaspyknometrie bestimmt und resultiert in einer Dichte mit geschlossener Porosität von $\rho_{\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}} = 10,72 \pm 0,05 \text{ g/cm}^3$. Berechnet mit der theoretischen Dichte der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Legierung von $10,85 \text{ g/cm}^3$ (mit $\rho_{\text{Ni}} = 8,91 \text{ g/cm}^3$ [155], $\rho_{\text{Nb}} = 8,57 \text{ g/cm}^3$ [155], $\rho_{\text{Ta}} = 8,91 \text{ g/cm}^3$ [155]) ergibt sich eine geschlossene Porosität von $1,19 \pm 0,46 \%$ in der Preform. Mit der ermittelten Dichte des metallischen Glases konnte eine Dichte von $4,04 \pm 0,07 \text{ g/cm}^3$ und eine offene Porosität von $62,28 \pm 0,62 \%$ ($V_r = 37,72 \pm 0,62 \%$) der Preform berechnet werden, wobei eine Fehlerfortpflanzung nach Gauß berücksichtigt wurde. Die Dichte des Verbundes wurde nach dem Archimedischen Prinzip bestimmt und ergibt einen Mittelwert von $\rho_{\text{Verbund}} = 5,79 \pm 0,01 \text{ g/cm}^3$. Zusätzlich wurde eine Dichte von $\rho_{\text{AlSi12}} = 2,64 \pm 0,01 \text{ g/cm}^3$ der AlSi12-Legierung ebenfalls nach dem Archimedischen Prinzip ermittelt. Aufgrund der hohen Infiltrationsqualität (vgl. Kapitel 6.1.2) wurde die offene Porosität im Verbund als vernachlässigbar gering angenommen und nicht bestimmt. Alle ermittelten Werte sind zur Übersicht in Tabelle 6.1 zusammengefasst und wurden in Dittmann et al. [127, 131] veröffentlicht.

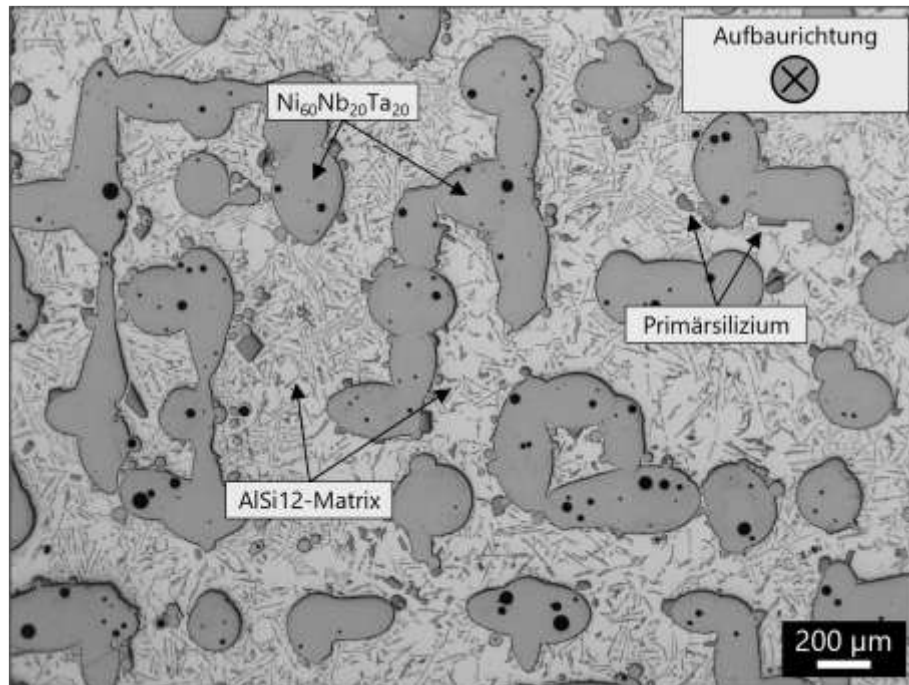
Tabelle 6.1: Ermittelte Dichte und Porosität der einzelnen Phasen und des Verbundes.

	$\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$	AlSi12	$\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ - Preform	$\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ - AlSi12-Verbund
Dichte (g/cm^3)	$10,72 \pm 0,05$	$2,64 \pm 0,01$	$4,04 \pm 0,07$	$5,79 \pm 0,01$
Geschlossene Porosität (%)	$1,19 \pm 0,46$	-	-	-
Offene Porosität (%)	-	-	$62,28 \pm 0,62$	-

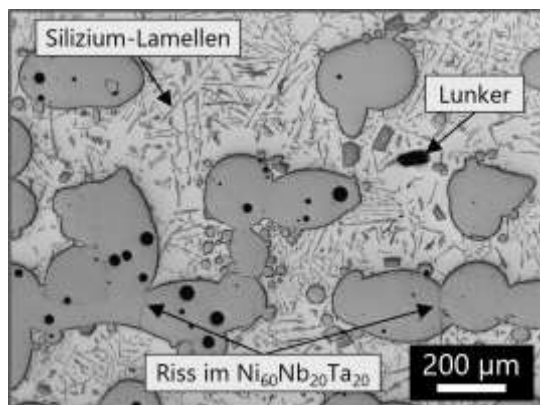
6.1.2 Mikrostruktur des Verbundes

Für die Untersuchung der Mikrostruktur des Verbundes, wurden entsprechend der Beschreibung in Kapitel 4.1.3 lichtmikroskopische Aufnahmen in und quer zur Aufbaurichtung angefertigt. Abbildung 6.1(a) zeigt eine Übersichtsaufnahme der

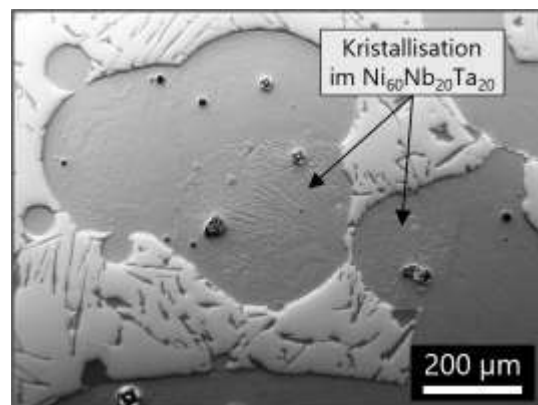
Mikrostruktur in Aufbaurichtung. In der Aufnahme ist deutlich die gitterartige Struktur des metallischen Glases $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ zu erkennen, die in die eutektische AlSi12 -Matrix eingebettet ist.



(a)



(b)



(c)

Abbildung 6.1: Lichtmikroskopische (a) Übersichtsaufnahme der Mikrostruktur des Verbundes in Aufbaurichtung, sowie Nahaufnahmen von (b) Rissen im metallischen Glas und Lunkern im Matrixmaterial und (c) kristallisierte Bereiche im metallischen Glas.

In der Phase des metallischen Glases sind eingeschlossene Gasporen zu erkennen. Diese wurden bereits in den REM-Aufnahmen der reinen Preform (vgl. Abbildung 3.5 (c) in Kapitel 3.2) erkannt und lassen sich auf den laserbasierten Herstellungsprozess zurückführen. Die

AlSi12-Matrix weist ein homogenes Gefüge mit einer feinen Verteilung von eutektischen Si-Lamellen in der α -Aluminiumphase auf. Zudem haben sich einige Ausscheidungen aus Primärsilizium an den Grenzflächen zum metallischen Glas gebildet. In Abbildung 6.1 (b) ist eine Nahaufnahme der Mikrostruktur abgebildet und es lassen sich vereinzelt Risse im metallischen Glas erkennen, die teilweise mit Matrixmaterial gefüllt sind. Außerdem zeigt diese Aufnahme, dass sich in der AlSi12-Matrix sehr vereinzelt Lunker gebildet haben. Abbildung 6.1 (c) zeigt einen Bereich im metallischen Glas, in dem sich ein nadelförmiges Gefüge ausgebildet hat, das sich von der normalerweise gleichmäßigen Struktur amorpher Metalle unterscheidet. Dies deutet darauf hin, dass in diesem Bereich die bereits in Kapitel 3.2 erwähnte Nanokristallisation im metallischen Glas zu erkennen ist.

In Abbildung 6.2 ist eine Übersichtsaufnahme der Mikrostruktur des Verbundes quer zur Aufbaurichtung zu sehen. Diese unterscheidet sich von der Mikrostruktur in Aufbaurichtung (vgl. Abbildung 6.1 (a)) durch einen deutlich höheren Flächenanteil des metallischen Glases. Die Gitterstruktur der Preform weist somit einen anisotropen Aufbau in und quer zur Aufbaurichtung auf. Dies konnte bereits in den REM-Aufnahmen (vgl. Abbildung 3.5 in Kapitel 3.2) der reinen Preform festgestellt werden.

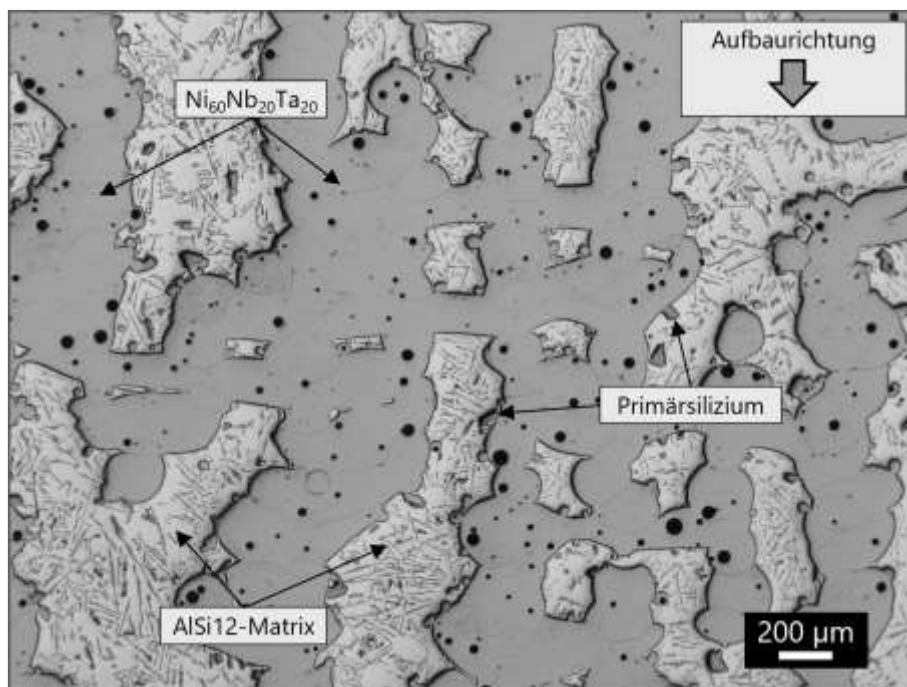


Abbildung 6.2: Lichtmikroskopische Übersichtsaufnahme der Mikrostruktur des Verbundes quer zur Aufbaurichtung.

Allgemein zeigen die Aufnahmen der Mikrostruktur, dass selbst die kleinsten Bereiche der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform, abgesehen von der prozessbedingten geschlossenen Porosität innerhalb der Preform, mit Matrixmaterial gefüllt sind und somit eine hohe Infiltrationsqualität vorliegt. Außerdem hat sich auf makroskopischer Ebene keine Reaktionsschicht an der Grenzfläche zwischen dem metallischen Glas und der AlSi12-Matrix gebildet.

Zusätzlich zu den lichtmikroskopischen Untersuchungen der Mikrostruktur wurde ein großflächiges EDX-Mapping, entsprechend der Beschreibung in Kapitel 4.1.3, an einer Probe entlang der Aufbaurichtung durchgeführt. Die Ergebnisse der Elementanalyse sind in Abbildung 6.3 dargestellt, die Farbzunordnung der einzelnen Elemente wurde wie folgt gewählt: (b) pink – Aluminium, (c) grün – Silizium, (d) gelb – Nickel, (e) orange – Niob und (f) türkis – Tantal. Die Abbildungen bestätigen die lichtmikroskopischen Untersuchungen. Die Si-Lamellen sind gleichmäßig im α -Aluminium verteilt und es hat sich Primärsilizium, hauptsächlich an den Grenzflächen zum metallischen Glas, gebildet. Die metallische Glasphase bestehend aus Nickel, Niob und Tantal weist eine homogene Verteilung der einzelnen Elemente auf und es ist keine lokale Entmischung zu erkennen. Auffällig ist, dass in der AlSi12-Matrix zusätzlich in gewissem Maße Tantal detektiert wurde, dies deutet auf einen Messfehler hin und wird in Kapitel 7.2.3 näher erläutert.

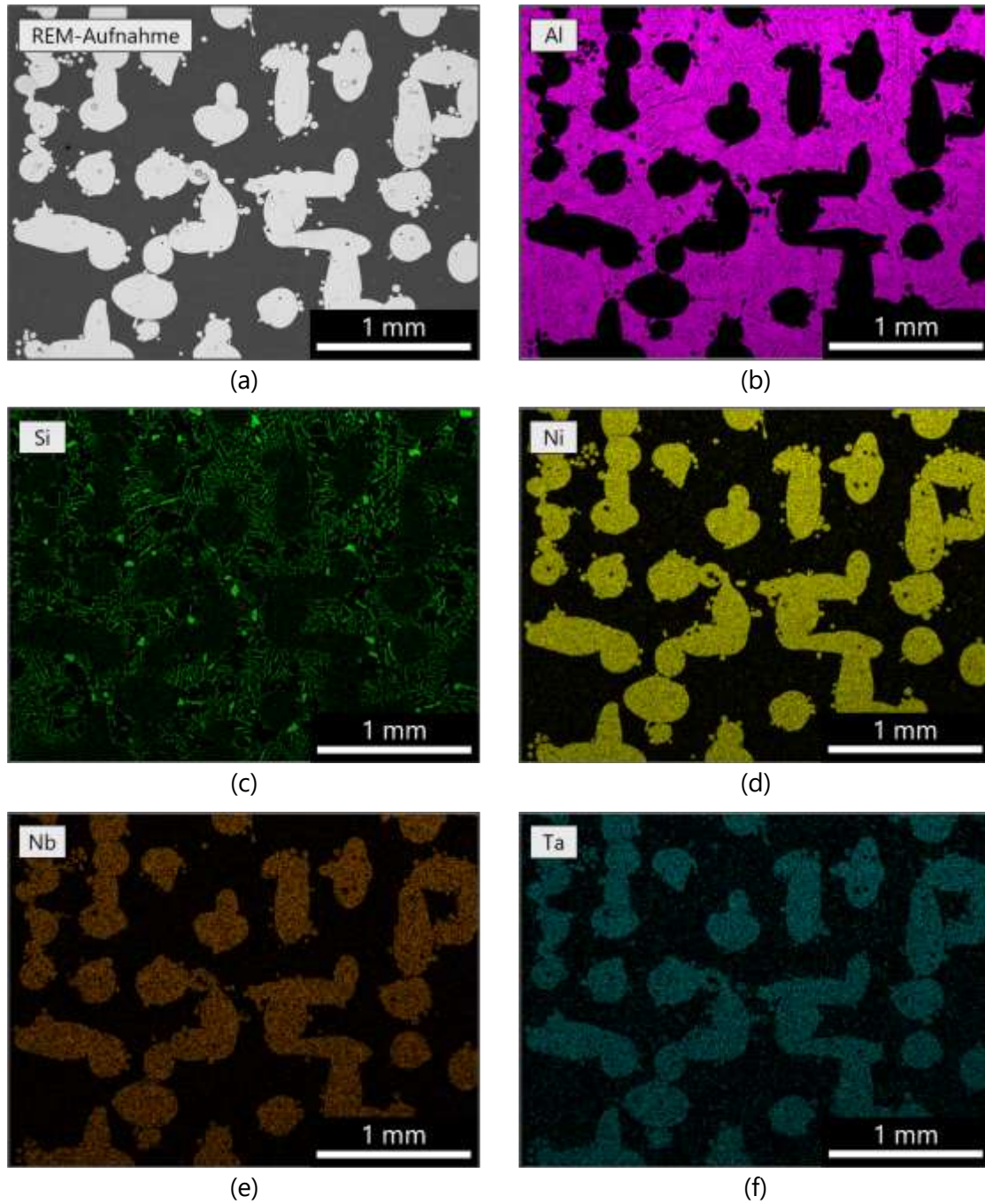
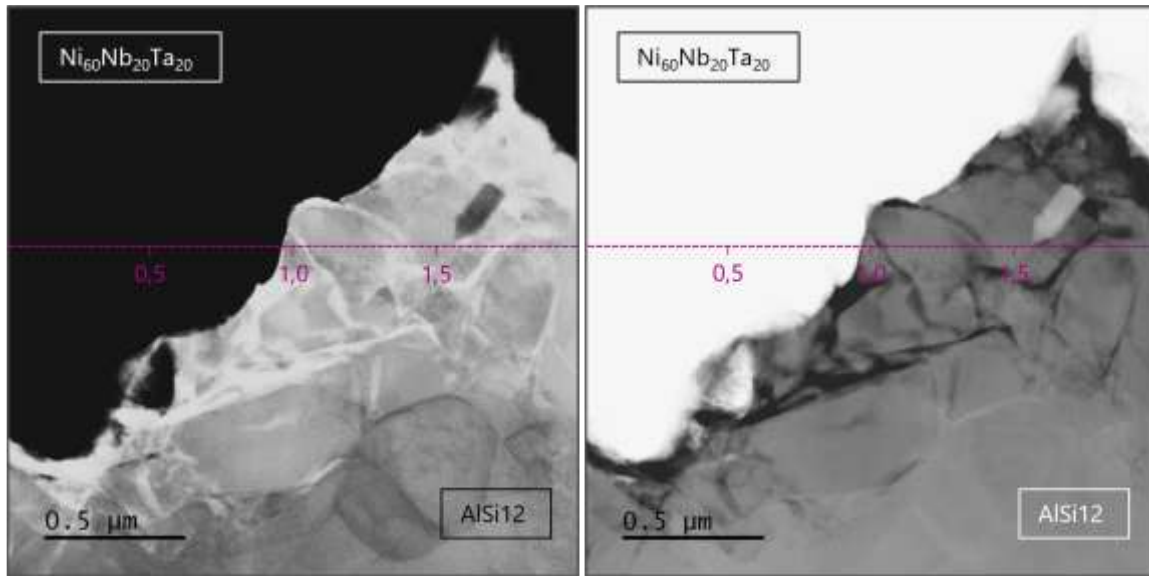


Abbildung 6.3: Ergebnis der EDX-Analyse an einer (a) Verbundprobe entlang der Aufbaurichtung. Die Elemente sind dargestellt in (b) pink – Aluminium, (c) grün – Silizium, (d) gelb – Nickel, (e) orange – Niob und (f) türkis – Tantal.

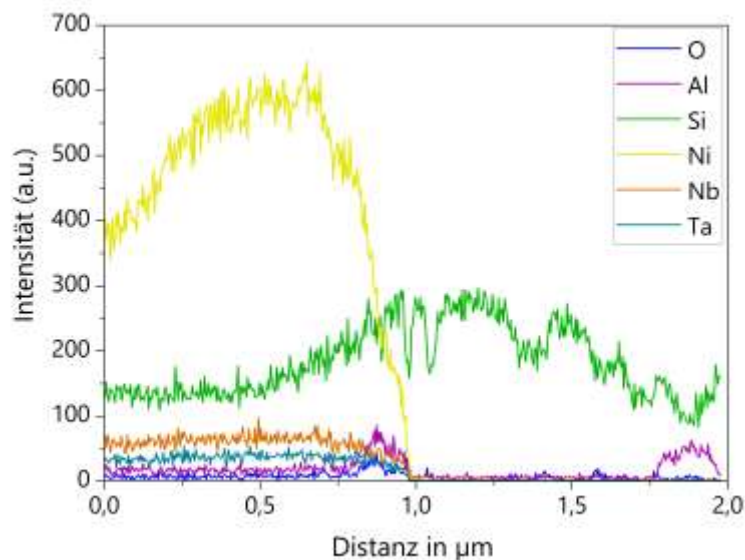
6.1.3 Grenzflächenaufbau

Zur Untersuchung der Grenzfläche zwischen dem metallischen Glas $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ und der AlSi12-Matrix wurden TEM-Aufnahmen, entsprechend der Beschreibung in Kapitel 4.1.4, des Grenzflächenbereichs angefertigt und ein EDX-Linienscan durchgeführt. Die Ergebnisse wurden in Dittmann et al. [154] veröffentlicht. In Abbildung 6.4 sind die Ergebnisse der Untersuchungen dargestellt, wobei die Grenzfläche im (a) Hellfeld (HF-) und (b) Dunkelfeld (HAADF-) Modus aufgenommen wurde. Im Hellfeld-Modus werden die Primärelektronenstrahlen bei der Durchstrahlung der Lamellen zur Bilderzeugung genutzt, dadurch erscheint das metallische Glas in den Aufnahmen dunkel. Bei Aufnahmen im Dunkelfeld-Modus werden gebeugte Elektronenstrahlen zur Bilderzeugung genutzt, dadurch können Kontrastbilder basierend auf der Ordnungszahl erzeugt werden, in denen schwerere Elemente heller erscheinen als leichtere Elemente. Somit erscheint das metallische Glas im HAADF-Modus hell. In den STEM-Aufnahmen ist zudem die Position inklusive Skalierung des EDX-Linienscans als pink gestrichelte Linie gekennzeichnet und die resultierenden EDX-Ergebnisse sind als Diagramm in Abbildung 6.4(c) dargestellt. In beiden STEM-Aufnahmen weist das metallische Glas eine gleichmäßige dunkle bzw. helle Struktur ohne erkennbare Kontrastunterschiede auf. In der AlSi12-Matrix hingegen sind vor allem im Grenzflächenbereich deutliche Kontrastunterschiede zu erkennen, die auf das Primärsilizium zurückzuführen sind. Wie bereits in den lichtmikroskopischen Aufnahmen gezeigt, bilden sich diese an der Grenzfläche zum metallischen Glas. Außerdem ist zu erkennen, dass die Grenzfläche zwischen den beiden Materialien eine „raue“ Struktur aufweist. Zum einen scheint das metallische Glas eine leicht strukturierte Oberfläche zu besitzen, zum anderen wird der Effekt durch die unregelmäßige Anlagerung des Primärsiliziums weiter verstärkt. Weder im HF- noch im HAADF-Modus ist eine Reaktionsschicht sichtbar, die sich während des Infiltrationsprozesses zwischen den beiden Phasen gebildet haben könnte.



(a) STEM-HF

(b) STEM-HAADF



(c) EDX-Linienscan

Abbildung 6.4: STEM-Aufnahmen der Grenzfläche zwischen dem metallischen Glas $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ und der AlSi_{12} -Matrix, aufgenommen im (a) Hellfeld (HF-) und (b) Dunkelfeld (HAADF-) Modus mit gekennzeichneten EDX-Linienscan, sowie (c) die Ergebnisse des EDX-Linienscans [154].

Die Ergebnisse des EDX-Linienscans bestätigen die visuelle Bewertung. Der Scan beginnt in der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Phase mit einer hohen Intensität von Nickel (gelb) und einer geringeren Intensität von Niob (orange) und Tantal (türkis). Zudem wird ein Anteil Silizium (grün) detektiert, dies ist vermutlich eine Fehldetektion und wird ausführlicher in Kapitel 7.2.3 diskutiert. Im Grenzflächenbereich zwischen $0,75\mu\text{m}$ und $1,0\mu\text{m}$ sinkt die Intensität der Elemente des metallischen Glases Ni, Nb und Ta bis auf null ab, während die Intensität des

Si weiter zunimmt. Zudem ist in diesem Bereich eine leichte Zunahme von Sauerstoff (blau) und Aluminium (pink) zu beobachten, die sich mit den Elementen des metallischen Glases überlagern und somit auf eine geringe Diffusion in die metallische Glasphase hindeuten. Ab $1,0\mu\text{m}$ sind die Intensitäten aller Elemente auf null, bis auf den Si-Anteil. Dieser nimmt bis $1,8\mu\text{m}$ kontinuierlich ab und steigt anschließend wieder etwas an. Ab $1,75\mu\text{m}$ ist ebenfalls ein geringer Anstieg bei der Intensität des Aluminiums zu beobachten. Dies bestätigt, dass sich hier Primärsilizium, eingebettet in α -Aluminium, an der Grenzfläche angelagert hat. Es konnte bereits in den lichtmikroskopischen Aufnahmen (vgl. Abbildung 6.1 und Abbildung 6.2 in Kapitel 6.1.2) festgestellt werden, dass sich im Grenzflächenbereich teilweise Primärsilizium an das metallische Glas angelagert hat. Ein EDX-Linienscan über einen Grenzflächenbereich zwischen α -Aluminium und metallischen Glas, ohne Primärsilizium, konnte im TEM nicht durchgeführt werden, da die präparierte Probe keinen solchen Bereich aufwies.

In Dittmann et al. [131] wurde ein EDX-Linienscan im Prisma E SEM von ThermoFisher Scientific (Waltham, Massachusetts, USA) von der Grenzfläche zwischen α -Aluminium und dem metallischen Glas $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ durchgeführt. Im Grenzflächenbereich überlagern sich die Elemente des metallischen Glases mit dem α -Aluminium. Dies deutet darauf hin, dass sich zwischen dem α -Aluminium und dem metallischen Glas ebenfalls eine Diffusionsschicht gebildet hat. Aufgrund der unterschiedlichen Messmethoden von REM und TEM, unterscheiden sich die gemessenen EDX-Linienscans in ihrer Genauigkeit.

6.2 Thermische Eigenschaften

6.2.1 Ergebnisse der dynamischen Differenzkalorimetrie

Für die Ermittlung von materialspezifischen Phasenübergängen und chemischen Reaktionsprozessen wurden DSC-Messungen durchgeführt. Die Ergebnisse der prozessbegleitenden DSC-Messungen am $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Pulver und der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform wurden bereits in Kapitel 3.2 dargestellt. Im Folgenden werden die DSC-Ergebnisse des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-Verbundes, sowie der AlSi12-Matrix und der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform im Vergleich betrachtet. Die Untersuchungen wurden wie in Kapitel 4.2.1 beschrieben durchgeführt und die daraus resultierenden Ergebnisse sind in Abbildung 6.5 dargestellt. Das DSC-Signal ist aufgetragen als Wärmestrom in mW/mg über die Temperatur. Abbildung 6.5 (a) zeigt eine Übersicht der DSC-Ergebnisse einer jeweils repräsentativen Probe über den gesamten Temperaturmessbereich von 20–930 °C. Zur genaueren Betrachtung von endothermen und exothermen Reaktionen ist der gesamte Messbereich in drei Temperaturbereiche unterteilt.

Der erste Temperaturbereich, dargestellt in Abbildung 6.5 (b), reicht von 550–630 °C und erstreckt sich damit über das Schmelzintervall von 570–580 °C der AlSi12-Legierung [128]. Das DSC-Signal der AlSi12-Matrix zeigt in diesem Bereich bei 576,7 °C eine endotherme Reaktion mit einem Peak bei 605,1 °C. Auch der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-Verbund weist beginnend bei 576,5 °C eine endotherme Reaktion auf mit einem Maximum bei 597,2 °C. Die Umwandlungsenthalpie, welche der integrierten Fläche unter dem Peak entspricht, ist bei der AlSi12-Matrix mit 508 J/g deutlich höher als bei dem Verbund mit 146,5 J/g. Das DSC-Signal der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform zeigt in diesem Bereich keine Reaktion.

In Abbildung 6.5(c) sind die DSC-Signale über den Temperaturbereich 670–750 °C aufgetragen. Die Kristallisationstemperatur der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform wurde bereits in Kapitel 3.2 bestimmt und liegt bei $T_{x,\text{Preform}} = 694,3 \pm 0,2$ °C. In dem hier dargestellten Temperaturbereich zeigt das Ergebnis der DSC-Messung an der Preform ebenfalls eine exotherme Reaktion beginnend bei 694,3 °C, die der Kristallisation des metallischen Glases zuzuordnen ist. Vor diesem Punkt ist ein leichter Anstieg des DSC-Signals zu beobachten,

der auf die endotherme Reaktion des Glasübergangs im metallischen Glas hindeuten könnte. Die exotherme Reaktion besteht aus zwei Peaks, dies deutet auf einen mehrstufigen Kristallisationsprozess hin. Der zweite und ausgeprägtere Peak liegt bei 712,5 °C und die Kristallisationsenthalpie beträgt $-27,14 \text{ J/g}$. Das Ergebnis des Verbundes zeigt ebenfalls eine zweistufige exotherme Reaktion beginnend bei 691,9 °C und mit einem Peak-Maximum bei 712,0 °C, allerdings ist die Reaktion mit einer Enthalpie von $-19,53 \text{ J/g}$ weniger ausgeprägt im Vergleich zur alleinigen Preform. Die AlSi12-Legierung weist in diesem Temperaturbereich keine Reaktion auf.

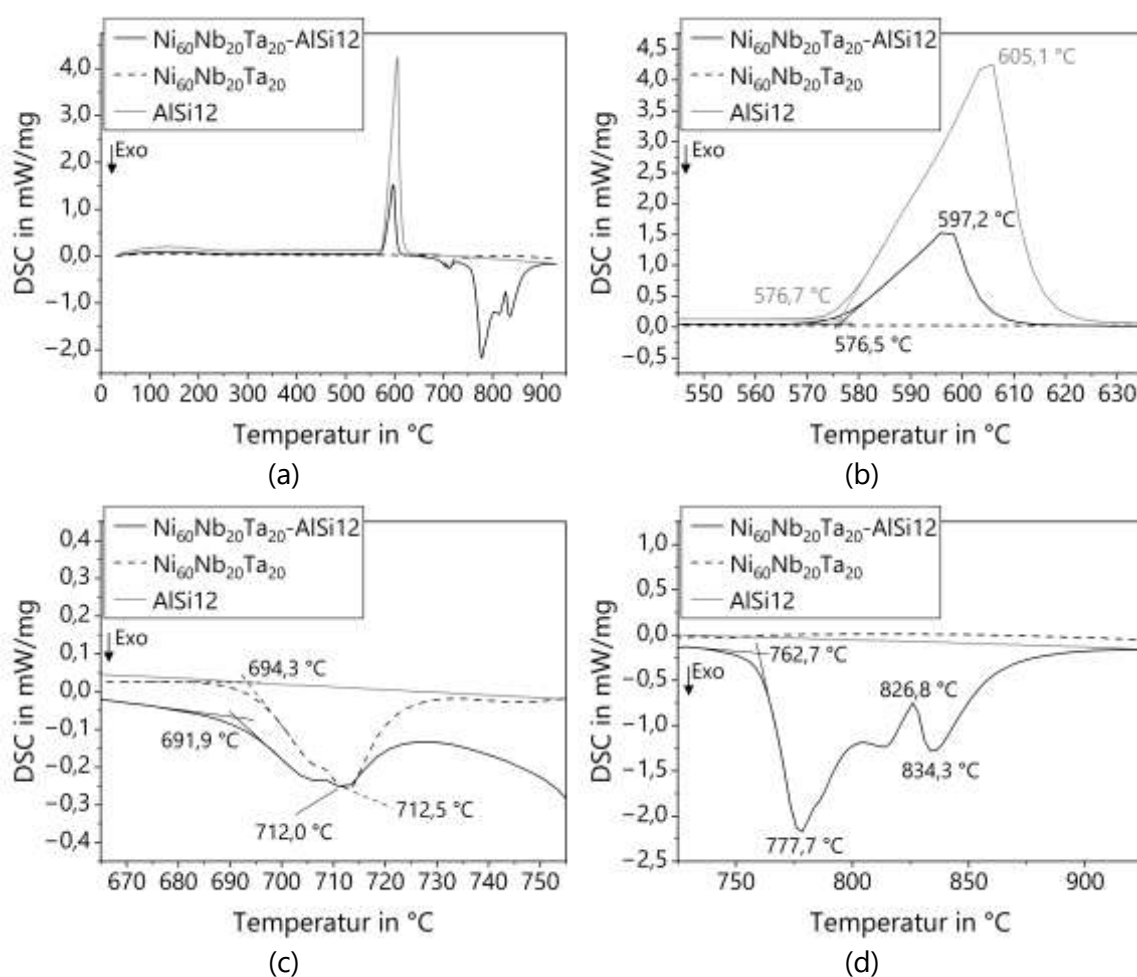


Abbildung 6.5: DSC-Ergebnisse einer jeweils repräsentativen Probe der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform, der AlSi12-Matrix und des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-Verbundes über (a) den gesamten Messbereich von 20–930 °C und zur genaueren Betrachtung in den Temperaturbereichen (b) 550–630 °C, (c) 670–750 °C und (d) 750–900 °C.

Abbildung 6.5(d) zeigt den Temperaturbereich von 750–900 °C. Die jeweiligen Komponenten des Verbunds, das Matrixmaterial AlSi12 sowie das metallische Glas

$\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ zeigen in diesem Bereich keine exotherme oder endotherme Reaktion. Allerdings weist der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-Verbund beginnend bei $762,7^\circ\text{C}$ eine ausgeprägte und mehrstufige exotherme Reaktion mit einer Enthalpie von $-663,9\text{J/g}$ auf. Der erste Peak liegt bei $777,7^\circ\text{C}$, anschließend steigt das DSC-Signal bis $826,8^\circ\text{C}$ wieder an, mit einem weiteren Peak bei $834,3^\circ\text{C}$. Ab 900°C bis zum Ende des Messbereichs bei 930°C treten keine weiteren Reaktionen auf.

Um die im Rahmen dieser Arbeit ermittelten thermischen Kennwerte und Effekte differenziert betrachten zu können, wurde die Relaxationstemperatur T_R und damit die Temperatur, bei der strukturelle Veränderungen im metallischen Glass, mittels DSC-Messungen bestimmt. Dazu wurde eine Probe der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform in vier Zyklen von 20°C auf 500°C aufgeheizt und wieder abgekühlt. Das Ergebnis des DSC-Signals, aufgetragen als Thermospannung in $\mu\text{V/mg}$ über der Temperatur, ist in Abbildung 6.6 dargestellt. Es ist zu erkennen, dass sich das DSC-Signal des ersten Erwärmungszyklus mit der Bezeichnung $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ (1) ab 200°C , von dem der drei folgenden Zyklen (2-4) unterscheidet, die alle übereinander liegen. Die Relaxationstemperatur T_R entspricht somit der Temperatur, bei der die DSC-Signale divergieren und liegt somit bei etwa 200°C . Dies Ergebnis wurde in Dittmann et al. [134] veröffentlicht.

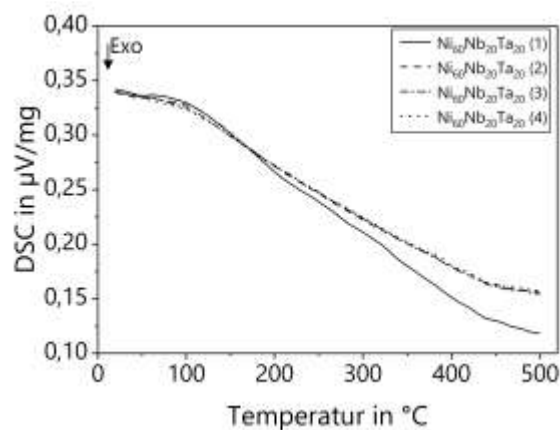


Abbildung 6.6: DSC-Messung zur Bestimmung der Relaxationstemperatur des metallischen Glases [134].

6.2.2 Thermische Ausdehnung

Für die Charakterisierung thermisch bedingter Ausdehnungen im $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12}$ -Verbund und seiner einzelnen Komponenten, dem metallischen Glas $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ und der AlSi12-Matrix, wurden Dilatometermessungen durchgeführt. Wie in Kapitel 4.2.2 beschrieben, wird hierfür die Längenänderung ΔL der Proben über drei Temperaturzyklen zwischen 20°C und 500°C gemessen. Durch die Normierung auf die Ausgangslänge L_0 ergibt sich die thermische Dehnung. In Abbildung 6.7 ist zur Veranschaulichung die thermische Dehnung einer repräsentativen Verbundprobe und der zeitabhängige Temperaturverlauf einer Dilatometermessung dargestellt.

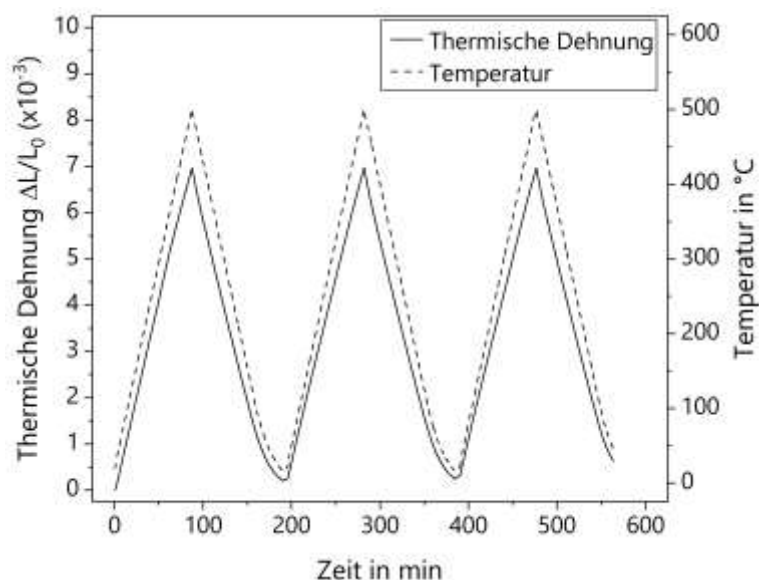


Abbildung 6.7: Repräsentative Dilatometermessung zur Ermittlung der thermischen Ausdehnung einer $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12}$ -Verbundprobe in Abhängigkeit der drei Temperaturzyklen, aufgetragen über die Zeit.

Im Folgenden wird die temperaturabhängige Entwicklung der thermischen Ausdehnung während der drei Temperaturzyklen betrachtet. Abbildung 6.8 zeigt die gemittelten Ergebnisse der thermischen Ausdehnung für (a) die AlSi12-Matrix, (b) die $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform in (0°) und quer (90°) zur Aufbaurichtung, sowie (c) den $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12}$ -Verbund in (0°) und quer (90°) zur Aufbaurichtung. Die Verläufe während des Aufheizvorgangs sind in schwarz bzw. pink und während des Abkühlvorgangs in grau bzw. grün dargestellt. Die Bezeichnung der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Legierung wird im Folgenden mit NiNbTa abgekürzt. Die Ergebnisse wurden in Dittmann et al. [134] veröffentlicht.

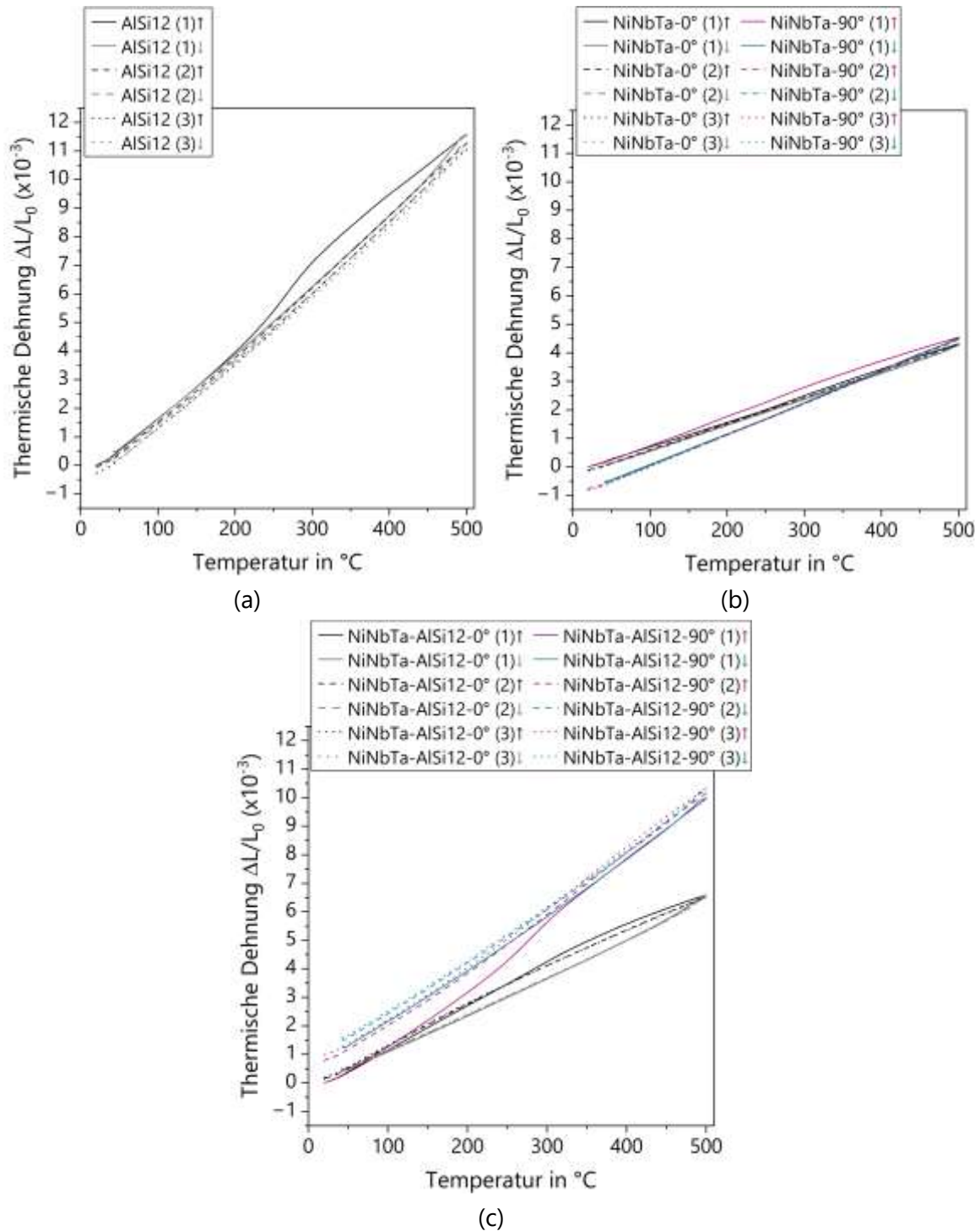


Abbildung 6.8: Jeweils gemittelte Ergebnisse der thermischen Ausdehnung über drei Temperaturzyklen für (a) die AlSi12-Matrix, (b) die $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform in (0°) und quer (90°) zur Aufbaurichtung, sowie (c) den $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-Verbund in (0°) und quer (90°) zur Aufbaurichtung [134].

Die Ergebnisse der thermischen Ausdehnung der AlSi12-Matrix zeigen im ersten Temperaturzyklus eine deutliche Hysterese. Diese ist gekennzeichnet durch einen Anstieg

bei 250 °C im ersten Aufheizvorgang und einen linearen Verlauf im Abkühlvorgang. Die Ausdehnungen während den zwei folgenden Temperaturzyklen weisen sowohl im Aufheiz- als auch im Abkühlvorgang den gleichen linearen Verlauf auf. Zur Verdeutlichung ist der entsprechende Bereich in Abbildung 6.9 (a) vergrößert dargestellt. Insgesamt wird in allen Temperaturzyklen eine thermische Ausdehnung von $1,13 \pm 0,10\%$ bei 500 °C erreicht.

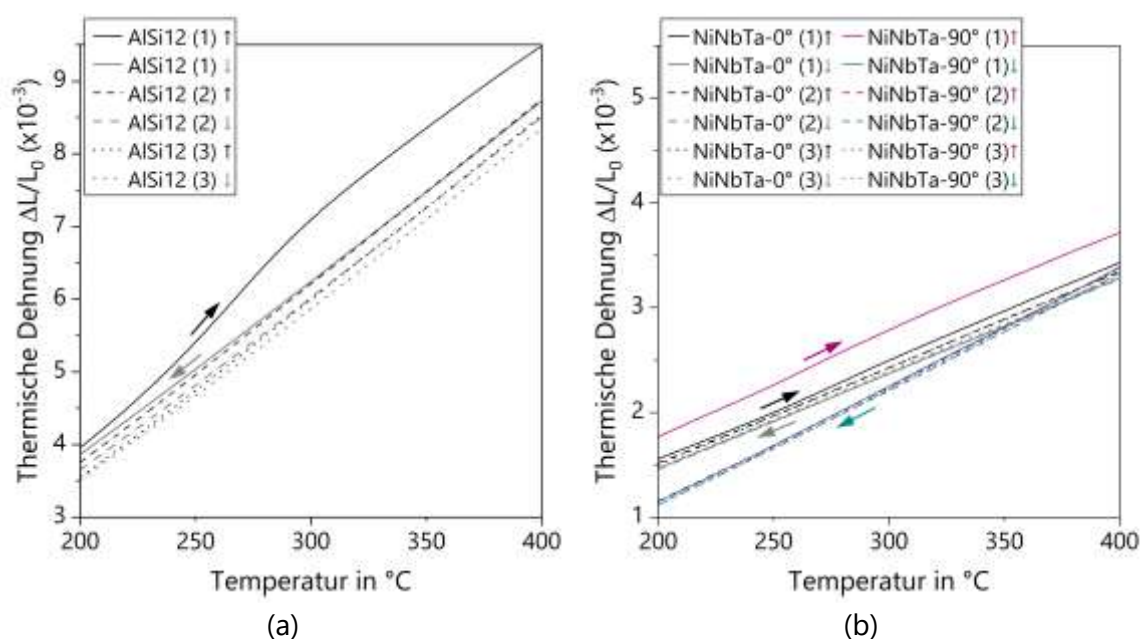


Abbildung 6.9: Vergrößerter Bereich von 200–400 °C der thermischen Ausdehnung der (a) AISi12-Matrix und (b) $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$ -Preform über drei Temperaturzyklen.

Die thermische Ausdehnung der Preform in Aufbaurichtung ($Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}-0^\circ$) zeigt sowohl im Aufheiz- als auch im Abkühlvorgang einen linearen Verlauf über alle drei Temperaturzyklen. Sie erreicht bei 500 °C eine thermische Ausdehnung von $0,43 \pm 0,01\%$. Die Preform quer zur Aufbaurichtung ($Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}-90^\circ$) hingegen weist ab dem ersten Abkühlvorgang eine verbleibende negative thermische Ausdehnung von $-0,08 \pm 0,02\%$ bei 20 °C auf, die über die restlichen Temperaturzyklen anhält (Abbildung 6.9 (b)). Bei 500 °C wird eine thermische Ausdehnung von $0,45 \pm 0,01\%$ erreicht.

Die Verläufe der thermischen Ausdehnung im Verbund in Aufbaurichtung ($Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$ -AISi12- 0°) weisen im Aufheizvorgang den gleichen Verlauf bis $0,65 \pm 0,03\%$ bei 500 °C auf (Abbildung 6.8). Die Verläufe im Abkühlvorgang liegen ebenfalls aufeinander allerdings etwas unterhalb der Aufheizvorgänge, da sich eine leichte Hysterese innerhalb der

jeweiligen Temperaturzyklen gebildet hat. Die thermische Ausdehnung im Verbund quer zur Aufbaurichtung hingegen bildet nur im ersten Temperaturzyklus eine Hysterese, die sich durch einen starken Anstieg bei 250 °C im Aufheizvorgang zeigt. Der Bereich ist zur Verdeutlichung in Abbildung 6.10 vergrößert dargestellt. Die restlichen Verläufe zeigen den gleichen linearen Verlauf mit einer verbleibenden positiven thermischen Ausdehnung von $0,09 \pm 0,02\%$ bei Raumtemperatur. Bei 500 °C erreicht der Verbund eine Ausdehnung von $1,02 \pm 0,03\%$.

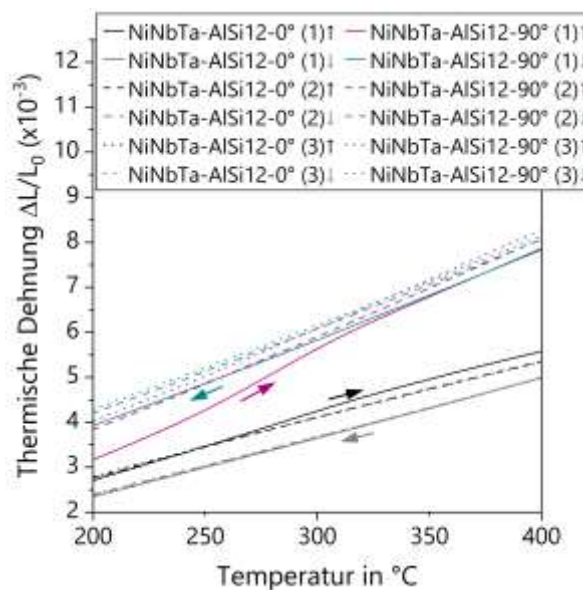


Abbildung 6.10: Vergrößerter Bereich von 200–400 °C der thermischen Ausdehnung des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12}$ -Verbundes über drei Temperaturzyklen.

Insgesamt liegen die Werte der thermischen Ausdehnung der Verbunde bei 500 °C zwischen den Werten der reinen Preform und der reinen AlSi12-Matrix. Zudem ist ein stark anisotropes Verhalten in und quer zur Aufbaurichtung zu beobachten. Der Verbund quer zur Aufbaurichtung der Preform liegt mit $1,02 \pm 0,03\%$ im Bereich der thermischen Ausdehnung der reinen AlSi12-Matrix mit $1,13 \pm 0,10\%$ und der Verbund in Aufbaurichtung der Preform liegt mit $0,65 \pm 0,03\%$ mehr im Bereich der reinen Preform mit $0,43 \pm 0,01\%$.

In Kapitel 6.2.1 wurde für die Preform eine Relaxationstemperatur von $T_R = 200\text{ °C}$ ermittelt, bei der während des ersten Aufheizvorgangs mikrostrukturelle Veränderungen im metallischen Glas auftreten. Bei der Herstellung des Verbundes können aufgrund der unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Verbundkomponenten

beim Abkühlvorgang Eigenspannungen entstehen, die sich durch die Hysterese der thermischen Ausdehnung im ersten Temperaturzyklus äußern. Um herstellungsbedingte Einflüsse auszuschließen und ein repräsentatives Ergebnis für den CTE zu erhalten, wurde der erste Temperaturzyklus bei dessen Auswertung nicht berücksichtigt. Abbildung 6.11 zeigt somit den temperaturabhängigen CTE gemittelt über den zweiten und dritten Aufheizvorgang für die AlSi12-Matrix, sowie die Preform und den Verbund in und quer zur Aufbaurichtung. Im Rahmen dieser Arbeit wurde der CTE in einem Temperaturbereich von 60–480 °C ermittelt. Die Ergebnisse wurden in Dittmann et al. [134] veröffentlicht.

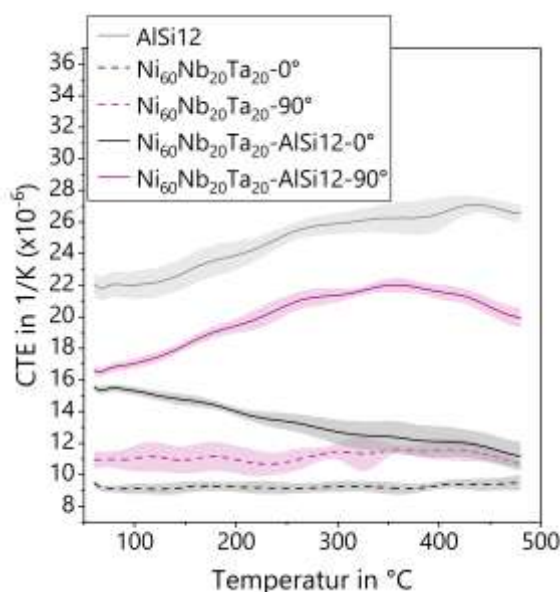


Abbildung 6.11: Jeweils gemittelte Ergebnisse des thermischen Ausdehnungskoeffizienten für die AlSi12-Matrix, die $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform in (0°) und quer (90°) zur Aufbaurichtung, sowie den $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-Verbund in (0°) und quer (90°) zur Aufbaurichtung über einen Temperaturbereich von 60–480 °C [134].

Der thermische Ausdehnungskoeffizient des metallischen Glases in Aufbaurichtung $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}-0^\circ$ weist über den gesamten Temperaturbereich einen konstanten Wert mit relativ geringer Standardabweichung auf, der mit $(9,50 \pm 0,22) \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ bei 60 °C beginnt und mit $(9,51 \pm 0,50) \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ bei 480 °C endet. Die Preform quer zur Aufbaurichtung $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}-90^\circ$ weist mit $(10,95 \pm 0,59) \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ bei 60 °C einen höheren CTE als die Preform in 0° -Richtung auf. Dieser verläuft bis 250 °C konstant, steigt dann geringfügig an bis zu einem Maximum von circa $11,61 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ bei 360 °C und bleibt auf diesem Niveau, bis er ab etwa 420 °C wieder auf $(10,64 \pm 0,16) \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ bei 480 °C absinkt. Insgesamt weisen

die Werte in 90°-Richtung über den gesamten Temperaturbereich eine größere Standardabweichung auf als die Preform in 0°-Richtung.

Im Vergleich zu der Preform zeigen die thermischen Ausdehnungskoeffizienten des Verbundes sowie des Matrixmaterials AlSi12 ein stark temperaturabhängiges Verhalten. Der CTE des Verbundes in Aufbaurichtung Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀-AlSi12-0° nimmt mit steigender Temperatur linear von $(15,52 \pm 0,21) \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ bei 60 °C auf $(11,18 \pm 0,94) \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ bei 480 °C ab. Der Verbund quer zur Aufbaurichtung Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀-AlSi12-90° hingegen beginnt bei $(16,60 \pm 0,32) \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ und steigt bis auf einen maximalen Wert von $(22,01 \pm 0,46) \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ bei 358 °C an. Anschließend nimmt der CTE wieder ab, bis er bei 480 °C einen Wert von $(19,94 \pm 0,64) \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ erreicht.

Ein ähnliches temperaturabhängiges Verhalten wie der Verbund in 90°-Richtung zeigt der Verlauf der thermischen Ausdehnung der reinen AlSi12-Matrix. Deren CTE beginnt bei $(22,03 \pm 0,67) \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ und steigt bis zu einem Maximum von $(27,09 \pm 0,52) \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ bei 435 °C an, um anschließend wieder auf einen Wert von $(26,56 \pm 0,55) \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ abzusinken.

Wie bereits bei der thermischen Ausdehnung ist auch bei den thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Preform und des Verbundes ein stark anisotropes Verhalten in und quer zur Aufbaurichtung zu beobachten. Die thermische Ausdehnung in 90°-Richtung ist sowohl bei der Preform als auch beim Verbund höher als in 0°-Richtung. Dies spiegelt sich auch in den Ergebnissen der thermischen Ausdehnungskoeffizienten wider, bei denen die Proben in 90°-Richtung ebenfalls höhere Werte aufweisen als in 0°-Richtung. Weiterhin ist zu beobachten, dass der Verlauf des Verbundes in 0°-Richtung linear abnimmt und sich bei 480°C den CTE-Werten der Preform annähert. Der Verlauf des Verbundes in 90°-Richtung hingegen weist ein ähnliches Verhalten wie die reine AlSi12-Matrix auf. Dies deutet darauf hin, dass das Verhalten in 0°-Richtung durch die Preform und in 90°-Richtung durch die AlSi12-Matrix beeinflusst bzw. dominiert wird.

6.2.3 Thermische Schädigungen im Verbund

Es wurde jeweils eine Probe des Verbundes in und quer zur Aufbaurichtung auf thermische Schädigung durch die drei Temperaturzyklen zur Messung der thermischen Ausdehnung bewertet. Hierfür wurden die Proben vor den Versuchen gemäß Tabelle 4.1 metallographisch präpariert und nach den Dilatometerversuchen mit dem Rasterelektronenmikroskop untersucht. In Abbildung 6.12 sind REM-Aufnahmen von vor und nach den Versuchen mit dem quer zur Aufbaurichtung untersuchten Verbund zu sehen.

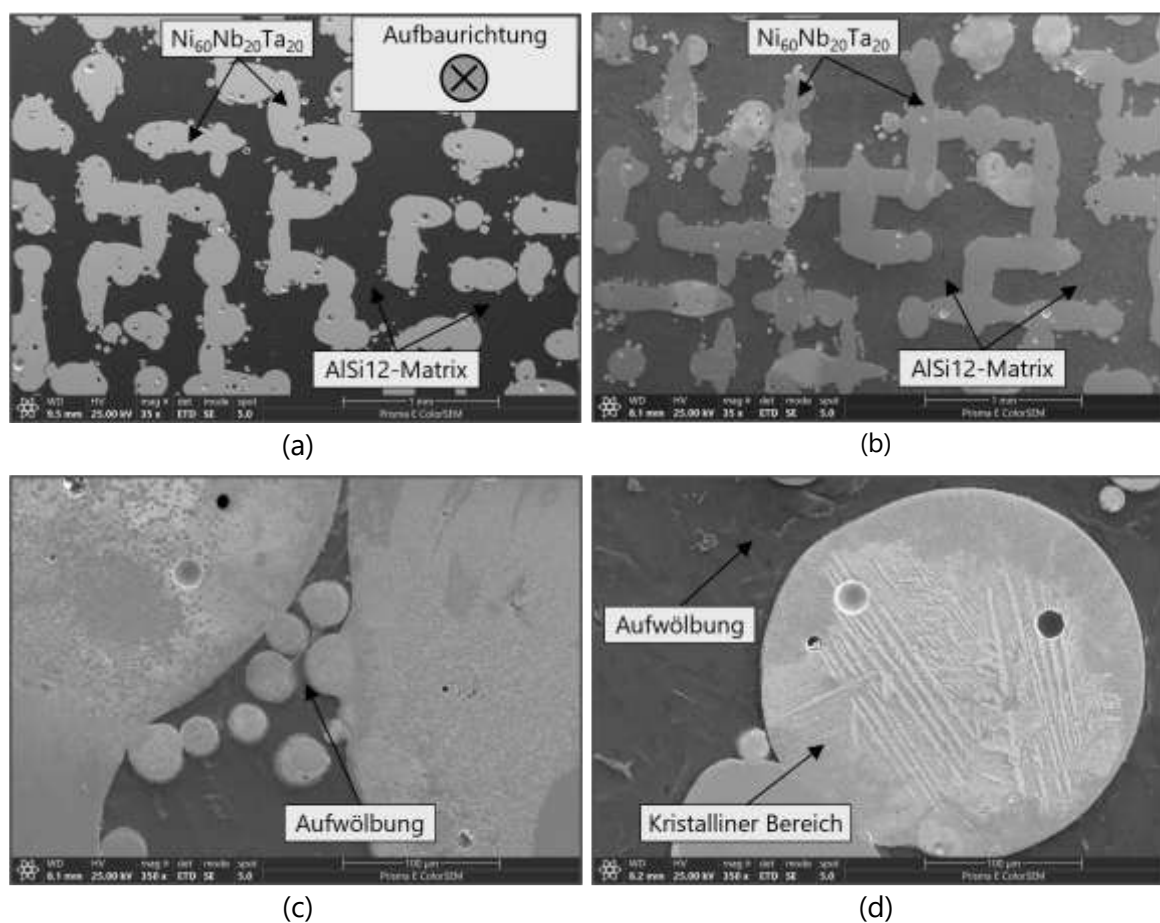


Abbildung 6.12: REM-Aufnahmen des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ - AlSi12 -Verbundes vor und nach den Untersuchungen der thermischen Ausdehnung quer zur Aufbaurichtung. (a) zeigt eine Übersichtsaufnahme vor und (b) nach dem Versuch, (c) eine Detailaufnahme der Aufwölbung der AlSi12 -Matrix und (d) einen kristallisierten Bereich im metallischen Glas.

In Abbildung 6.12(b) ist in der Übersichtsaufnahme zu erkennen, dass sich die Oberflächenmorphologie des metallischen Glases $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ in einzelnen Bereichen

gegenüber der Aufnahme vor den Versuchen (Abbildung 6.12(a)) verändert hat. Die Detailaufnahmen in Abbildung 6.12(c) und (d) zeigen, dass eine Schicht auf der Oberfläche abgelagert gebildet hat. Im kristallinen Bereich in Abbildung 6.12(d) hat sich die Oberflächenschicht an das charakteristische nadelförmige Gefüge angelagert, wodurch diese deutlich hervorgehoben wird. Ein weiterer Effekt, der als Folge der thermischen Untersuchungen zu erkennen ist, ist die Aufwölbung der AlSi12-Matrix. Zum einen ist dieser Effekt in Abbildung 6.12(c) im Grenzflächenbereich entlang der Preform zu beobachten und zum anderen in Abbildung 6.12(d) innerhalb des Matrixmaterials, wo es zu einer Aufwölbung des Aluminiums zwischen den eutektischen Si-Lamellen kommt. Dadurch wird die Oberfläche der AlSi12-Matrix stärker strukturiert und die Oberflächenrauigkeit erhöht.

Die REM-Aufnahmen des Verbundes, dessen thermische Ausdehnung entlang der Aufbaurichtung untersucht wurde, sind in Abbildung 6.13 dargestellt. Auch hier zeigt die Übersichtsaufnahme in Abbildung 6.13(b) die bereichsweise Veränderung der Oberflächenmorphologie durch die Bildung einer Schicht an der Oberfläche des metallischen Glases im Vergleich zur Aufnahme vor dem Versuch (Abbildung 6.13(a)). Auffällig ist, dass sich die Schicht in einigen Bereichen sehr gleichmäßig und flächendeckend ausbildet und in anderen Bereichen leicht wirbelartige Strukturen aufweist. Außerdem bildet sich die Schicht entlang der Grenzflächen, die durch den schichtartigen Aufbau im Inneren des metallischen Glases während des laserbasierten Herstellungsprozesses entstehen. Diese Effekte sind auch in den Detailaufnahmen in Abbildung 6.13(c) und (d) zu erkennen. Weiterhin sind in den Detailaufnahmen Risse im metallischen Glas zu sehen, die entweder durch die thermische Dehnung entstanden sind oder es handelt sich um bereits vorhandene Risse, die sich vergrößert haben. Zudem ist auch hier eine deutliche Strukturierung der Oberfläche der AlSi12-Matrix zu beobachten, die auf die bereits beschriebenen Aufwölbungen hindeutet. In Abbildung 6.13(d) ist erneut ein kristallisierter Bereich im metallischen Glas erkennbar, in dem sich wieder die Partikel an das nadelförmige Gefüge angelagert haben.

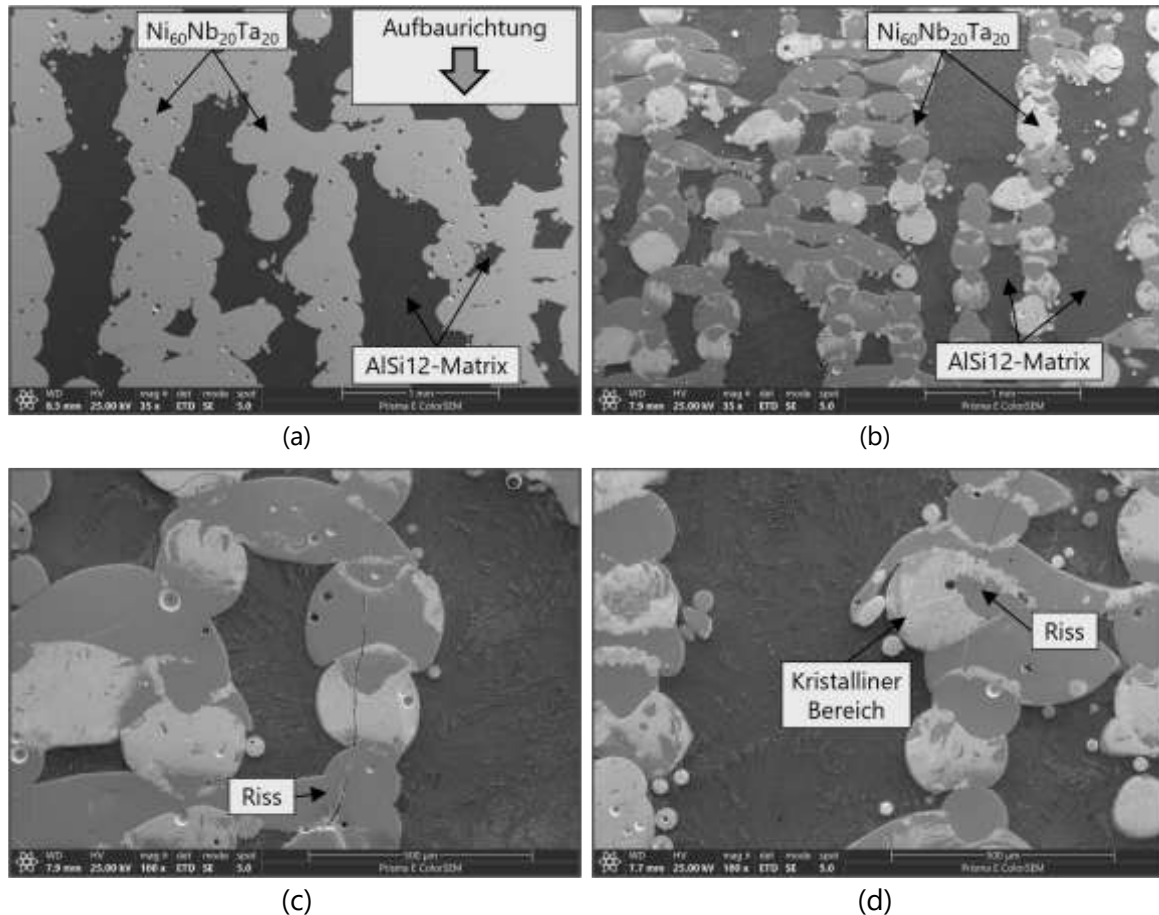


Abbildung 6.13: REM-Aufnahmen des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ - AlSi_{12} -Verbundes vor und nach den Untersuchungen der thermischen Ausdehnung in Aufbaurichtung. (a) zeigt eine Übersichtsaufnahme vor und (b) nach dem Versuch, (c) eine Detailaufnahme eines im metallischen Glas entstandenen Risses und (d) einen kristallisierten Bereich im metallischen Glas.

Insgesamt zeigt sich, dass die entlang der Aufbaurichtung geprüfte Probe mehr Bereiche mit einer Oberflächenschicht und Rissen im metallischen Glas aufweist als die quer zur Aufbaurichtung geprüfte Probe. Letztere weist dagegen entlang der Grenzfläche zum metallischen Glas mehr Bereiche mit Aufwölbungen im Matrixmaterial auf.

6.2.4 Wärmekapazität

Die spezifische Wärmekapazität wurde, wie in Kapitel 4.2.1 beschrieben, aus den gemessenen DSC-Signalen mittels der Vergleichsmethode mit einer Al_2O_3 -Probe, mit bekannter Wärmekapazität (0,78–0,82 kJ/(kg K)) als Referenz bestimmt. Da die Relaxation in metallischen Gläsern einen Einfluss auf die spezifische Wärmekapazität hat, wurde diese

lediglich bis zu der zuvor ermittelten Relaxationstemperatur bei $T_R = 200\text{ °C}$ ermittelt. In Abbildung 6.14 (a) ist das DSC-Signal einer jeweils repräsentativen Probe der AlSi12-Matrix, der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform und des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-Verbundes, sowie der Temperaturverlauf zeitabhängig dargestellt. Das DSC-Signal der AlSi12-Matrix liegt während des Temperaturanstiegs bei circa $0,5\text{ }\mu\text{V/mg}$ und somit deutlich über dem DSC-Signal des Verbundes ($0,28\text{ }\mu\text{V/mg}$) und der Preform ($0,2\text{ }\mu\text{V/mg}$). Keines der DSC-Signale zeigt in diesem Temperaturbereich eine endotherme oder exotherme Reaktion, die auf eine Phasenumwandlung hinweisen könnte.

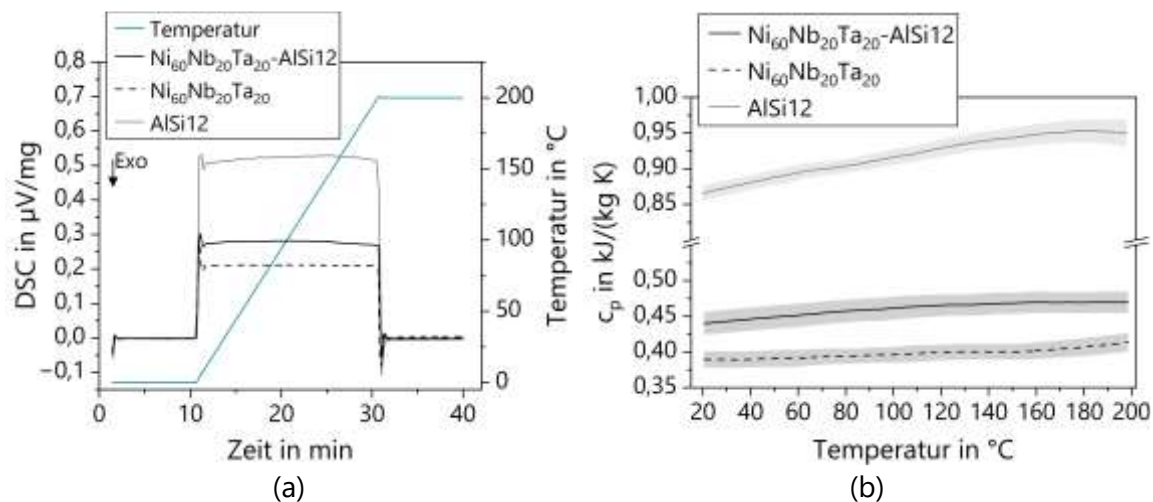


Abbildung 6.14: Ergebnisse der DSC-Messungen zur Ermittlung der spezifischen Wärmekapazität mit (a) DSC-Signal einer jeweils repräsentativen Probe der AlSi22-Matrix, der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform und des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-Verbundes und der Temperaturverlauf aufgetragen über die Zeit und (b) die spezifische Wärmekapazität gemittelt aus jeweils sieben Proben der AlSi12-Matrix, der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform und des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-Verbundes.

In Abbildung 6.14(b) ist der Verlauf der spezifischen Wärmekapazität der AlSi12-Matrix, der Preform sowie des Verbundes in Abhängigkeit der Temperatur in einem Bereich von 20–200 $^{\circ}\text{C}$ aufgetragen. Es wurden jeweils sieben Proben gemessen und anschließend der arithmetische Mittelwert gebildet. Der c_p -Wert der AlSi12-Matrix liegt bei 20 $^{\circ}\text{C}$ bei $0,86 \pm 0,01\text{ kJ}/(\text{kg K})$ und steigt stetig bis $0,95 \pm 0,02\text{ kJ}/(\text{kg K})$ bei 200 $^{\circ}\text{C}$ an. Die Preform hat einen c_p -Wert von $0,39 \pm 0,01\text{ kJ}/(\text{kg K})$ bei 20 $^{\circ}\text{C}$. Dieser steigt leicht bis auf $0,42 \pm 0,01\text{ kJ}/(\text{kg K})$ bei 200 $^{\circ}\text{C}$ an. Der Verbund hat einen etwas höheren c_p -Wert von $0,44 \pm 0,01\text{ kJ}/(\text{kg K})$ bei 20 $^{\circ}\text{C}$, der leicht bis auf $0,47 \pm 0,01\text{ kJ}/(\text{kg K})$ bei 200 $^{\circ}\text{C}$ ansteigt. Das AlSi12 weist somit insgesamt einen doppelt so hohen c_p -Wert als die Preform und der

Verbund auf. Darüber hinaus zeigt der c_p -Wert der AlSi12-Matrix mit einer Differenz von $0,09 \text{ kJ}/(\text{kg K})$ über den gesamten Temperaturbereich eine deutlich höhere Temperaturabhängigkeit als die Preform und der Verbund mit einer Differenz von jeweils $0,03 \text{ kJ}/(\text{kg K})$. Diese Ergebnisse wurden in Dittmann et al. [134] veröffentlicht.

6.2.5 Wärmeleitfähigkeit

Die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit erfolgte mittels LFA und ist in Kapitel 4.2.3 ausführlich beschrieben. Bei der LFA wurde für die AlSi12-Matrix bei 20 Messungen eine Temperaturleitfähigkeit von $0,65 \pm 0,02 \text{ cm}^2/\text{s}$ mit einer durchschnittlichen Fit-Qualität von $98,42 \pm 0,66 \%$ gemessen. Multipliziert mit der nach Archimedes ermittelten Dichte von $\rho_{\text{AlSi12}} = 2,64 \pm 0,01 \text{ g}/\text{cm}^3$ und einer gemessenen Wärmekapazität von $0,86 \pm 0,01 \text{ kJ}/(\text{kg K})$ bei 20°C ergibt sich eine Wärmeleitfähigkeit von $147,56 \pm 0,01 \text{ W}/(\text{m K})$. Für den infiltrierten Verbund $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12}$ wurde bei 20 Messungen eine Temperaturleitfähigkeit von $0,24 \pm 0,01 \text{ cm}^2/\text{s}$ mit einer durchschnittlichen Fit-Qualität von $97,81 \pm 0,64 \%$ gemessen. Dies ergibt mit der nach Archimedes bestimmten Dichte von $\rho_{\text{Verbund}} = 5,79 \pm 0,01 \text{ g}/\text{cm}^3$ und einer gemessenen Wärmekapazität von $0,44 \pm 0,01 \text{ kJ}/(\text{kg K})$ bei 20°C eine Wärmeleitfähigkeit von $60,51 \pm 0,01 \text{ W}/(\text{m K})$. Die Fortpflanzungsfehler wurden nach Gauß berechnet. Alle Ergebnisse sind in Tabelle 6.2 zusammengefasst und wurden in Dittmann et al. [134] veröffentlicht.

Tabelle 6.2: Ergebnisse der Wärmeleitfähigkeit [134].

Material	a (cm ² /s)	ρ (g/cm ³)	$c_{p,20^\circ\text{C}}$ (kJ/(kg K))	λ (W/(m K))
AlSi12	$0,65 \pm 0,02$	$2,64 \pm 0,01$	$0,86 \pm 0,01$	$154,43 \pm 0,01$
Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀-AlSi12	$0,24 \pm 0,01$	$5,79 \pm 0,01$	$0,44 \pm 0,01$	$60,51 \pm 0,01$

6.3 Mechanische Eigenschaften

6.3.1 Härte

Die Härte des metallischen Glases $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ und des Matrixmaterials AlSi12 wurde durch Härtemessungen nach Vickers an einer Verbundprobe bestimmt. Die Versuchsführung ist in Kapitel 4.3.3 detailliert beschrieben. Zusätzlich wurden Härteeindrücke an der Grenzfläche zwischen den beiden Phasen vorgenommen, um deren Anbindung qualitativ zu untersuchen. Von jeweils einem repräsentativen Härteeindruck wurden anschließend lichtmikroskopische Aufnahmen gemacht, die in Abbildung 6.15 dargestellt sind.

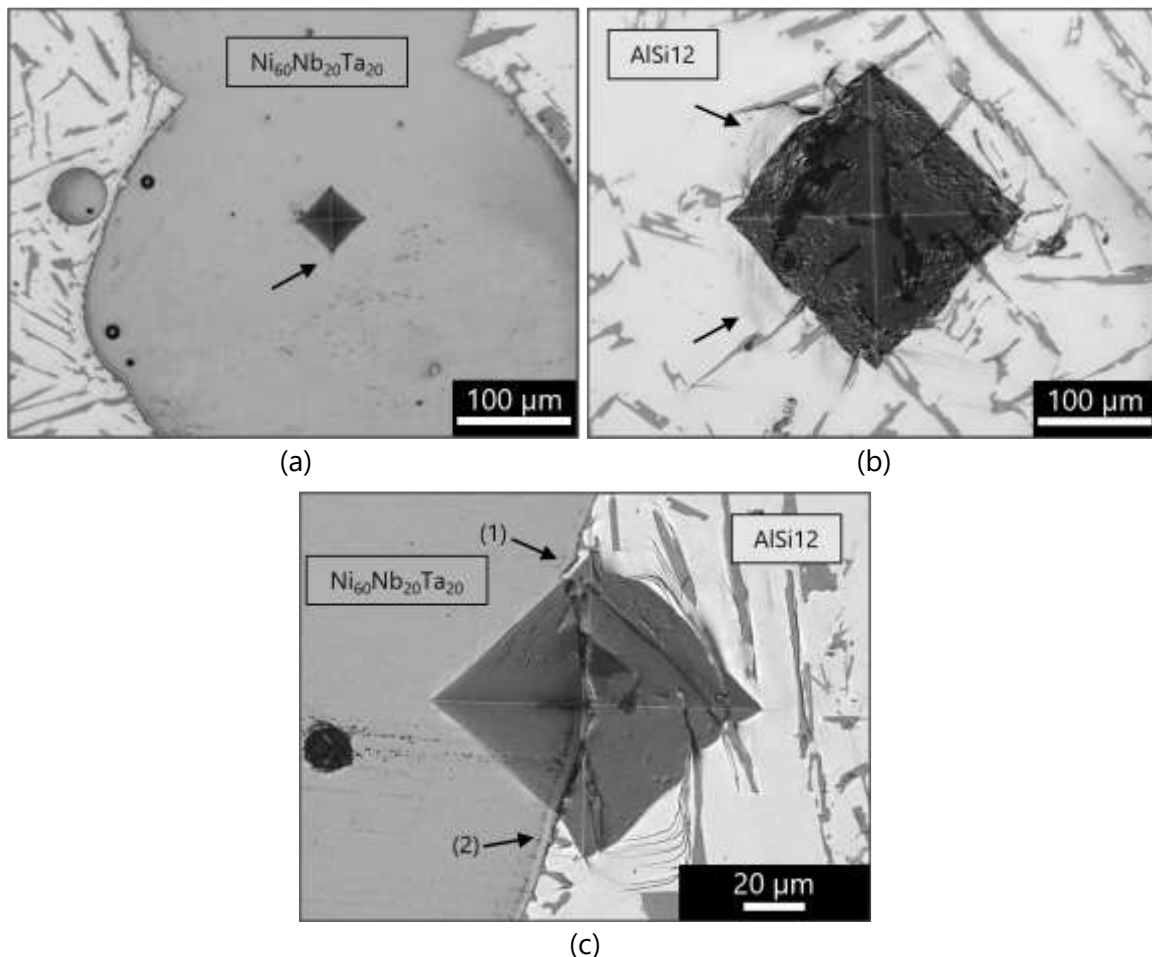


Abbildung 6.15: Lichtmikroskopische Aufnahmen repräsentativer Härteeindrücke im (a) metallischen Glas $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$, (b) Matrixmaterial AlSi12 und (c) an der Grenzfläche zwischen den beiden Phasen.

Abbildung 6.15(a) zeigt einen repräsentativen Härteeindruck im metallischen Glas. Der Härteeindruck weist klare Kanten ohne plastische Verformung außerhalb des Eindrucks auf. Von der unteren Ecke des Eindrucks ausgehend ist jedoch ein etwa $10\ \mu\text{m}$ langer Mikroriss erkennbar, der mit einem Pfeil markiert ist. Gemittelt über drei Messwerte ergibt sich für das metallische Glas eine Vickershärte von $1034 \pm 4\ \text{HV}_{0,5}$. Der in Abbildung 6.15(b) dargestellte Härteeindruck in der AlSi12-Matrix zeigt dagegen eine starke plastische Verformung im Bereich um den Eindruck. Dies äußert sich durch Aufwölbung der reinen α -Aluminiumphase sowie Grenzflächenablösung zwischen dem α -Aluminium und den eutektischen Si-Lamellen (markiert mit Pfeilen). In der AlSi12-Matrix wurden ebenfalls drei Messungen durchgeführt, die einen Mittelwert von $52 \pm 3\ \text{HV}_1$ ergeben. Der Härteeindruck an der Grenzfläche zwischen dem metallischen Glas $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ und der AlSi12-Matrix zur weiteren Untersuchung der Grenzflächenbindung ist in Abbildung 6.15(c) dargestellt. Ausgehend von den Ecken des Eindrucks sind Mikrorisse zu erkennen, die sich entlang der Grenzfläche ausbreiten. Bei näherer Betrachtung (Abbildung 6.16) zeigt sich, dass die Risse an der Grenzfläche zwischen den Si-Lamellen und dem Primärsilizium und dem metallischen Glas sowie entlang der Grenzfläche zwischen den Si-Lamellen und dem α -Aluminium verlaufen. Es ist zu erkennen, dass sich die Risse nach circa $20\ \mu\text{m}$ nicht weiter ausbreiten. Darüber hinaus verdeutlicht der Härteeindruck durch die plastische Verformung im Bereich des Eindrucks nochmals den Unterschied zwischen der weichen AlSi12-Matrix und der um den Faktor 20 härteren metallischen Glasphase.

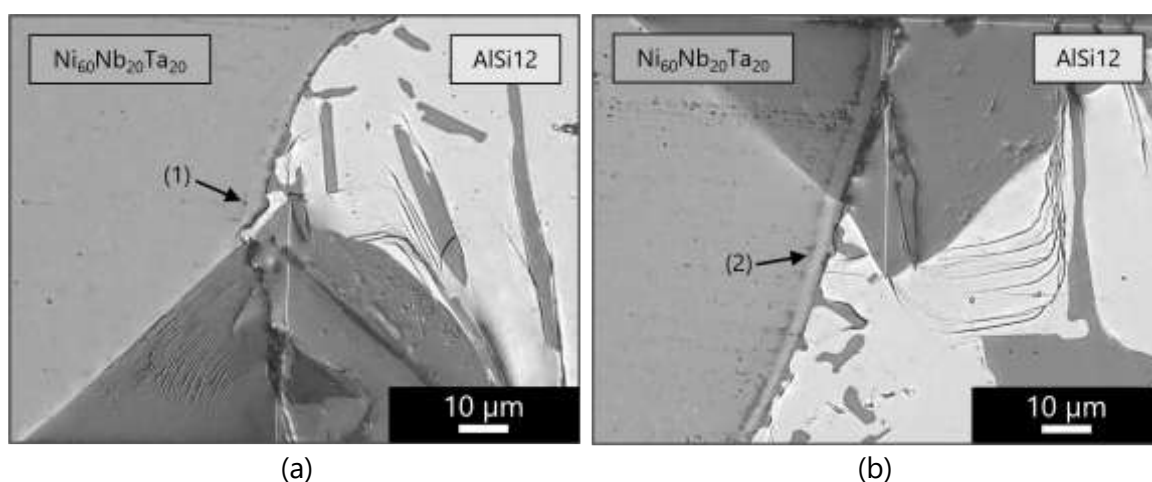


Abbildung 6.16: Lichtmikroskopische Nahaufnahmen (a) des oberen Bereichs und (b) des unteren Bereichs vom Härteeindruck an der Grenzfläche zwischen dem AlSi12 und $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$.

6.3.2 Elastische Eigenschaften

6.3.2.1 Metallisches Glas $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$

Der E-Modul der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Legierung im amorphen Glaszustand wurde mittels Nanoindentation bestimmt. Die Durchführung der Messungen ist in Kapitel 4.3.1 ausführlich beschrieben. Für die Bestimmung wurden 30 Messungen in der Querschnittsmitte der Streben einer im Verbund eingebetteten Preform durchgeführt, von diesen konnten 28 Messungen ausgewertet werden. In Abbildung 6.17 ist das über 28 Messungen gemittelte Ergebnis als Kraft-Weg-Diagramm einschließlich der Tangente zur Bestimmung der Entlastungssteifigkeit dargestellt. Die Ergebnisse wurden in Dittmann et al. [127] veröffentlicht.

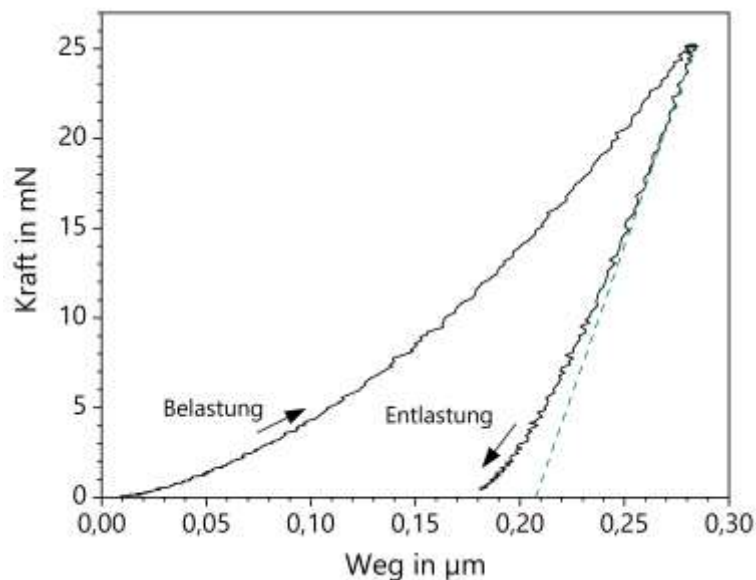


Abbildung 6.17: Gemitteltes Kraft-Weg-Diagramm zur E-Modul-Bestimmung mittels Nanoindentation [127].

Die durchschnittliche maximale Kraft der Messungen beträgt $25,156 \pm 0,036$ mN bei einem maximalen Weg von $h_{\max} = 0,284 \pm 0,003$ μm . Mit einer gemessenen Kontakteindringtiefe von $h_c = 0,225 \pm 0,004$ μm und Entlastungssteifigkeit $S = 330,43 \pm 7,41$ mN/ μm ergibt sich für die Legierung $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ im amorphen Zustand ein E-Modul von $195,1 \pm 7,9$ GPa und eine Eindringhärte von $\text{HV}_{\text{IT}} = 10,32 \pm 0,39$ GPa.

6.3.2.2 Verbund $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12}$

Die Bestimmung des E-Moduls des infiltrierten Verbundes $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12}$ wurde nach der Methode der UPS entsprechend der Beschreibung in Kapitel 4.3.2 durchgeführt. Hierfür wird die Phasenverschiebung der Ultraschallwellen in Abhängigkeit von der Frequenz beim Durchgang durch das Material detektiert. In Abbildung 6.18 sind repräsentative Verläufe der ermittelten Phasenspektren in ($\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-0}^\circ$) und quer ($\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-90}^\circ$) zur Aufbaurichtung der Preform dargestellt. Es wurde in jeder Richtung jeweils mit Longitudinalwellen [V122] und Transversalwellen [V155] gemessen.

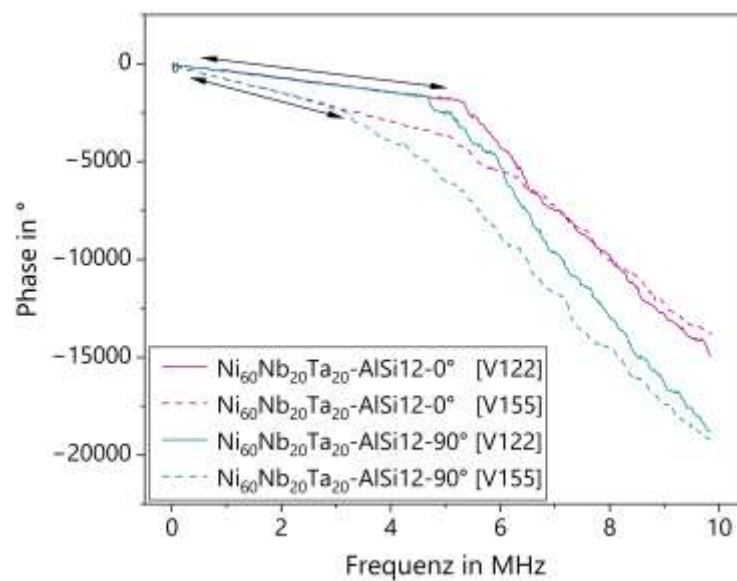
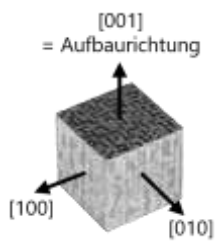


Abbildung 6.18: Repräsentative Verläufe der mittels Ultraschallphasenspektroskopie ermittelten Phasenspektren in ($\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-0}^\circ$) und quer ($\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-90}^\circ$) zur Aufbaurichtung der Preform. V122 bezeichnet die mittels Longitudinal- und V155 mittels Transversalwellen gemessenen Verläufe.

Im Frequenzbereich bis circa 5 MHz weisen die Phasenspektren einen linearen Verlauf auf, der im Diagramm mit Pfeilen gekennzeichnet ist. Mit der Steigung des linearen Verlaufs und der ermittelten Probendicke kann mit Formel 4.7 (vgl. Kapitel 4.3.2) die Ausbreitungsgeschwindigkeit und damit anschließend der E-Modul sowie die Poissonzahl (vgl. Formel 4.9 und 4.10 in Kapitel 4.3.2) ermittelt werden. Die ermittelten Ergebnisse des E-Moduls (E), der Poissonzahl ν , sowie die Ausbreitungsgeschwindigkeiten der Longitudinal- (c_{ii}) und Transversalwellen (c_{ij}) für alle drei Probenrichtungen sind in Tabelle 6.3 zusammengefasst und wurden in Dittmann et al. [131] veröffentlicht.

Tabelle 6.3: Ergebnisse des E-Moduls (E), der Poissonzahl (ν) und Ausbreitungsgeschwindigkeiten der Longitudinal- (c_{ii}) und Transversalwellen (c_{ij}) gemessen mittels UPS [131].

	E (GPa)	ν (-)	c_{ii} (m/s)	c_{ij} (m/s)	
[100]	95,80 ± 3,10	0,335 ± 0,012	5035,62 ± 35,91	2506,98 ± 67,95	
[010]	96,15 ± 2,94	0,328 ± 0,034	5022,51 ± 204,46	2518,70 ± 81,49	
[001]	99,26 ± 1,83	0,323 ± 0,010	5015,47 ± 45,62	2563,49 ± 47,18	

Die Richtung [001] entspricht der Infiltrationsrichtung und somit der Aufbaurichtung der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform. Die angegebenen Werte ergeben sich aus dem arithmetischen Mittel der fünf gemessenen Proben und deren Standardabweichung. Die Ergebnisse zeigen eine leichte Anisotropie hinsichtlich des E-Moduls mit einem höheren E-Modul von $99,26 \pm 1,83$ GPa in der [001]-Richtung und damit entlang der Aufbaurichtung der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform als in den Richtungen [100] mit $95,80 \pm 3,10$ GPa und [010] mit $96,15 \pm 2,94$ GPa. Bezüglich der Poissonzahl kann unter Berücksichtigung der Standardabweichung kein signifikanter Unterschied und somit keine Anisotropie in den drei Messrichtungen festgestellt werden (Tabelle 6.3).

6.3.3 Elastisch-plastische Eigenschaften

6.3.3.1 Preform $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$

Zur Ermittlung der Druckfestigkeit wurden quasistatische Druckversuche, entsprechend der Beschreibung in Kapitel 4.3.4.1, an der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform durchgeführt. Aufgrund deren anisotropen Struktur, bedingt durch den laserbasierten Herstellungsprozess, wurden die Druckversuche in und quer zur Aufbaurichtung durchgeführt. Die resultierenden technischen Druckspannungs-Stauchungs-Kurven von jeweils drei Proben der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform in (0°) und quer (90°) zur Aufbaurichtung sind in Abbildung 6.19(a) dargestellt. Abbildung 6.19(b) zeigt eine detaillierte Darstellung der Ergebnisse für die $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ - 90° -Preform. Die Ergebnisse wurden in Dittmann et al. [127] veröffentlicht.

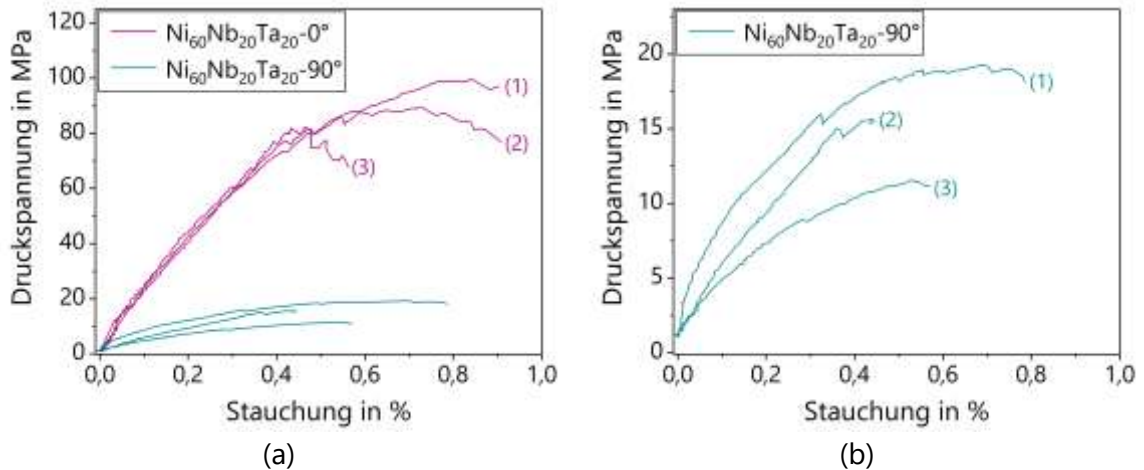


Abbildung 6.19: Resultierende Druckspannungs-Stauchungs-Kurven der Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀-Preform in (0°) und quer (90°) zur Aufbaurichtung. (a) zeigt alle Ergebnisse der Druckversuche und (b) eine detaillierte Darstellung der Ergebnisse der Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀-90°-Preform [127].

Die Proben in 0°-Richtung erreichen Druckfestigkeiten von 99,69 MPa, 89,39 MPa und 81,92 MPa. Dies ergibt einen Mittelwert von $90,33 \pm 7,29$ MPa ergibt. Während die Totalstauchung bei Erreichen der Druckfestigkeit bei den Proben (1) mit 0,84 % und (2) mit 0,73 % in einem ähnlichen Bereich liegt, erreicht die Probe (3) mit 0,43 % lediglich die Hälfte der Totalstauchung. Die Druckfestigkeiten in 90°-Richtung weisen mit 19,25 MPa, 15,66 MPa und 11,54 MPa und somit einem Mittelwert von $15,48 \pm 3,15$ MPa, deutlich geringere Ergebnisse als die Druckfestigkeiten in 0°-Richtung auf. Dennoch liegen die Totalstauchungen bei Erreichen der Druckfestigkeit mit 0,69 %, 0,43 % und 0,53 % in einem ähnlichen Bereich. Auffallend ist außerdem der unregelmäßige Verlauf der Druckspannungs-Stauchungs-Kurven bei allen gemessenen Proben, was auf das schrittweise Kollabieren der einzelnen Streben zurückzuführen ist. Die Ergebnisse sind Tabelle 6.4 zusammengefasst.

Tabelle 6.4: Ergebnisse der Druckfestigkeit R_m und Totalstauchung ϵ_t bei R_m der $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$ -Preform in 0° - und 90° -Richtung.

	R_m (MPa)	ϵ_t (bei R_m) (%)
$Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}-0^\circ$ (1)	99,69	0,84
$Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}-0^\circ$ (2)	89,39	0,73
$Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}-0^\circ$ (3)	81,92	0,43
Mittelwert $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}-0^\circ$	$90,33 \pm 7,29$	$0,67 \pm 0,17$
$Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}-90^\circ$ (1)	19,25	0,69
$Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}-90^\circ$ (2)	15,66	0,43
$Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}-90^\circ$ (3)	11,54	0,53
Mittelwert $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}-90^\circ$	$15,48 \pm 3,15$	$0,55 \pm 0,11$

Zur Bewertung der Dehnungsfelder während der Druckversuche sind nachfolgend die Ergebnisse der optischen Dehnungsmessung für jeweils eine repräsentative Probe der $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}-0^\circ$ Preform (Abbildung 6.20), geprüft entlang der Aufbaurichtung, und der $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}-90^\circ$ Preform (Abbildung 6.21), geprüft quer zur Aufbaurichtung, dargestellt. Die Aufnahmen wurden mittels GOM Aramis entsprechend der Beschreibung in Kapitel 4.3.4 durchgeführt und zeigen die Längsstauchung entlang bzw. quer zur Aufbaurichtung bei (a) 0,1 %, (b) 0,25 %, (c) 0,5 % und (d) 0,75 % Stauchung.

In Abbildung 6.20 (a) ist für die Probe $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}-0^\circ$ zu erkennen, dass bereits kurz nach Versuchsbeginn bei 0,1 % Stauchung lokale Bereiche mit maximalen Stauchungswerten in den vertikalen Streben auftreten. Diese Bereiche breiten sich mit zunehmender Druckspannung lokal weiter aus (Abbildung 6.20 (b) und (c)). Beim Erreichen der Druckfestigkeit bei (d) 0,75 % Stauchung beginnen einzelne Streben zu kollabieren, was zu einem sequentiellen Versagen aller Streben führt. Außerdem ist zu beobachten, dass die Bereiche mit den maximalen Stauchungswerten tendenziell im 45° -Winkel zur Belastungsrichtung auftreten und somit ein Versagen durch Schubspannungen eintritt.

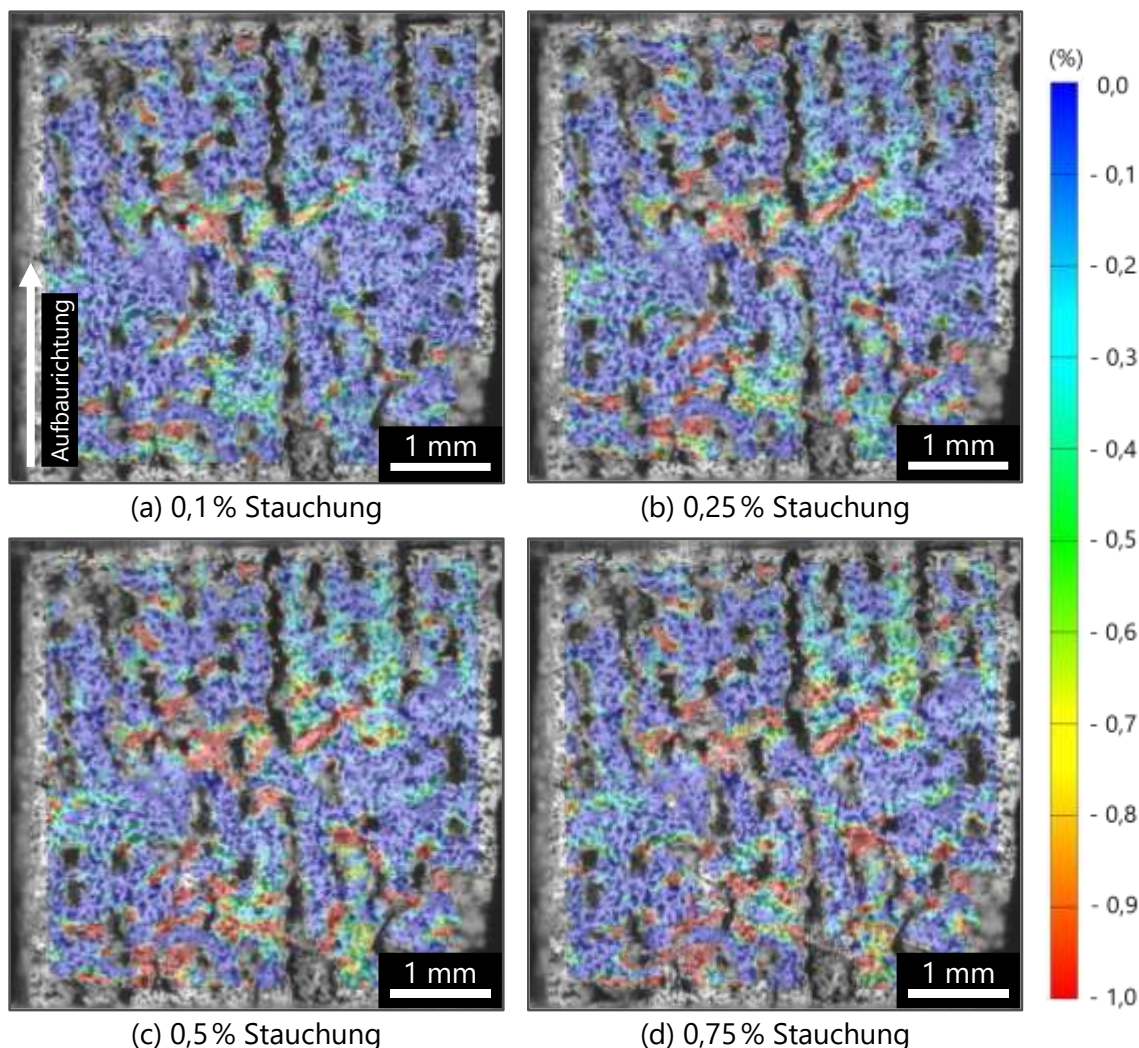


Abbildung 6.20: Ergebnisse der optischen Dehnungsmessung mittels GOM Aramis an einer repräsentativen Probe der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}-0^\circ$ Preform, geprüft entlang der Aufbaurichtung. Gezeigt wird die Längsstauchung entlang der Aufbaurichtung bei (a) 0,1%, (b) 0,25%, (c) 0,5% und (d) 0,75% Stauchung.

Die quer zur Aufbaurichtung geprüfte $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}-90^\circ$ Probe (Abbildung 6.21) zeigt ein ähnliches Verhalten. Auch hier sind bereits kurz nach Versuchsbeginn bei (a) 0,1% Stauchung Bereiche mit maximalen Stauchungswerten erkennbar, die sich mit zunehmender Druckspannung weiter ausbreiten (Abbildung 6.21 (b) und (c)). Bei (d) 0,75% Stauchung und somit im Bereich der Druckfestigkeit beginnen die Streben zu kollabieren. Im Gegensatz zur Probe $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}-0^\circ$ erstrecken sich die Bereiche maximaler Stauchung nicht nur in einem Winkel von 45° zur Belastungsrichtung, sondern auch horizontal in den Streben. Es liegt somit kein reines Schubspannungsversagen vor.

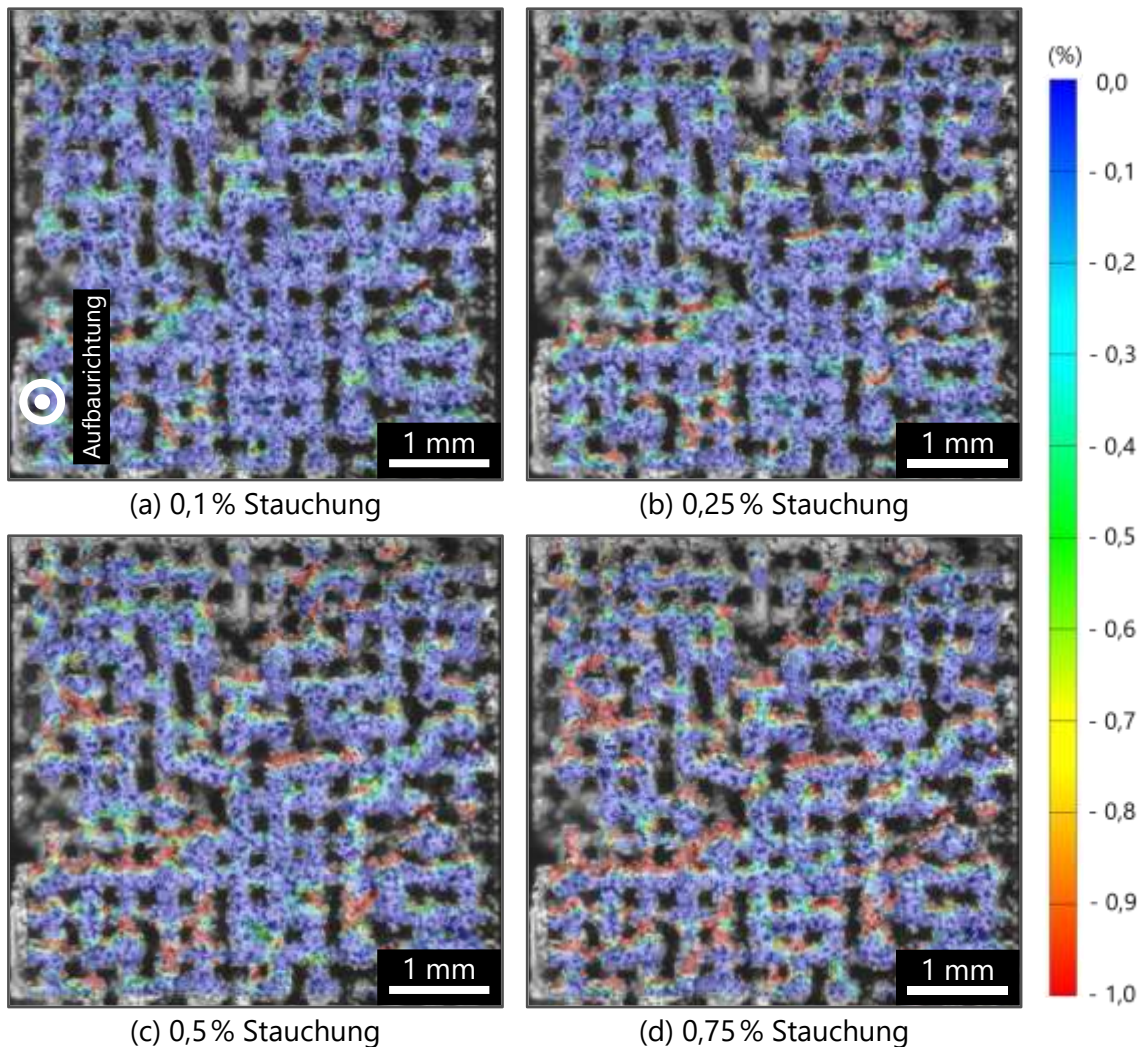


Abbildung 6.21: Ergebnisse der optischen Dehnungsmessung mittels GOM Aramis an einer repräsentativen Probe der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-}90^\circ$ Preform, geprüft quer zur Aufbaurichtung. Gezeigt wird die Längsstauchung quer zur Aufbaurichtung bei (a) 0,1 %, (b) 0,25 %, (c) 0,5 % und (d) 0,75 % Stauchung.

6.3.3.2 Verbund $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12}$

Nachfolgend sind die Ergebnisse der am $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12}$ -Verbund durchgeführten quasistatischen Druckversuche dargestellt. Die Durchführung der Versuche, sowie die entsprechenden Vorbehandlungen der Proben erfolgte entsprechend der Beschreibung in Kapitel 4.3.4.2. Da es bei den Versuchen zu keinem totalen Versagen in Form eines makroskopischen Bruchs durch die gesamte Probe kam, wurden die Versuche manuell bei 25 % nomineller Stauchung vom Maschinenweg beendet. Die Auswertung der Stauchung erfolgte mittels DIC an der Probenoberfläche und konnte in den meisten Fällen aufgrund der großen Verformungen, die mit zunehmender Druckspannung in den Proben auftraten,

nicht über den gesamten Messbereich durchgeführt werden, weshalb die Druckspannungs-Stauchungs-Kurven bereits vor Erreichen der 25 % nomineller Stauchung enden. Durch die großen Verformungen konnte das Speckle Pattern auf der Probenoberfläche von dem optischen Messsystem GOM Aramis nicht mehr erkannt werden.

Abbildung 6.22(a) zeigt repräsentative Ergebnisse unbehandelter $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-Verbundproben die in (0°), diagonal (45°) und quer (90°) zur Aufbaurichtung geprüft wurden, sowie der reinen AlSi12-Matrix. Die Ergebnisse der Verbundproben, sowie der reinen AlSi12-Matrix wurden in Dittmann et al. [131] veröffentlicht.

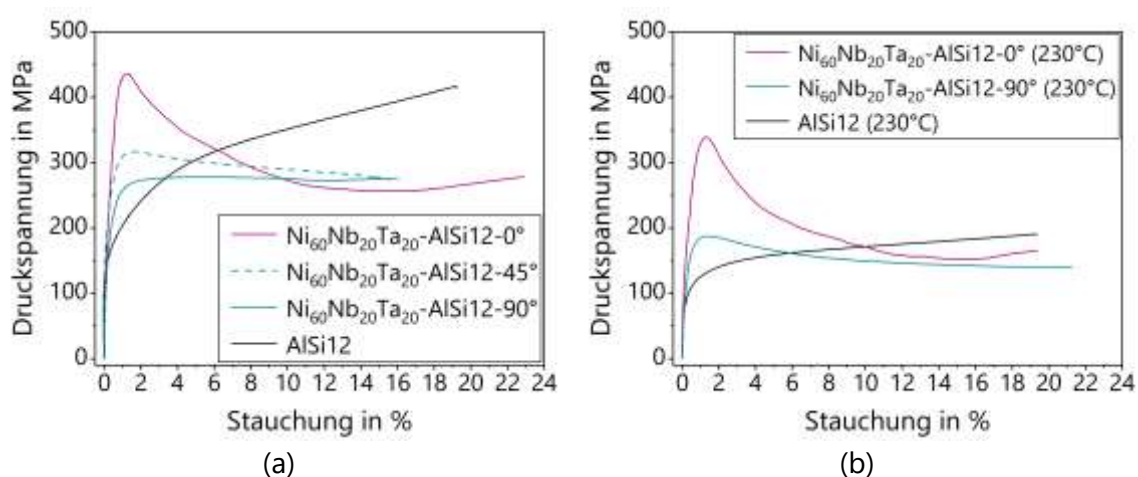


Abbildung 6.22: Resultierende Druckspannungs-Stauchungs-Kurven des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-Verbundes in (0°), diagonal (45°) und quer (90°) zur Aufbaurichtung, sowie der reinen AlSi12-Matrix bei (a) Raumtemperatur nach [131] und (b) 230°C .

Die Druckspannungs-Stauchungs-Kurve der reinen AlSi12-Matrix weist nach Erreichen der 0,2%-Stauchgrenze bei $R_{p0,2} = 157,33 \pm 19,91$ MPa eine lineare Spannungszunahme über den gesamten Stauchungsbereich auf, der auf ein verfestigendes Verhalten im Material zurückzuführen ist. Da somit keine Druckfestigkeit ermittelt werden konnte, wurde als Vergleichswert die Druckfestigkeit bei 3% Stauchung ermittelt, die $268,75 \pm 9,32$ MPa beträgt. Bei den Verbunden setzt die plastische Verformung aufgrund der verstärkenden metallischen Glasphase erst bei höheren Druckspannungen ein. Die 0,2%-Stauchgrenze $R_{p0,2}$ liegt für den $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12- 90° Verbund bei $189,63 \pm 17,59$ MPa, für den $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12- 45° Verbund bei $247,44 \pm 30,44$ MPa und für den $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-

0° Verbund bei $294,01 \pm 15,80$ MPa. Im plastischen Bereich kann bei den Verbundproben in 0°- und 90°-Richtung ein voneinander abweichender Kurvenverlauf beobachtet werden, der auf ein unterschiedliches Schädigungsverhalten hindeutet. Die in 0°-Richtung geprüfte Probe steigt zunächst bis zu einer Druckfestigkeit von $R_m = 430,51 \pm 4,94$ MPa bei einer Stauchung von $1,12 \pm 0,07$ % an, anschließend ist die Kurve durch einen signifikanten Spannungsabfall von circa 150 MPa gekennzeichnet. Bei 15 % Stauchung ist wiederum eine erneute Verfestigung mit zunehmender Spannung zu beobachten. Die Verbundprobe in 90°-Richtung weist eine Druckfestigkeit von $279,55 \pm 6,22$ MPa bei $3,47 \pm 0,58$ % Stauchung auf und somit eine deutlich geringere Druckfestigkeit bei höherer Stauchung als die Verbundprobe in 0°-Richtung. Anschließend verläuft die Kurve auf einem gleichbleibenden Spannungsniveau über den restlichen Stauchungsbereich. Die diagonal zur Aufbaurichtung geprüfte Probe $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-45}^\circ$ liegt mit einer Druckfestigkeit von $305,23 \pm 12,46$ MPa bei $1,75 \pm 0,04$ % Stauchung zwischen den beiden anderen Proben. Es ist ebenfalls eine Entfestigung nach dem lokalen Spannungsmaximum zu erkennen, das allerdings schwächer ausgeprägt als bei der Verbundprobe in 0°-Richtung ist.

Für die Ermittlung der Druckfestigkeit des Verbundes bei erhöhten Temperaturen wurden zusätzlich Druckversuche bei 230 °C durchgeführt. In Abbildung 6.22 (b) sind repräsentative Druckspannungs-Stauchungs-Verläufe für die Verbundproben geprüft in 0°- und 90°-Richtung, sowie der reinen AlSi12-Matrix abgebildet. Insgesamt liegen die ermittelten Werte der Druckfestigkeit R_m mit $150,49 \pm 3,68$ MPa für die AlSi12-Matrix, $334,45 \pm 4,17$ MPa für den $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-0}^\circ$ Verbund und $184,77 \pm 2,92$ MPa für den $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-90}^\circ$ Verbund deutlich niedriger als die bei Raumtemperatur ermittelten Werte. Die Ergebnisse für die Kennwerte $R_{p0,2}$ und $\epsilon_t(R_m)$ sind in Tabelle 6.5 angegeben. Die Druckspannungs-Stauchungs-Kurven bei 230 °C zeigen qualitativ einen ähnlichen Verlauf wie die bei Raumtemperatur geprüften Proben. Lediglich bei der Verbundprobe in 90°-Richtung ist in diesem Fall ein schwach ausgeprägtes lokales Spannungsmaximum mit anschließender Entfestigung zu erkennen.

Zur grafischen Veranschaulichung sind alle ermittelten Kennwerte für die Druckfestigkeit und die Stauchung der durchgeführten Druckversuche bei Raumtemperatur und bei 230 °C

in Abbildung 6.23 als Säulendiagramm dargestellt. Zum Vergleich sind zusätzlich die Werte der Preform aus Kapitel 6.3.3.1 abgebildet. Die Bezeichnung für die Legierung des metallischen Glases wird in diesem Fall mit NiNbTa abgekürzt.

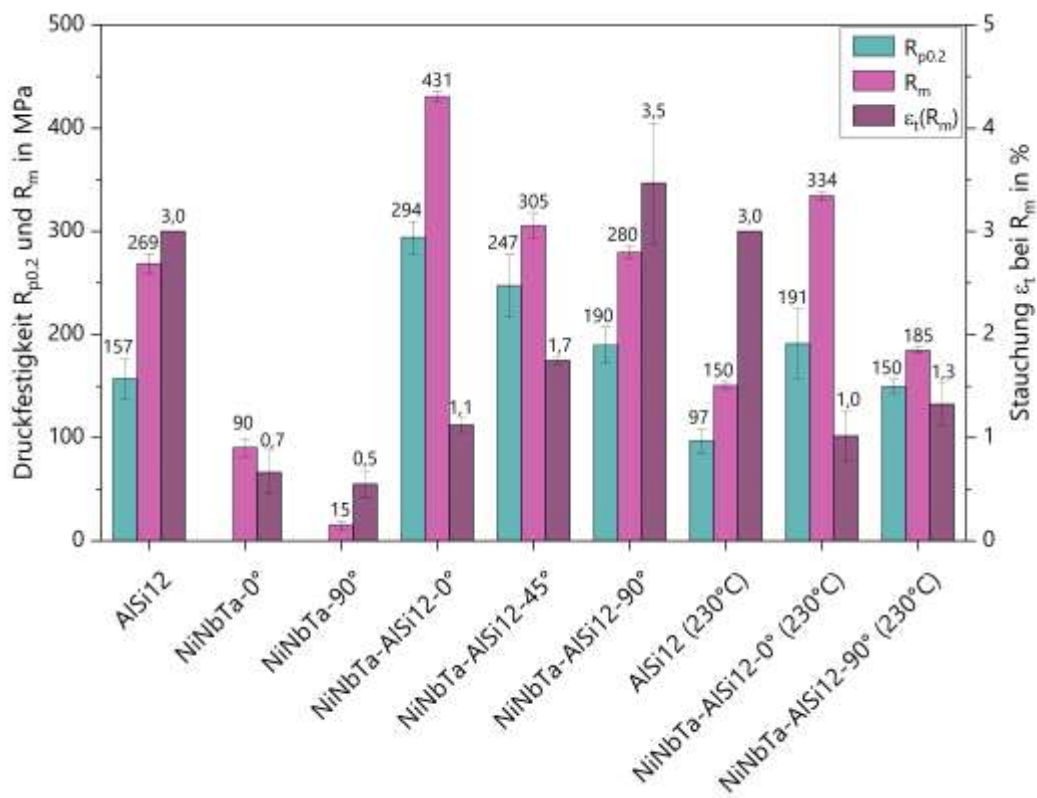


Abbildung 6.23: Grafische Veranschaulichung der quantitativen Ergebnisse $R_{p0.2}$, R_m und $\epsilon_t(R_m)$ der Druckversuche an der AlSi12-Matrix und des $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$ -AlSi12-Verbundes bei Raumtemperatur und bei 230 °C, sowie zum Vergleich die Ergebnisse der $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$ -Preform

Im Folgenden sind die Ergebnisse der optischen Dehnungsmessungen mittels GOM Aramis (vgl. Kapitel 4.3.4) zur Auswertung der Dehnungsfelder während der Druckversuche dargestellt. Abbildung 6.24 zeigt eine repräsentative Probe des $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$ -AlSi12-0° Verbundes, geprüft entlang der Aufbaurichtung, und Abbildung 6.25 zeigt eine repräsentative Probe des $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$ -AlSi12-90° Verbundes, geprüft quer zur Aufbaurichtung. Für die Verbundprobe $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$ -AlSi12-0° (Abbildung 6.24) ist die Längsstauchung entlang der Aufbaurichtung bei (a) 0,1 %, (b) 0,5 %, (c) 1,0 % und (d) 1,5 % Stauchung abgebildet.

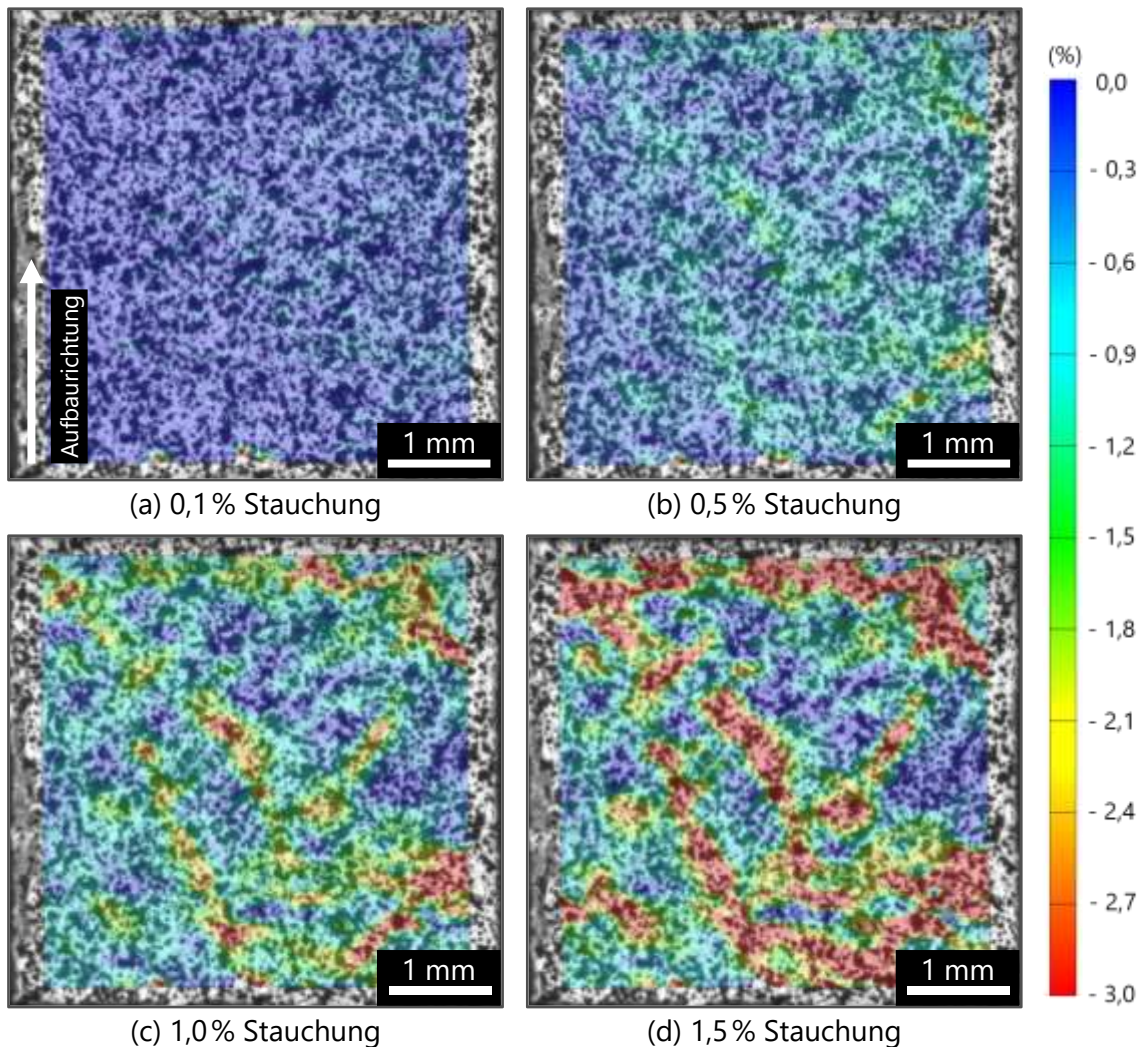


Abbildung 6.24: Ergebnisse der optischen Dehnungsmessung mittels GOM Aramis an einer repräsentativen Probe des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi}_{12}\text{-}0^\circ$ Verbundes, geprüft entlang der Aufbauichtung. Gezeigt wird die Längsstauchung entlang der Aufbauichtung bei (a) 0,1%, (b) 0,5%, (c) 1,0% und (d) 1,5% Stauchung.

Es ist zu erkennen, dass zu Beginn des Versuchs bei (a) 0,1% Stauchung und im linear-elastischen Bereich bei (b) 0,5% Stauchung noch keine Bereiche mit hohen Stauchungswerten vorliegen. Diese treten erst beim Übergang in den plastischen Bereich bei (c) 1,0% Stauchung deutlich in Erscheinung und breiten sich über den Probenquerschnitt weiter aus, bis bei (d) 1,5% Stauchung die Druckfestigkeit erreicht ist. In der Mitte des Probenquerschnitts breiten sich die Bereiche mit den maximalen Stauchungswerten in einem 45° -Winkel zur Belastungsrichtung aus, was auf ein Versagen aufgrund von Schubspannungen hinweist. Diese Bereiche treten isoliert auf, was darauf hindeuten kann, dass die Stauchung durch die Gitterstruktur der Preform dominiert wird.

Zudem entwickeln sich horizontale Stauchungsbereiche im oberen und unteren Bereich des Probenquerschnitts, wo Kontakt mit den Druckstempeln besteht.

Da die quer zur Aufbaurichtung geprüften Verbundproben höhere Stauchungen bis zum Erreichen der Druckfestigkeit aufweisen, ist für die Verbundprobe $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-90}^\circ$ (Abbildung 6.25) die Längsstauchung quer zur Aufbaurichtung bei (a) 0,1%, (b) 1,0%, (c) 1,5% und (d) 2,0% Stauchung dargestellt.

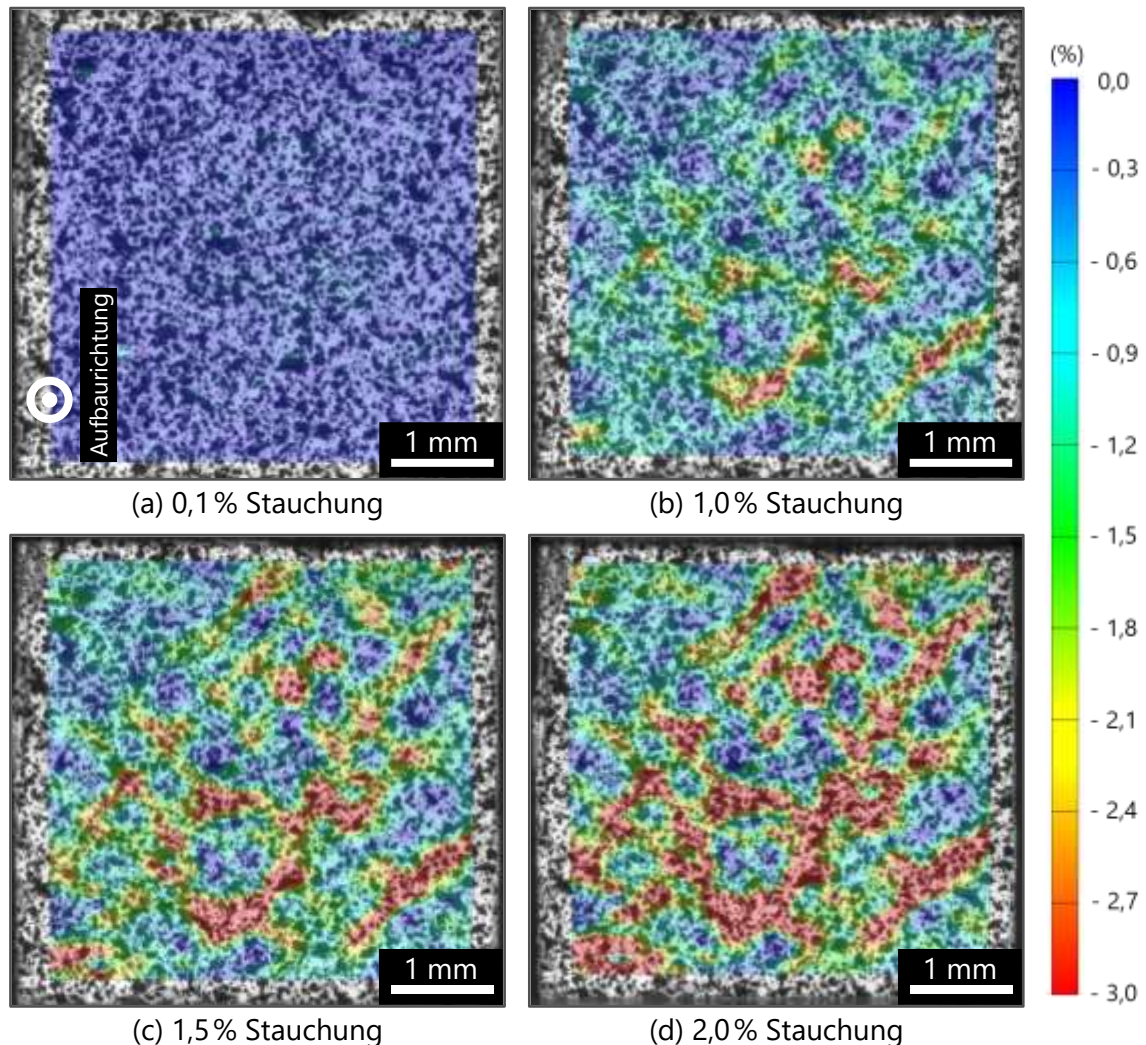


Abbildung 6.25: Ergebnisse der optischen Dehnungsmessung mittels GOM Aramis an einer repräsentativen Probe des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-0}^\circ$ Verbundes, geprüft quer zur Aufbaurichtung. Gezeigt wird die Längsstauchung quer zur Aufbaurichtung bei (a) 0,1%, (b) 1,0%, (c) 1,5% und (d) 2,0% Stauchung.

Bei (a) 0,1% Stauchung und damit zu Beginn des Versuchs sind keine Bereiche mit hohen Stauchungen zu erkennen. Diese entwickeln sich erst bei (b) 1,0% Stauchung und breiten sich bis (c) 1,5% Stauchung weiter aus. Im Bereich der Druckfestigkeit bei (d) 2,0%

Stauchung haben sich die Bereiche mit maximalen Stauchungswerten über den gesamten Probenquerschnitt ausgebreitet. Deutlich ist eine Anordnung im Winkel von 45° zur Belastungsrichtung zu erkennen, woraus auf ein Versagen durch Schubspannung geschlossen werden kann. Auch hier kann dies ein Hinweis darauf sein, dass die Stauchung im Verbund von der Gitterstruktur der Preform dominiert wird.

Um den Einfluss prozessbedingter Eigenspannungen auf die mechanischen Eigenschaften zu untersuchen, wurden Verbundproben bei 250°C für zwei Stunden wärmebehandelt, um ein Relaxationsglühen zu bewirken. In Abbildung 6.26 ist jeweils eine repräsentative Druckspannungs-Stauchungs-Kurve für den $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12}$ -Verbund in 0° - und in 90° -Richtung dargestellt.

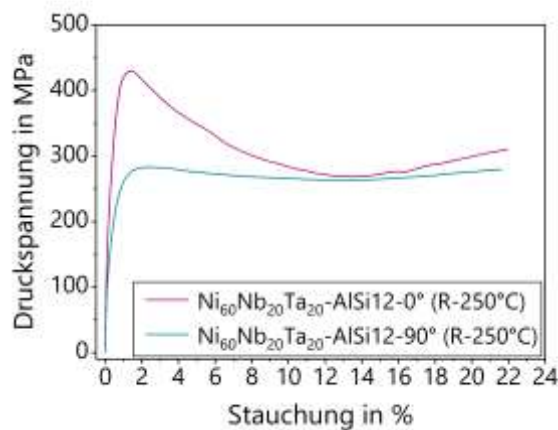


Abbildung 6.26: Resultierende Druckspannungs-Stauchungs-Kurven des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12}$ -Verbundes in (0°), und quer (90°) zur Aufbaurichtung nach Relaxationsglühen für zwei Stunden bei 250°C

Die Ergebnisse der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-}0^\circ$ Probe liegen mit $R_{p0,2} = 322,87 \pm 7,81$ MPa und $R_m = 443,95 \pm 19,59$ MPa bei $1,33 \pm 0,12\%$ Stauchung circa 28 MPa bzw. 13 MPa über den ermittelten Kennwerten der unbehandelten Verbundprobe. Dahingegen setzt die plastische Verformung der Verbundprobe in 90° -Richtung nach der Wärmebehandlung bei um 24 MPa geringeren $R_{p0,2}$ -Druckfestigkeit von $165,39 \pm 14,31$ MPa ein. Die R_m -Druckfestigkeit liegt allerdings mit $292,42 \pm 15,43$ MPa bei $2,25 \pm 0,26\%$ Stauchung um 13 MPa über der Druckfestigkeit der unbehandelten Probe. Bei den wärmebehandelten Verbundproben ist ein vergleichbarer Kurvenverlauf und somit das gleiche Schädigungsverhalten wie bei den unbehandelten Verbundproben zu beobachten. Lediglich bei der Verbundprobe in 90° -Richtung ist ein leichtes lokales

Spannungsmaximum mit anschließender Entfestigung, ähnlich zu der bei 230 °C geprüften $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-90}^\circ$ Probe, zu erkennen.

Darüber hinaus können im $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12}$ -Verbund durch zyklische Temperaturbeanspruchung Eigenspannungen auftreten. Die langfristig zu einer Schädigung führen. Daher wurden Verbundproben, entsprechend der Beschreibung in Kapitel 4.3.4.2, mit thermischen Temperaturzyklen vorbehandelt und anschließend die Druckfestigkeitskennwerte ermittelt. In Abbildung 6.27 ist jeweils ein repräsentativer Druckspannungs-Stauchungs-Verlauf für ein (Z1), zehn (Z10) und zwanzig (Z20) Temperaturzyklen für den in 0° - und 90° -Richtung geprüften Verbund dargestellt.

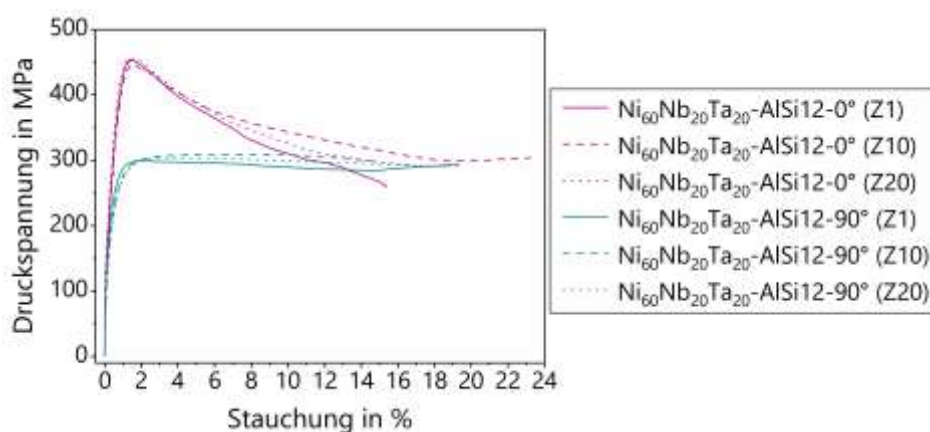


Abbildung 6.27: Resultierende Druckspannungs-Stauchungs-Kurven des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12}$ -Verbundes in (0°), und quer (90°) zur Aufbaurichtung nach einer (Z1), zehn (Z10) und zwanzig (Z20) zyklisch-thermischen Belastungen.

Die Kurvenverläufe der thermisch behandelten Verbundproben liegen sowohl bei den in 0° - als auch bei den in 90° -Richtung geprüften Proben übereinander und weisen nur geringfügige Unterschiede im Schädigungsverlauf auf. Dies spiegelt sich ebenfalls in den ermittelten Kennwerten der 0,2 %-Stauchgrenze und der maximalen Druckfestigkeit wider. Bei der Probe $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-0}^\circ$ lässt sich ein leichter Anstieg der Druckspannung an der 0,2 %-Stauchgrenze mit $R_{p0,2} = 249,22 \pm 12,87$ MPa (Z1), $278,60 \pm 26,61$ MPa (Z10) und $311,04 \pm 27,16$ MPa (Z20) mit zunehmender Anzahl der Temperaturzyklen zu beobachten, allerdings weisen diese Kennwerte auch eine hohe Standardabweichung auf. Die Kennwerte der Druckfestigkeit liegen mit $452,37 \pm 10,46$ MPa bei $1,36 \pm 0,05$ % Stauchung für einen Zyklus, $452,91 \pm 7,54$ MPa bei $1,52 \pm 0,05$ % Stauchung für zehn Zyklen und

457,49 ± 5,83 MPa bei 1,27 ± 0,23 % Stauchung für zwanzig Zyklen im gleichen Bereich und es lässt sich kein Einfluss durch die Anzahl an Temperaturzyklen beobachten. Bei der Verbundprobe Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀-AlSi12-90° ist die Tendenz erkennbar, dass die Probe mit zehn Temperaturzyklen mit $R_{p0,2} = 206,41 \pm 16,32$ MPa, $R_m = 318,78 \pm 10,23$ MPa bei 3,59 ± 0,13 % Stauchung die höchsten Kennwerte aufweist. Die Ergebnisse der anderen Proben liegen sowohl bei der 0,2%-Stauchgrenze mit 181,14 ± 21,73 MPa (Z1) und 190,71 ± 24,56 MPa (Z20) als auch der Druckfestigkeit mit 299,36 ± 3,90 MPa bei 2,40 ± 0,44 % Stauchung (Z1) und mit 190,71 ± 24,56 MPa bei 2,92 ± 0,40 % Stauchung (Z20) leicht darunter. Insgesamt lässt sich somit weder bei der Verbundprobe in 0°- noch in 90°-Richtung ein Einfluss durch die Temperaturzyklen beobachten. Somit weisen sie eine gute Resistenz gegen thermische Wechselbeanspruchung auf.

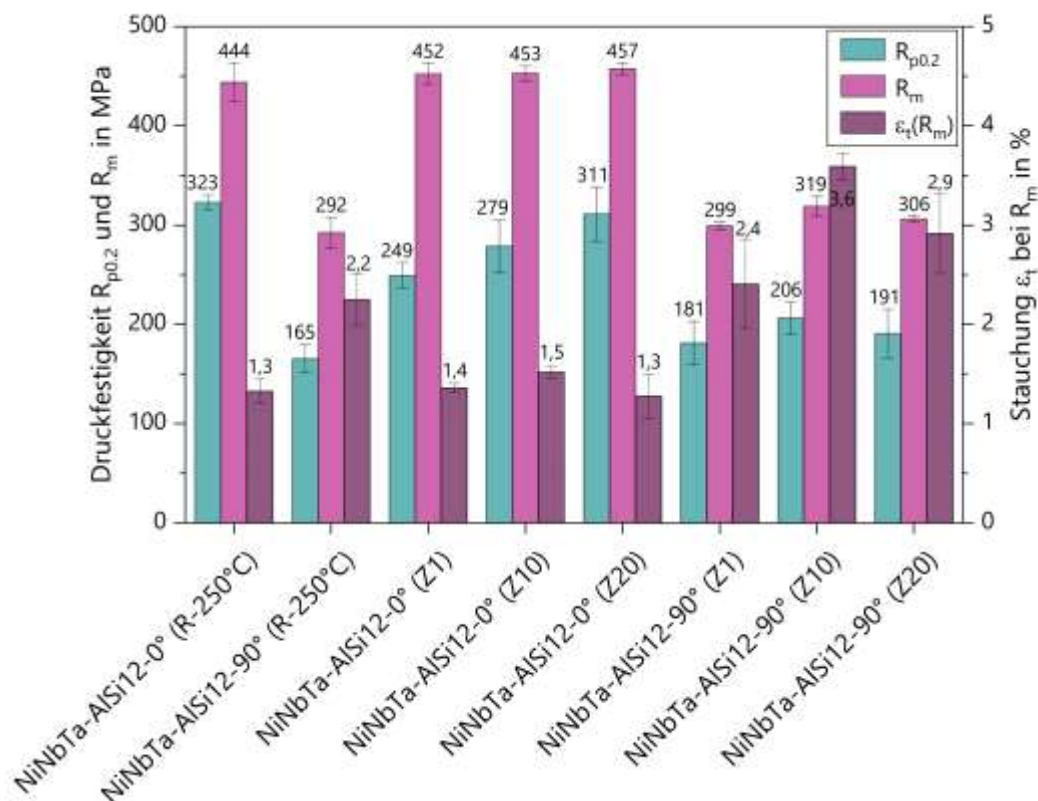


Abbildung 6.28: Grafische Veranschaulichung der quantitativen Ergebnisse $R_{p0,2}$, R_m und $\epsilon_t(R_m)$ der Druckversuche des Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀-AlSi12-Verbundes nach Relaxationsglühen (R-250°C) und ein (Z1), zehn (Z10) und zwanzig (Z20) zyklisch-thermischen Belastungen.

Die ermittelten Kennwerte für die Druckfestigkeit und die Stauchung der durchgeführten Druckversuche an thermisch vorbehandelten Verbundproben sind zur grafischen

Veranschaulichung in Abbildung 6.28 als Säulendiagramm dargestellt. Erneut ist die Bezeichnung des metallischen Glases mit NiNbTa abgekürzt.

Es wurden zudem Entlastungsversuche entsprechend der Versuchsbeschreibung in Kapitel 4.3.4.2 durchgeführt, um die Entwicklung der Probensteifigkeit mit zunehmender Belastung zu untersuchen. Hierfür wurden während des Druckversuchs Entlastungssequenzen gefahren und im Bereich der Wiederbelastung die Steigungen bzw. E-Modulwerte bestimmt. Eine repräsentative Druckspannung-Stauchungs-Kurve der Verbundprobe $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-90}^\circ$ mit zyklischen Entlastungssequenzen und den markierten Steigungen ist in Abbildung 6.29(a) dargestellt. Mit den ermittelten E-Modulwerten lässt sich der Schädigungsparameter D in Abhängigkeit der Entlastungssequenzen bestimmen (vgl. Formel 4.13 in Kapitel 4.3.4.2). Die Entwicklung des Schädigungsparameters D über zehn Entlastungssequenzen für die Verbundproben in 0° - und 90° -Richtung, sowie das reine AlSi12-Matrixmaterial ist in Abbildung 6.29(b) dargestellt.

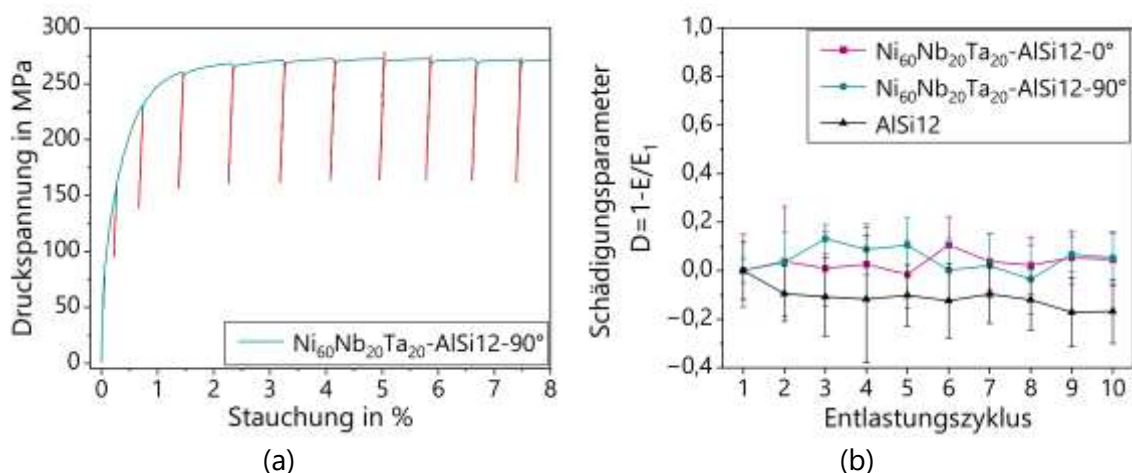


Abbildung 6.29: (a) Repräsentative Druckspannung-Stauchungs-Kurve der Verbundprobe $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-90}^\circ$ mit zyklischen Entlastungssequenzen zur Bestimmung des E-Moduls in der Wiederbelastung (rot markiert) und (b) die Ergebnisse für den berechneten Schädigungsparameter D .

Es ist zu erkennen, dass der Schädigungsparameter D sowohl für den Verbund in 0° -Richtung als auch in 90° -Richtung unter Berücksichtigung der Standardabweichung keine signifikante Veränderung und somit keine Steifigkeitsdegradation aufweist. Bei der reinen AlSi12-Matrix hingegen lässt sich bereits ab dem ersten Entlastungszyklus eine leichte

Abnahme des Schädigungsparameters D beobachten. Dieser Trend setzt sich über die folgenden Entlastungssequenzen fort.

Abschließend sind alle mittels Druckversuche ermittelten Kennwerte an der reinen AlSi12-Matrix, der Preform $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$ und des Verbundes $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$ -AlSi12 tabellarisch in Tabelle 6.5 zusammengefasst.

Tabelle 6.5: Übersicht der mittels Druckversuche ermittelten Kennwerten ($R_{p0,2}$, R_m und $\epsilon_t(R_m)$) für die AlSi12-Matrix, die $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$ -Preform und den $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$ -AlSi12-Verbund.

	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	ϵ_t (bei R_m) (%)
AlSi12	157,33 ± 19,91	268,75 ± 9,32	3,00 ± 0,01
$Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$-0°	-	90,33 ± 7,29	0,67 ± 0,17
$Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$-90°	-	15,48 ± 3,15	0,55 ± 0,11
$Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$-AlSi12-0°	294,01 ± 15,80	430,51 ± 4,94	1,12 ± 0,07
$Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$-AlSi12-45°	247,44 ± 30,44	305,23 ± 12,46	1,75 ± 0,04
$Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$-AlSi12-90°	189,63 ± 17,59	279,55 ± 6,22	3,47 ± 0,58
AlSi12 (230°C)	96,92 ± 11,53	150,49 ± 3,68	3,00 ± 0,01
$Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$-AlSi12-0° (230°C)	191,09 ± 33,87	334,45 ± 4,17	1,02 ± 0,24
$Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$-AlSi12-90° (230°C)	149,51 ± 7,15	184,77 ± 2,92	1,32 ± 0,21
$Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$-AlSi12-0° (R-250°C)	322,87 ± 7,81	443,95 ± 19,59	1,33 ± 0,12
$Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$-AlSi12-90° (R-250°C)	165,39 ± 14,31	292,42 ± 15,43	2,25 ± 0,26
$Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$-AlSi12-0° (Z1)	249,22 ± 12,87	452,37 ± 10,46	1,36 ± 0,05
$Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$-AlSi12-0° (Z10)	278,60 ± 26,61	452,91 ± 7,54	1,52 ± 0,05
$Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$-AlSi12-0° (Z20)	311,04 ± 27,16	457,49 ± 5,83	1,27 ± 0,23
$Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$-AlSi12-90° (Z1)	181,14 ± 21,73	299,36 ± 3,90	2,40 ± 0,44
$Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$-AlSi12-90° (Z10)	206,41 ± 16,32	318,78 ± 10,23	3,59 ± 0,13
$Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$-AlSi12-90° (Z20)	190,71 ± 24,56	306,10 ± 2,69	2,92 ± 0,40

6.3.3.3 Numerische Simulation

Um die Ergebnisse der quasistatischen Druckversuche bei Raumtemperatur zu validieren, wurde ein numerisches Modell der unverstärkten AlSi12-Matrix, der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform sowie des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-Verbundes erstellt und mittels FE-Simulation der elastische Bereich und die maximale Druckfestigkeit abgebildet. Das genaue Vorgehen der Modellerstellung und Simulation sind in Kapitel 5 ausführlich beschrieben.

In Abbildung 6.30(a) ist das Simulationsergebnis der reinen AlSi12-Matrix als Druckspannungs-Stauchungs-Kurve im Vergleich zu den Ergebnissen der experimentellen Druckversuche dargestellt. Für die Simulation wurde ein linear-elastisches und plastisches Materialmodell gewählt. Während Materialkennwerte wie die Dichte ($2,64\text{ g/cm}^3$ [128]), E-Modul (77 GPa [93]) und Poissonzahl (0,32 [93]) aus der Literatur bekannt sind, wurden für das plastische Materialverhalten die Ergebnisse aus den experimentellen Druckversuchen übernommen. Hierfür wurde aus den fünf gemessenen Proben eine gemittelte Druckspannungs-Stauchungs-Kurve ermittelt und die resultierende plastische Verformung ab 56 MPa an das Modell übergeben.

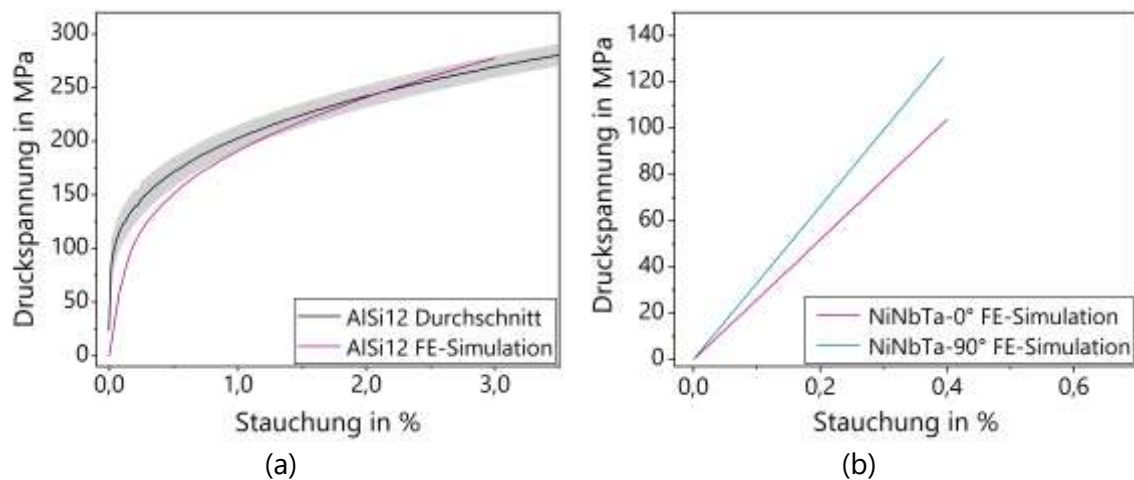


Abbildung 6.30: Ergebnisse der FE-Simulation für (a) die AlSi12-Matrix und (b) die $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform in (0°) und quer (90°) zur Aufbaurichtung.

Die FE-Simulation weicht im linear-elastischen Bereich von den experimentellen Ergebnissen ab, zeigt aber im weiteren Verlauf das gleiche Verfestigungsverhalten. Bei einer vorgegebenen Verschiebung von 0,075 mm und einer Modellhöhe von 2,5 mm resultiert die maximale Stauchung der FE-Simulation in 3% und erreicht dort eine

Druckspannung von 277,58 MPa. Dieses Ergebnis korreliert gut mit der Druckfestigkeit der experimentellen Ergebnisse von $268,75 \pm 9,32$ MPa bei 3 % Stauchung.

Da metallische Gläser im Allgemeinen ein sehr sprödes Versagensverhalten ohne plastische Verformung aufweisen, wurde die $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform mit einem rein linear-elastischen Materialverhalten simuliert. Die resultierenden Druckspannungs-Stauchungs-Kurven in (-0°) und quer (-90°) zur Aufbaurichtung sind in Abbildung 6.30(b) dargestellt. Für die Dichte wurde der mittels Gaspyknometrie ermittelte Mittelwert von $10,72 \text{ g/cm}^3$ aus Kapitel 6.1.1 übernommen. Die Poissonzahl des metallischen Glases $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ ist nicht bekannt und konnte im Rahmen dieser Arbeit nicht ermittelt werden, weshalb der Literaturwert 0,361 [142] des metallischen Glases $\text{Ni}_{60}(\text{Nb}_{60}\text{Ta}_{40})_{34}\text{Sn}_6$ mit ähnlicher Legierungszusammensetzung gewählt wurde. Für das metallische Glas $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ wurde zwar mittels Nanoindentation ein E-Modul von 195 GPa ermittelt, jedoch wurde für die Simulation ebenfalls auf einen Literaturwert von 161 GPa [93] zurück gegriffen. Die Hintergründe werden in der Diskussion in Kapitel 7.4.1 näher erläutert. Aus dem linearen Verlauf der Druckspannung in Abbildung 6.30(b) ergibt sich für die $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform in 0° -Richtung ein E-Modul von 25,95 GPa und in 90° -Richtung von 33,09 GPa. Diese Ergebnisse entsprechen nicht den Erwartungen aus den experimentellen Druckversuchen (vgl. Abbildung 6.19 in Kapitel 6.3.3.1), bei denen die Druckspannungs-Stauchungs-Kurve der Preform in 0° -Richtung eine größere Steigung aufweist, als in 90° -Richtung und somit von einem höheren E-Modul in 0° -Richtung ausgegangen wird.

Abschließend wurde die Druckfestigkeit des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-Verbundes modelliert. Die Ergebnisse der FE-Simulation sind in Abbildung 6.31 zusammen mit den experimentellen Ergebnissen der Druckversuche zum Vergleich als Balkendiagramm dargestellt. Unter Berücksichtigung der Ergebnisse des Schädigungsverhaltens in Kapitel 6.4 wurde die Grenzflächenanbindung als feste (tie) Verbindung modelliert. Als Abbruchkriterium bzw. Kriterium für die Modellgültigkeit wurde das Erreichen der Festigkeit des metallischen Glases $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ entsprechend dem Literaturwert von 1630 MPa [93] definiert. Die Ergebnisse des Verbundes in 0° -Richtung nähern sich mit einer Druckfestigkeit von 445 MPa bei 0,8 % Stauchung gut den experimentellen Werten von

$430,51 \pm 4,94$ MPa bei $1,12 \pm 0,07\%$ Stauchung an. Im Gegensatz dazu erreicht die Druckfestigkeit des Verbundes in 90° -Richtung mit 453 MPa bei 0,7% Stauchung eine deutlich höhere Festigkeit bei niedrigerer Dehnung als die experimentellen Ergebnisse mit $279,55 \pm 6,22$ MPa bei $3,47 \pm 0,58\%$. Die Bezeichnung des metallischen Glases ist mit NiNbTa abgekürzt.

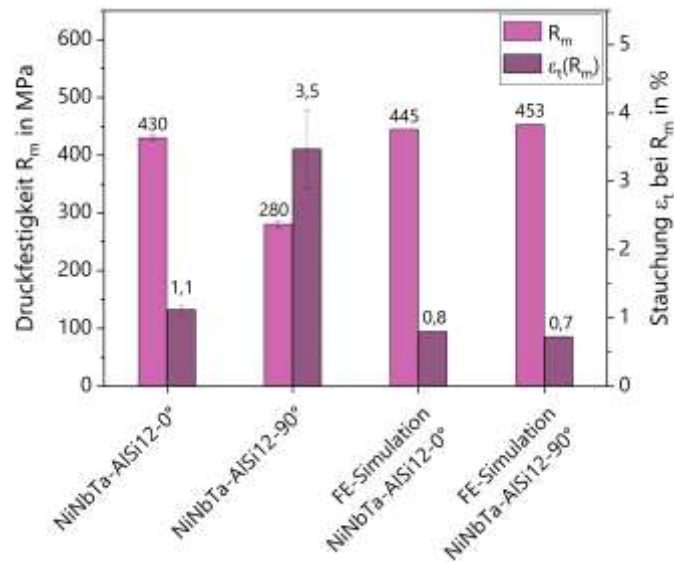


Abbildung 6.31: Ergebnisse der FE-Simulation der maximalen Druckfestigkeit und Stauchung des $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$ -AlSi12 Verbundes in (0°) und quer (90°) zur Aufbaurichtung im Vergleich zu den experimentellen Ergebnissen.

6.4 Schädigungsverhalten

Die in Kapitel 6.3.2.2 dargestellten Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Druckversuche zeigen, dass der Verbund in und quer zur Aufbaurichtung der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform unterschiedliche Verläufe aufweist. Dies deutet auf unterschiedlich wirkende Schädigungsmechanismen hin. Zur Untersuchung des Schädigungsverhaltens und der unter Druck wirkenden Schädigungsmechanismen wurden in-situ Druckversuche im REM an jeweils einer Verbundprobe in ($\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-0°) und quer ($\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-90°) zur Aufbaurichtung der Preform durchgeführt. Die Durchführung der Versuche ist in Kapitel 4.4 detailliert beschrieben. In Abbildung 6.32 sind die Verläufe der untersuchten Proben in einem Spannungs-Weg-Diagramm dargestellt. Die Ergebnisse wurden in Dittmann et al. [154] veröffentlicht.

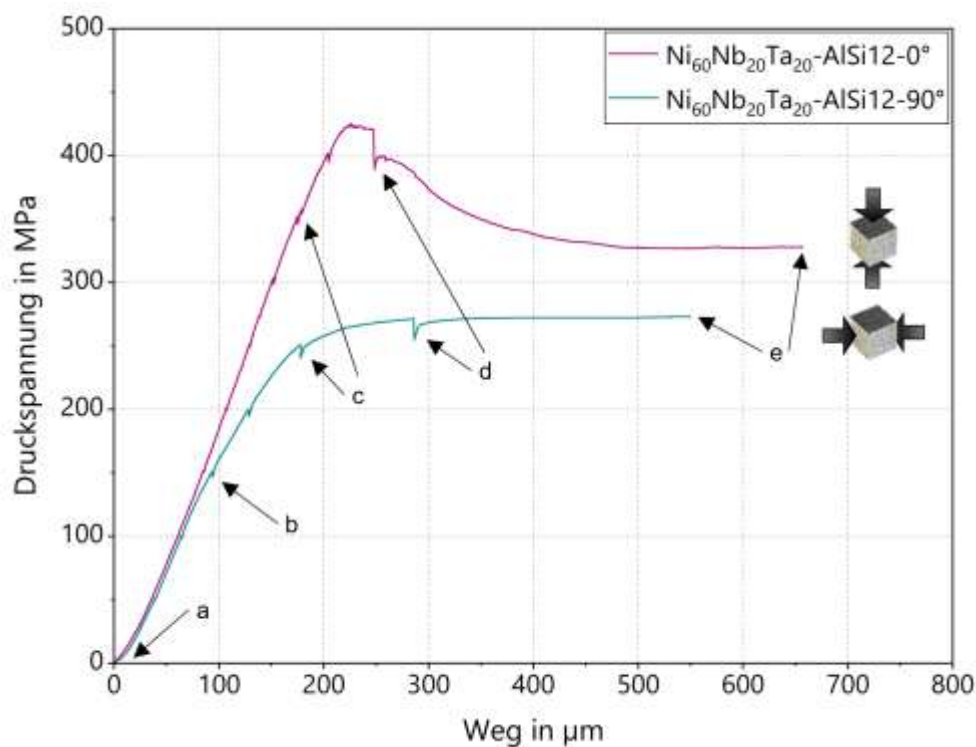


Abbildung 6.32: Resultierendes Spannungs-Weg-Diagramm der in-situ Druckversuche mit den Verläufen einer Verbundprobe in ($\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-0°) und quer ($\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-90°) zur Aufbaurichtung der Preform. Die Pfeile markieren die Laststufen, an denen hochauflösende REM-Aufnahmen aufgenommen wurden [154].

Zur Untersuchung des Schädigungsverhaltens wurde der Druckversuch bei verschiedenen Laststufen unterbrochen, um hochauflösende Aufnahmen der Mikrostruktur machen zu

können. Die Unterbrechungen spiegeln sich in den aufgezeichneten Kurven durch einen Spannungsabfall aufgrund von Relaxation wider und sind durch Pfeile mit der Beschriftung von (a) bis (e) gekennzeichnet. Der Verbund in 0°-Richtung erreicht eine Druckfestigkeit von 420 MPa, während der Verbund in 90°-Richtung mit 270 MPa deutlich darunter liegt. Darüber hinaus ist erwartungsgemäß ein unterschiedlicher Verlauf der Druckspannungs-Weg-Kurve zu erkennen, der auf die unterschiedlich wirkende Schädigungsmechanismen hindeutet. Beide Proben zeigen zunächst einen ähnlichen linearen Anstieg im elastischen Bereich. Nach Erreichen einer Spannung von 150 MPa beginnt die Kurve der Probe $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-90}^\circ$ abzuflachen und verläuft nach Erreichen der Druckfestigkeit bei 270 MPa auf einem konstanten Plateau. Im Gegensatz dazu steigt die Kurve der Probe $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-0}^\circ$ bis zur Druckfestigkeit bei 420 MPa weiter an und fällt anschließend wieder auf ein konstantes Plateau bei 330 MPa ab. Diese richtungsabhängigen Unterschiede in der Druckfestigkeit und in den Kurvenverläufen konnten bereits in Kapitel 6.3.2.2 bei den quasi-statischen Versuchen beobachtet werden.

Nachfolgend werden die Ergebnisse des in-situ Druckversuchs an der Probe $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-0}^\circ$ geprüft in Aufbaurichtung der Preform dargestellt. Bei allen dargestellten Ergebnissen erfolgt die Belastung entlang der vertikalen Bildachse. Abbildung 6.33 zeigt Übersichtsaufnahmen (a) zu Beginn des Versuchs, (d) beim Erreichen der Druckfestigkeit und (e) am Ende des Versuchs.

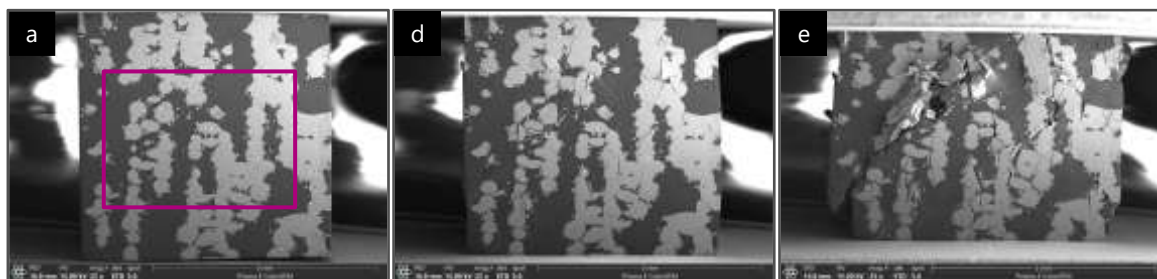


Abbildung 6.33: REM-Übersichtsaufnahmen der Probe $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-0}^\circ$ geprüft in Aufbaurichtung der Preform (a) zu Beginn des Versuchs mit dem markierten Bereich der Detailaufnahmen, (d) beim Erreichen der Druckfestigkeit und (e) am Ende des Versuchs [154].

In (a) ist der Bereich markiert, in dem die Detailaufnahmen der Mikrostruktur während des Versuchs aufgenommen wurden. Die Detailaufnahmen der Mikrostruktur wurden bei den

ausgewählten Laststufen (b) 150 MPa, (c) 350 MPa, (d) 420 MPa und (e) am Ende des Versuchs aufgenommen und sind in Abbildung 6.34 dargestellt.

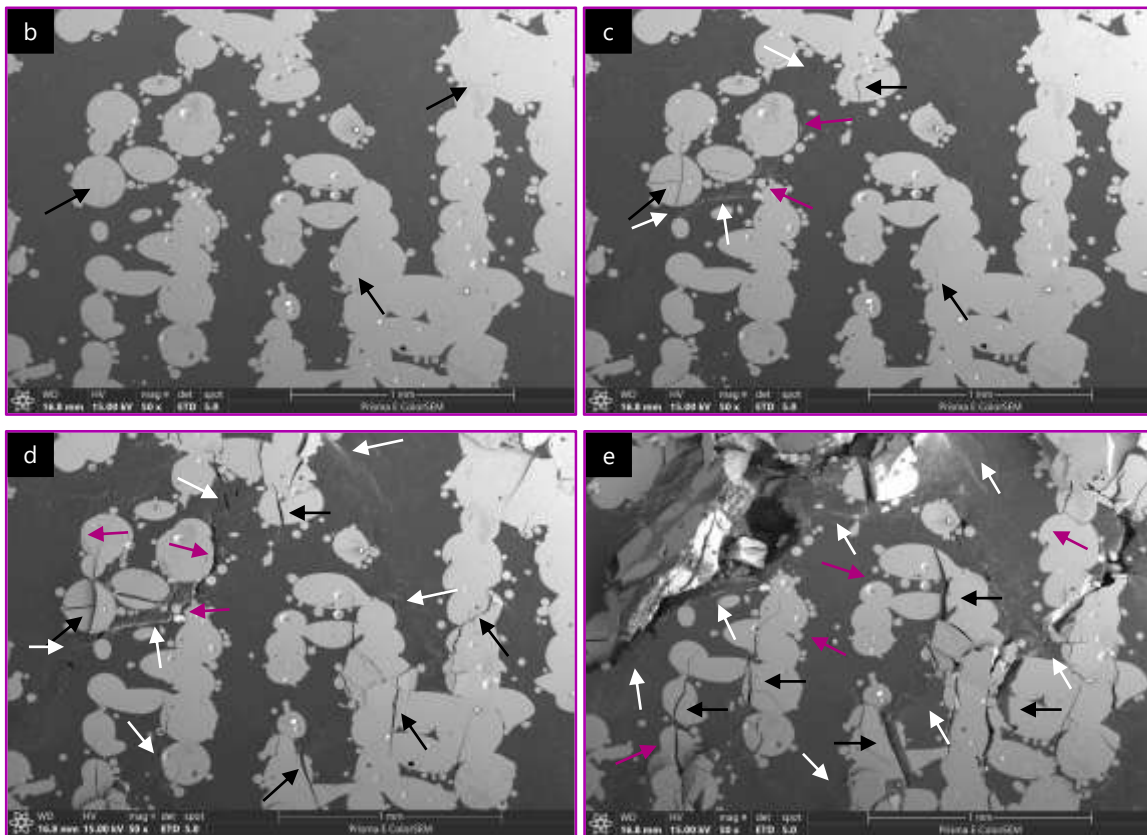


Abbildung 6.34: REM-Detailaufnahme der Probe $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-ALSi12-0}^\circ$ bei den Laststufen (b) 150 MPa, (c) 350 MPa, (d) 420 MPa und (e) am Ende des Experiments getestet wurde [154].

Der erste Haltepunkt liegt bei (b) 150 MPa und somit im linear-elastischen Bereich. Dementsprechend sind noch keine sichtbaren Schädigungen aufgetreten, abgesehen von den bereits vorhandenen Rissen in der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform, die auf den Herstellungs- und Präparationsprozess der Probe zurückzuführen sind und durch schwarze Pfeile gekennzeichnet sind. Diese Risse breiten sich mit zunehmender Spannung im metallischen Glas aus, wie in (c) bei 350 MPa und somit am Ende des linear-elastischen Bereichs zu sehen ist. Zusätzlich entstehen neue Risse in der metallischen Glasphase (schwarze Pfeile), während in der ALSi12 -Matrix plastische Verformung sichtbar wird (weiße Pfeile) und lokale Grenzflächenablösung zwischen der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform und der ALSi12 -Matrix einsetzt (pinke Pfeile). Die plastische Verformung in der ALSi12 -Matrix wird hauptsächlich durch Grenzflächenablösung zwischen den Si-Lamellen bzw. dem Primärsilizium und der α -

Aluminiumphase ausgelöst. Außerdem beginnen sich Risse in den Si-Lamellen und dem Primärsilizium zu bilden. Beim Erreichen der Druckfestigkeit bei (d) 420 MPa kommt es zum vollständigen Versagen der beiden Phasen. Dies ist gekennzeichnet durch Sprödbbruch im metallischen Glas (schwarze Pfeile), der Si-Lamellen und dem Primärsilizium, sowie durch Grenzflächenablösung zwischen diesen Phasen und dem α -Aluminium (weiße Pfeile). Am Ende des Versuchs in (e) ist zu erkennen, dass in der AlSi12-Matrix und entlang der Grenzflächen zum metallischen Glas Versagen durch Schubspannungen im 45° -Winkel zur Belastungsrichtung auftritt (weiße Pfeile). Die Preform selbst hingegen, versagt spröde durch Normalspannung entlang der Belastungsrichtung (schwarze Pfeile). Weiterhin ist zu beobachten, dass eine geringe Grenzflächenablösung zwischen dem metallischen Glas und der AlSi12-Matrix auftritt und die Grenzflächen auf mikroskopischer Ebene weitgehend erhalten bleiben (pinkfarbene Pfeile).

Im Folgenden sind in Abbildung 6.35 die Ergebnisse des in-situ Druckversuchs an der Probe $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-90}^\circ$ quer zur Aufbaurichtung der Preform (a) zu Beginn, (d) beim Erreichen der Druckfestigkeit und (e) am Ende des Versuchs dargestellt. In (a) ist der Bereich für die Detailaufnahmen markiert.

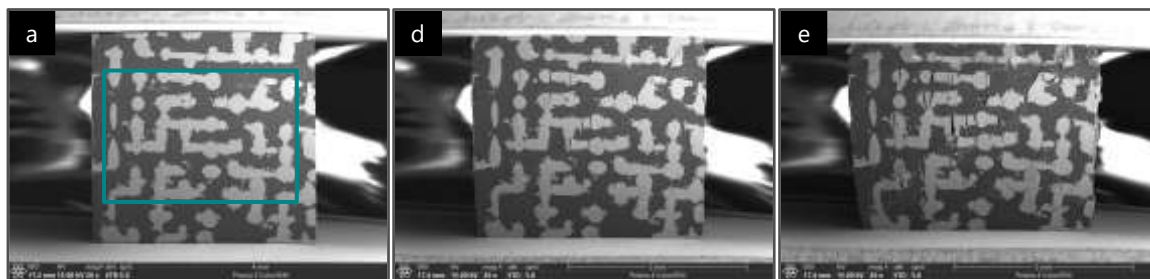


Abbildung 6.35: REM-Übersichtsaufnahmen der Probe $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-90}^\circ$ geprüft quer zur Aufbaurichtung der Preform (a) zu Beginn des Versuchs mit dem markierten Bereich der Detailaufnahmen, (d) beim Erreichen der Druckfestigkeit und (e) am Ende des Versuchs [154].

Für die Detailaufnahmen der Mikrostruktur wurde der Versuch bei den Laststufen (b) 150 MPa, (c) 250 MPa, (d) 260 MPa und (e) am Ende des Versuchs gestoppt, die Aufnahmen sind in Abbildung 6.36 dargestellt.

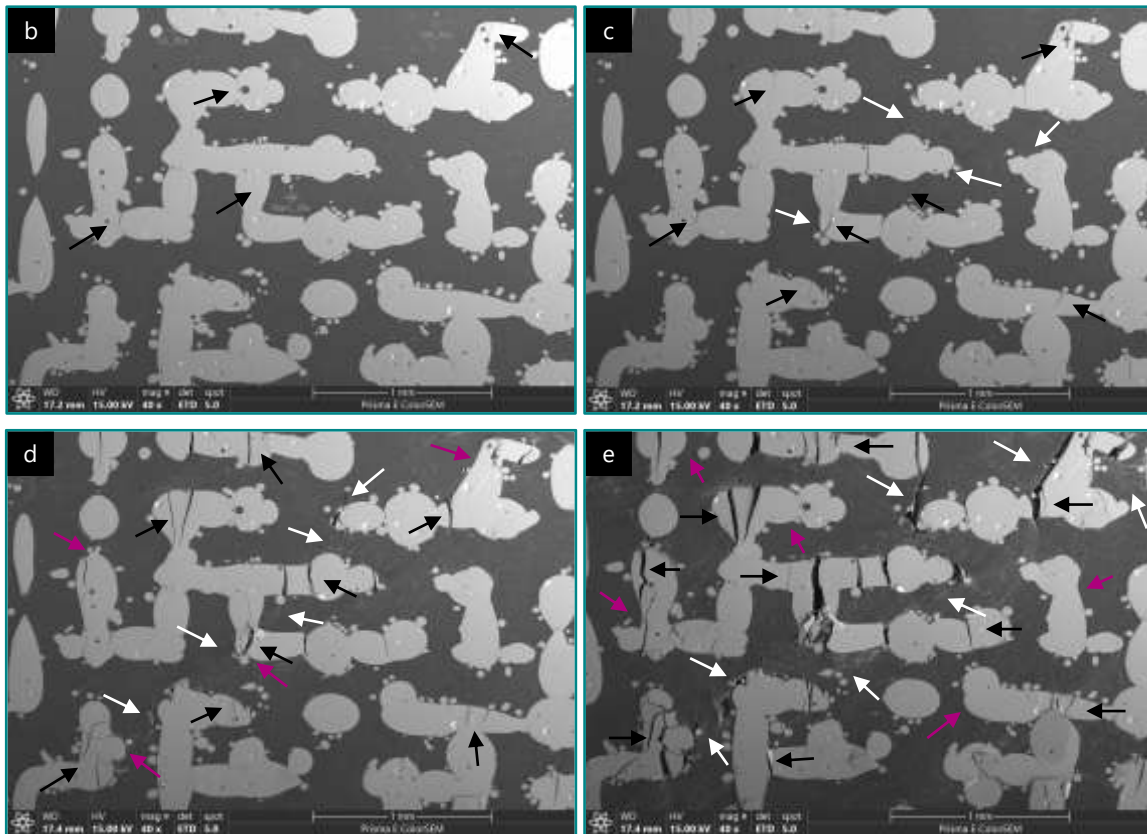


Abbildung 6.36: REM-Detailaufnahme der Probe $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-90}^\circ$ bei den Laststufen (b) 150 MPa, (c) 250 MPa, (d) 270 MPa und (e) am Ende des Experiments.

Der erste Haltepunkt liegt bei (b) 150 MPa und damit im linear-elastischen Bereich. Dementsprechend ist keine sichtbare Schädigung zu erkennen, abgesehen von bereits vorhandenen Rissen in der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform, die während des Herstellungs- oder Präparationsprozesses entstanden sind und durch schwarze Pfeile gekennzeichnet sind. Mit zunehmender Spannung bei (c) 250 MPa beginnen sich die bereits vorhandenen Risse im Material weiter auszubreiten und es entstehen zusätzlich neue Risse, die in der REM-Aufnahme durch schwarze Pfeile gekennzeichnet sind. In der AlSi12-Matrix ist der gleiche Versagensmechanismus wie bei der Probe $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-0}^\circ$ zu beobachten. Es tritt plastische Verformung auf, die durch Grenzflächenablösung zwischen den Si-Lamellen bzw. dem Primärsilizium und der α -Aluminiumphase gekennzeichnet ist (weiße Pfeile). Zudem treten Risse innerhalb der Lamellen und den Ausscheidungen auf (weiße Pfeile). Lokale Grenzflächenablösungen zwischen dem metallischen Glas und der AlSi12-Matrix treten erstmals bei (d) 270 MPa und damit beim Erreichen der Druckfestigkeit auf

(pinkfarbene Pfeile). Zusätzlich kommt es zum vollständigen Versagen der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform durch Sprödbruch (schwarze Pfeile) und der AlSi12 -Matrix durch plastische Verformung in der α -Aluminiumphase und durch Sprödbruch der Si-Lamellen und dem Primärsilizium (weiße Pfeile). In (e) am Ende des Versuchs sind die gleichen Versagensmechanismen wie bei der Probe $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ - AlSi12 - 0° zu erkennen. Die AlSi12 -Matrix und die Grenzflächen zum metallischen Glas versagen in einem Winkel von 45° zur Belastungsrichtung aufgrund von Schubspannungen (weiße Pfeile). Die $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform versagt aufgrund von Normalspannungen entlang der Belastungsrichtung (schwarze Pfeile). Auch bei dieser Probe tritt wenig Grenzflächenablösung auf und auf mikroskopischer Ebene bleiben die Grenzflächen zwischen dem metallischen Glas und der Matrix weitgehend erhalten (pinke Pfeile).

7 Diskussion

Im folgenden Kapitel werden die Ergebnisse der experimentellen und numerischen Charakterisierung im Detail analysiert und mit relevanten Erkenntnissen aus der Literatur verglichen, um ein umfassendes Verständnis der Eigenschaften und des Verhaltens des untersuchten Verbundwerkstoffs zu ermöglichen. Zunächst werden die Herstellungsprozesse der Preform und des Verbundes (Kapitel 7.1) betrachtet, um den Einfluss der Prozessparameter zu bewerten. Anschließend werden die mikrostrukturellen Eigenschaften (Kapitel 7.2), die thermischen Eigenschaften (Kapitel 7.3), sowie die mechanischen Eigenschaften (Kapitel 7.4) detailliert diskutiert und mit Literaturergebnissen verglichen. Abschließend wird das Schädigungsverhalten des Verbundes (Kapitel 7.5) analysiert, wobei insbesondere der Einfluss der Grenzflächenanbindung zwischen metallischem Glas und Matrix betrachtet wird. Ziel ist die Wechselwirkungen zwischen Prozess-Struktur und Eigenschaften in einen größeren wissenschaftlichen Kontext zu stellen.

7.1 Diskussion der Preform- und Verbundherstellung

7.1.1 Herstellungsprozess der Preform

Für die Herstellung der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform mittels LPBF wurde eine Parameterstudie mit unterschiedlichen Druckstrategien und Druckparametern durchgeführt, dessen Ergebnisse werden ausführlich in Dittmann et al. [127] vorgestellt und diskutiert. Mit den finalen, hier verwendeten, Herstellungsparametern konnte erfolgreich eine offenporige Preform mit gitterartiger Struktur hergestellt werden. Das Ergebnis der XRD-Messung an der Preform zeigt Kristallisationspeaks mit geringer Intensität, die das für metallische Gläser typische breite Maximum überlagern. Dies deutet daraufhin, dass während des Druckprozesses in gewissem Maße Keimbildung initiiert wurde und sich somit partielle Kristallisation, auch Nanokristallisation genannt, entwickelt hat. Dokumentierte Untersuchungen haben gezeigt, dass Nanokristallisation ein häufig auftretender Effekt in den HAZs ist (vgl. Kapitel 2.1.3.3). Yang et al. [62] stellte mittels LPBF Zr-basierte massive metallische Gläser mit unterschiedlichen Geometrien her (kubisches Vollmaterial, Vollmaterial mit hohlen Aussparungen, Gitterstruktur), um den Einfluss der Geometrie auf die Mikrostruktur und damit die Nanokristallisation zu untersuchen. Unter Berücksichtigung des vollständig amorphen Pulvers als Referenz wurde der Anteil der amorphen Phase in den Proben aus der Änderung der freigesetzten Kristallisationsenthalpie berechnet: $\text{Am.-%} = \Delta H / \Delta H_0$, wobei Am.-% der Anteil der amorphen Phase ist und ΔH bzw. ΔH_0 die Kristallisationsenthalpien der gedruckten Proben bzw. des ursprünglichen amorphen Pulvers sind. Die verbleibende Differenz zu 100% ergibt den kristallinen Anteil. Das Ergebnis zeigt, dass der Phasenanteil der Nanokristallisation mit 26% in BMGs mit kubischer Geometrie, aufgrund des höheren Anteils an HAZs, deutlich höher ist als in einer hohlen (10%) oder gitterartigen (19%) Struktur. Der berechnete kristalline Anteil der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform gliedert sich somit mit 14,72% zwischen der hohlen und gitterartigen Struktur ein. Des Weiteren konnten Yang et al. [62] und Lu et al. [78] bestätigen, dass die Kristallisation bei einem LPBF-Prozess hauptsächlich während der Wiedererwärmung des zuvor erstarrten Materials in den HAZs auftritt. Bei der hier hergestellten $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -

Gitterstruktur ist davon auszugehen, dass in den Knotenpunkten der einzelnen gedruckten Linien sich HAZ-Bereiche bilden und somit dort Nanokristallisation entsteht.

Zur Ermittlung der in den kristallisierten Bereichen gebildeten intermetallischen Phasen wurden XRD-Messungen an vollständig kristallisiertem $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Pulver durchgeführt. Hierfür wurde Pulver aus den DSC-Untersuchungen herangezogen, welches unter Argon-Schutzgasatmosphäre bis auf $930\text{ }^\circ\text{C}$ und damit deutlich über die Kristallisationstemperatur von $T_{x,\text{Pulver}} = 697\text{ }^\circ\text{C}$ erhitzt wurde. Das XRD-Diffraktogramm des kristallisierten Pulvers ist zum Vergleich zusammen mit der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform in Abbildung 7.1 dargestellt.

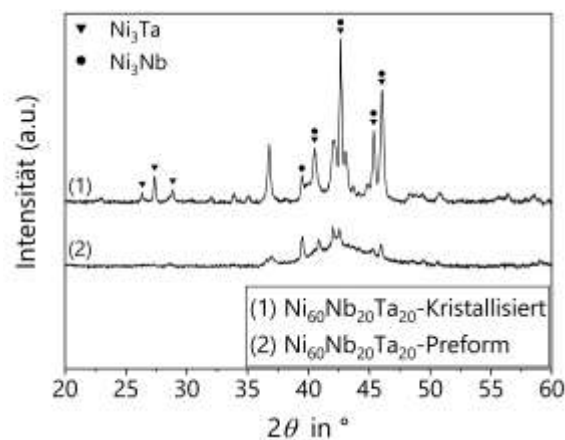


Abbildung 7.1: XRD-Diffraktogramm der final gedruckten $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform und vollständig kristallisiertes $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Pulver nach einer DSC-Untersuchung.

Die Phasenanalyse des kristallisierten $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Pulvers zeigt, dass sich während des Herstellungsprozesses in den HAZ der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform hauptsächlich die intermetallischen Phasen Ni_3Ta und Ni_3Nb gebildet haben. Teilweise lassen sich die Peaks nicht eindeutig einer einzelnen Phase oder generell einer Phase (z.B. Peak bei 36°) zuordnen. Die Bildung der Phase Ni_3Nb in kristallisierten Bereichen von Ni-Nb-basierten metallischen Gläsern wurde auch in [13, 156–158] beobachtet. Zudem können sich die Phasen Ni_6Nb_7 [158] und NiNb [13, 156] bilden, diese konnten in der hier durchgeführten Phasenanalyse nicht identifiziert werden. Im binären Ni-Ta-System kann es zur Bildung der intermetallischen Phasen NiTa , Ni_2Ta , Ta_2Ni , Ni_3Ta [159, 160] kommen. In bisherigen Untersuchungen an Ni-Ta-basierten metallischen Gläsern wurden die Phasen NiTa und Ni_2Ta in kristallisierten Bereichen detektiert [161, 162]. Hitit et al. [163] untersuchten das metallische Glas $\text{Ni}_{33,6}\text{Co}_{23,2}\text{Zr}_{0,5}\text{Ta}_4\text{W}_{23,7}\text{B}_{15}$ und konnten nachweisen, dass sich beim

Kristallisationsglühen unter anderem die Phase Ni_3Ta bildet. In Meng et al. [164] wurden metallische Gläser mit unterschiedlichen Legierungszusammensetzungen aus Ta-Ni-Co hergestellt. Auch hier bildet sich die Ni_3Ta -Phase in kristallisierten Bereichen. Zudem wird ein Peak bei circa 36° der intermetallischen Phase NiTa_2 zugeordnet. Dies lässt die Vermutung zu, dass es sich bei dem nicht identifizierten Peak in Abbildung 7.1 bei 36° ebenfalls um die Phase NiTa_2 handeln könnte. Insgesamt wird bestätigt, dass die intermetallischen Phasen Ni_3Ta und Ni_3Nb durch Kristallisation in metallischen Gläsern mit den entsprechenden Legierungselementen entstehen können.

Trotz der sich gebildeten Nanokristallisation in den Knotenpunkten wird in den übrigen Bereichen eine ausreichend hohe Abkühlgeschwindigkeit während des Druckprozesses erreicht, so dass das metallische Glas überwiegend amorph erstarrt. Da pro Laserscan nur geringe Pulvermengen durch den Laserstrahl aufgeschmolzen werden, sind je nach eingestellten Prozessparametern lokale Aufheiz- und Abkühlraten von $10^3 - 10^8 \text{ K/s}$ möglich [56, 57]. Diese Abkühlraten liegen oberhalb der kritischen Abkühlraten für die Glasbildung der meisten BMG-Legierungen ($10^2 - 10^4 \text{ K/s}$) und ermöglichen somit die Bildung einer amorphen Struktur [17, 33]. Die kritische Abkühlrate und kritische Dicke der hier verwendeten Legierung $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ kann näherungsweise mit den Formeln 2.3 und Formel 2.5 (vgl. Kapitel 2.1.1) nach Lu et al. [30, 31] abgeschätzt werden. Für das metallische Glas im pulverförmigen Zustand wurde die Kristallisationstemperatur $T_{x,\text{Pulver}} = 697^\circ\text{C}$ ($= 970 \text{ K}$) und die Glasübergangstemperatur $T_{g,\text{Pulver}} = 664,7^\circ\text{C}$ ($= 938 \text{ K}$) mittels DSC-Messungen bestimmt. Aus Lee et al. [64] kann für die Liquidustemperatur der Wert $T_l = 1240^\circ\text{C}$ ($= 1513 \text{ K}$) entnommen werden. Daraus berechnet sich der Parameter $\gamma_{\text{Pulver}} = 0,396$ und damit eine kritische Abkühlrate von $R_{c,\text{Pulver}} = 36,51 \text{ K/s}$ und eine kritische Dicke von $Z_{c,\text{Pulver}} = 4,13 \text{ mm}$. Diese Werte bestätigen die hohe Glasbildungsfähigkeit der Legierung und dass mit dem Laser eine ausreichend hohe Abkühlrate erreicht werden kann, um das metallische Glas amorph erstarren zu lassen. Da in der Literatur keine Werte für die Glasübergangstemperatur der Legierung $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ vorliegen, werden zum Vergleich die Werte der Legierung $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{30}\text{Ta}_{10}$ von Lee et al. [64] herangezogen. Diese Legierung hat ihren Glasübergang bei $T_{g,\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{30}\text{Ta}_{10}} = 661^\circ\text{C}$ ($= 934 \text{ K}$) sowie die Kristallisationstemperatur $T_{x,\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{30}\text{Ta}_{10}} = 688^\circ\text{C}$ ($= 961 \text{ K}$) und die Liquidustemperatur

$T_{i,Ni60Nb30Ta10} = 1208\text{ °C}$ ($= 1481\text{ K}$). Daraus ergibt sich der Parameter $\gamma_{Ni60Nb30Ta10} = 0,398$ sowie die kritische Abkühlrate $R_{c,Ni60Nb30Ta10} = 28,46\text{ K/s}$ und kritische Dicke $Z_{c,Ni60Nb30Ta10} = 4,51\text{ mm}$. Unter Berücksichtigung der unterschiedlichen Legierungsanteile von Niob und Tantal, sowie einer deutlich höheren Aufheizrate von 40 K/min bei den DSC-Messungen zur Ermittlung der Kennwerte, liegen die Werte der kritischen Abkühlrate und Dicke in einem ähnlichen Bereich wie die Ergebnisse der Legierung $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$. Xia et al. [120] zeigten, dass die binäre Ni-Nb-Legierung im eutektischen Punkt mit der Zusammensetzung $Ni_{62}Nb_{38}$ die höchste Glasbildungsfähigkeit aufweist. Die kritische Abkühlrate von 57 K/s und kritische Dicke von $3,5\text{ mm}$ bestätigen, dass die Zweikomponentenlegierung ein noch besserer Glasbildner ist als die hier untersuchte Dreikomponentenlegierung $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$.

Wie bereits beschrieben, wurden zur Bestimmung der thermischen Stabilität DSC-Messungen am metallischen Glas $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$ im pulverförmigen Zustand vor dem LPBF-Prozess und anschließend an der gedruckten Preform durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Kapitel 3.2 detailliert dargestellt. Für das Pulver wurde eine Glasübergangstemperatur $T_{g,Pulver} = 664,7\text{ °C}$ und eine Kristallisationstemperatur $T_{x,Pulver} = 697\text{ °C}$ mit einem exothermen Peak bei $T_{Peak,Pulver} = 710,6 \pm 0,1\text{ °C}$ ermittelt. Dies führt zu einem Bereich der unterkühlten Schmelze von circa $\Delta T_{x,Pulver} = 32,2\text{ °C}$. Bei der Preform konnte kein Glasübergang bestimmt werden, jedoch liegt die Kristallisationstemperatur mit $T_{x,Preform} = 694,3 \pm 0,2\text{ °C}$ und der Kristallisationspeak mit $T_{Peak,Preform} = 712,5 \pm 0,1\text{ °C}$ im gleichen Bereich wie die Werte des unverarbeiteten Pulvers. Die Ergebnisse stimmen mit den Werten von Lee et al. [64] mit $T_x = 721\text{ °C}$ und $T_{Peak} = 735\text{ °C}$ für die thermische Untersuchung der gleichen Legierungszusammensetzung und mit $T_{g,Ni60Nb30Ta10} = 661\text{ °C}$ ($T_{x,Ni60Nb30Ta10} = 688\text{ °C}$) für die Legierung $Ni_{60}Nb_{30}Ta_{10}$ überein. Die Legierung $Ni_{60}Nb_{30}Ta_{10}$ weist mit 27 K einen ähnlichen Bereich der unterkühlten Schmelze auf. Die Werte zeigen eine gute Übereinstimmung insbesondere unter Berücksichtigung, dass in [64] mit einer DSC-Aufheizrate von 40 K/min statt 10 K/min gemessen wurde und eine Erhöhung der Heizrate eine höhere Glasübergangs- und Kristallisationstemperatur zur Folge hat [165]. Sowohl bei der Preform als auch bei dem Pulver ist die exotherme Reaktion durch zwei Peaks gekennzeichnet, die auf einen mehrstufigen Kristallisationsprozess hindeuten und bei Legierungen wie zum Beispiel $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ [166], $Ni_{62}Nb_{38}$ [120], $Ni_{60}Nb_{35}Sn_5$ [167]

und $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{30}\text{Ta}_{10}$ [64] ebenfalls zu beobachten ist. Die Kristallisationsenthalpie der Preform beträgt mit $40,4 \pm 2,6 \text{ J/g}$ nur 61 % der exothermen Enthalpie des Pulvers ($66,6 \pm 0,5 \text{ J/g}$). Grund hierfür kann entweder die im Herstellungsprozess stattgefundenene Nanokristallisation [55, 168] oder strukturelle Relaxation und damit einhergehende Änderung des freien Volumens sein [168, 169].

Die REM-Aufnahmen (Abbildung 3.5 (c)) der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform in Kapitel 3.2 zeigen, dass eine gute Anbindung zwischen den einzelnen Aufbauschichten erzielt werden konnte. Trotz der inhomogenen bzw. anisotropen Gitterstruktur in und quer zur Aufbaurichtung konnte eine offenporige und zusammenhaltende Struktur hergestellt werden, die eine gute Voraussetzung für die Infiltrierbarkeit bei der Verbundherstellung bietet. Auf den Einfluss der Laserparameter auf die Mikrostruktur wird in Kapitel 7.2.2 näher eingegangen.

7.1.2 Herstellungsprozess des Verbundes

Bei der Herstellung von Metallmatrixverbunden mit metallischem Glas als Verstärkungsphase ist es wichtig, dass die Temperatur während des Herstellungsprozesses unterhalb der Kristallisationstemperatur des metallischen Glases liegt, um dessen amorphe Struktur und die damit verbundenen Eigenschaften zu erhalten. Daher ist die Herstellung mittels Pulvermetallurgie ein vielfach angewendetes Verfahren. Hierbei wird das metallische Glas mit der Matrix im pulverförmigen Zustand durch Heißpressen im Bereich der unterkühlten Schmelze nahe der Glasübergangstemperatur gesintert [8, 12, 13]. Mit diesem Verfahren können Verbundwerkstoffe mit geringer Porosität hergestellt werden. Ein weiteres Verfahren ist die Gasdruckinfiltration. Hier sind jedoch lange Prozesszeiten für eine gleichmäßige Durchwärmung und Homogenisierung der Schmelze erforderlich. Zu lange Haltezeiten unterhalb der Kristallisationstemperatur können zur Bildung und zum Wachstum von Kristallkeimen und damit zur ungewollten Kristallisation des metallischen Glases führen [1]. In Lichtenberg et al. [93] wurden metallische Glasplättchen aus $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ und somit derselben Legierungszusammensetzung wie das hier untersuchte metallische Glas, mit AlSi12 unter Argon Schutzgasatmosphäre infiltriert ohne dass Kristallisation im metallischen Glas aufgetreten ist. Im Rahmen dieser Arbeit konnte ebenfalls erfolgreich die Herstellung des MMCs mittels Gasdruckinfiltration umgesetzt

werden. Die zuvor hergestellte $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform wurde mittels eines Gasdruckinfiltrationsprozesses mit der Gusslegierung AlSi12 infiltriert, sodass eine Durchdringungsverbund entstand. Die anschließend an dem metallischen Glas durchgeführten XRD-Messungen (vgl. Abbildung 3.9(b) in Kapitel 3.4) zeigen, dass sich während dem Infiltrationsprozess keine weitere Kristallisation gebildet hat. Eine am infiltrierten Verbund durchgeführte XRD-Messung, dargestellt in Abbildung 7.2, bestätigt dies. Die fünf Peaks mit hoher Intensität können den Legierungsbestandteilen der kristallinen AlSi12-Matrix zugeordnet werden. Durch deren hohen Intensität wird das breite, diffuse Maximum des metallischen Glases bei circa 42° überlagert und ist kaum noch erkennbar. Darüber hinaus treten keine weiteren Reflexe auf, die auf neu gebildete kristalline Phasen hindeuten. Der bereits beschriebene Metallmatrixverbund mit $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ metallischen Glas als Verstärkungsphase und AlSi12 als Matrixmaterial in Lichtenberg et al. [9] wurde ebenfalls in [93] hinsichtlich Kristallisation untersucht. Das XRD-Diffraktogramm weist dieselben Peaks der kristallinen Si- und Al-Phase auf und bestätigt das hier gemessene Ergebnis.

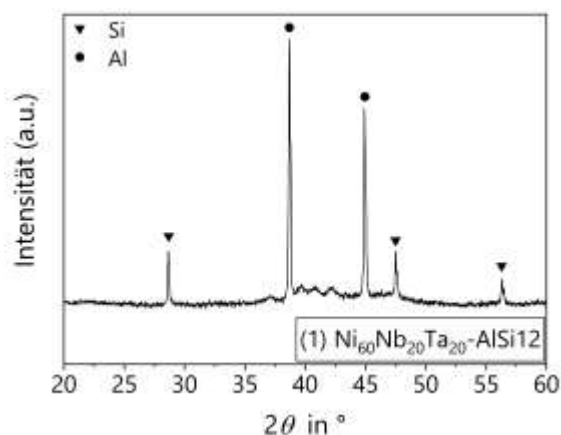


Abbildung 7.2: XRD-Diffraktogramm des infiltrierten Verbundes $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12.

Als maximale Prozesstemperatur in dem Infiltrationsverfahren wurden 660°C gewählt und für zwei Stunden gehalten, bevor wieder auf Raumtemperatur abgekühlt wurde. In Vorarbeiten wurden DSC-Messungen mit unterschiedlichen Haltezeiten bei mehreren Temperaturen an dem $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Pulver durchgeführt. Abbildung 7.3 zeigt das resultierende Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramm, aus dem die prozentuale

Kristallisation des metallischen Glaspulvers in Abhängigkeit der Haltezeit bei einer bestimmten Temperatur abgelesen werden kann.

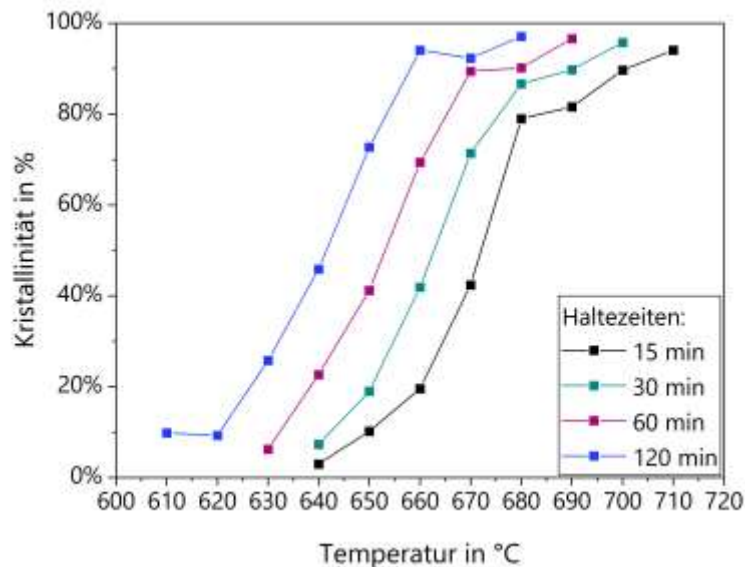


Abbildung 7.3: Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramm des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Pulvers mit der prozentualen Kristallinität [Renner2021].

Laut dem Diagramm hätte bei $660\text{ }^{\circ}\text{C}$ nach einer Haltezeit von 120 min im Infiltrationsprozess das metallische Glas $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ nahezu vollständig kristallisiert sein müssen. Ein Grund für die ausgebliebene Kristallisation ist, dass das Thermoelement für die Temperatursteuerung sich außerhalb des Tiegels befindet. Somit lässt sich vermuten, dass die tatsächliche Temperatur an der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform deutlich niedriger als in der Infiltrationskammer ist und dies durch die isolierende Eigenschaft des Keramiktiegels zusätzlich verstärkt wird. Ein weiterer Grund ist, dass der gesamte Infiltrationsprozess unter Hochvakuum abläuft und die Infiltrationskammer zuvor mit Argon gespült wurde. Aufgrund der offenporigen Struktur der Preform kann davon ausgegangen werden, dass dadurch der Restsauerstoff innerhalb der Gitterstruktur und in der Kammer vollständig entfernt werden konnte. Somit konnte eine erfolgreiche Infiltration ohne ungewollte Kristallisation realisiert werden. Bei den DSC-Messungen kann sich hingegen noch Restsauerstoff zwischen dem Pulver in den Tiegel befunden haben, der zu einer früheren Kristallisation des metallischen Glases geführt hat.

7.2 Diskussion der mikrostrukturellen Eigenschaften

7.2.1 Dichte der Preform und des Verbundes

Messungen mittels Gaspyknometrie ergaben für die gedruckte $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Legierung eine durchschnittliche Dichte von $\rho_{\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}} = 10,72 \pm 0,05 \text{ g/cm}^3$. Die theoretische Dichte der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Legierung beträgt $10,85 \text{ g/cm}^3$ [155]. Dichtebestimmungen an der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Legierung wurden ebenfalls von Lichtenberg et al. [170] unter Anwendung des Archimedischen Prinzips durchgeführt. Das durch Schmelzspinnverfahren hergestellte metallische Glas weist eine Dichte von $10,41 \text{ g/cm}^3$ auf. Unter Berücksichtigung der unterschiedlichen Messmethoden und der geschlossenen Porosität der Preform ($1,19 \pm 0,46\%$) stimmt dieser Wert gut mit dem in dieser Arbeit ermittelten Wert überein. Die Dichte der AlSi12-Matrix wurde nach dem Archimedischen Prinzip bestimmt und stimmt mit $\rho_{\text{AlSi12}} = 2,64 \pm 0,01 \text{ g/cm}^3$ ebenfalls mit den bekannten Werten aus der Literatur ($2,64 \text{ g/cm}^3$ [9], $2,60 \text{ g/cm}^3$ [128]) überein.

Zusätzlich kann die Infiltrationsqualität des Verbundes anhand der Dichte bewertet werden. Mit einem Verstärkungsvolumenanteil $V_r = 37,72 \pm 0,62\%$ des metallischen Glases, sowie den ermittelten Dichtewerten der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ - und AlSi12-Legierung kann eine theoretische Dichte von $\rho_{\text{Verbund,theoretisch}} = 5,69 \pm 0,05 \text{ g/cm}^3$ berechnet werden. Die nach dem Archimedischen Prinzip ermittelte Dichte des Verbundes liegt mit $\rho_{\text{Verbund}} = 5,79 \pm 0,01 \text{ g/cm}^3$ etwas über dem berechneten Wert. Grund hierfür könnte die geringe Probengröße der Würfel mit einer Kantenlänge von 5 mm sein, wodurch lokal ein höherer Verstärkungsanteil des metallischen Glases aufgrund der unregelmäßigen Struktur der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform auftreten kann. Aus den im Rahmen dieser Arbeit aufgenommenen mikroskopischen Aufnahmen der Mikrostruktur des Verbundes kann geschlossen werden, dass während des Infiltrationsprozesses keine signifikanten Gaseinschlüsse in der AlSi12-Matrix aufgetreten sind. Jedoch ist zu berücksichtigen, dass sich bei dem Druckvorgang der Preform Gasporen im Inneren der Streben gebildet haben und eine geschlossene Porosität von $1,19 \pm 0,46\%$ ermittelt werden konnte.

7.2.2 Einfluss des Herstellungsprozesses auf die Mikrostruktur

Die metallographischen Untersuchungen mittels Lichtmikroskopie und EDX in Kapitel 6.1.2 zeigen deutlich die Verstärkungsphase $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ aus metallischem Glas eingebettet in die eutektische AlSi_{12} -Matrix. Es ist klar erkennbar, dass die gitterartige Struktur des metallischen Glases in und quer zur Aufbaurichtung auf makroskopischer Ebene einen anisotropen Aufbau aufweist. In den REM-Aufnahmen der reinen $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform in Abbildung 3.5 ist zu erkennen, dass während des Laserprozesses einzelne Schichten miteinander verschmolzen sind. Dies wird durch die lichtmikroskopischen Aufnahmen des Verbundes quer zur Aufbaurichtung (vgl. Abbildung 6.2 in Kapitel 6.1.2) bestätigt. Eine Erklärung für die säulenartigen Struktur ist, dass in den Knotenpunkten der einzelnen gedruckten Linien das Pulver in jeder einzelnen Schicht aufgeschmolzen wird, während die Linien zwischen den Knotenpunkten nur in jeder zweiten Schicht aufgeschmolzen werden. Im Rahmen der Parameterstudie von Dittmann et al. [127] zur Entwicklung der Herstellungsstrategie mittels Laserstrahlschmelzen konnte eine $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform ohne diese säulenartige Struktur und dadurch mit einem isotropen Aufbau in und quer zur Aufbaurichtung hergestellt werden. Das Ergebnis ist in Abbildung 7.4 dargestellt.

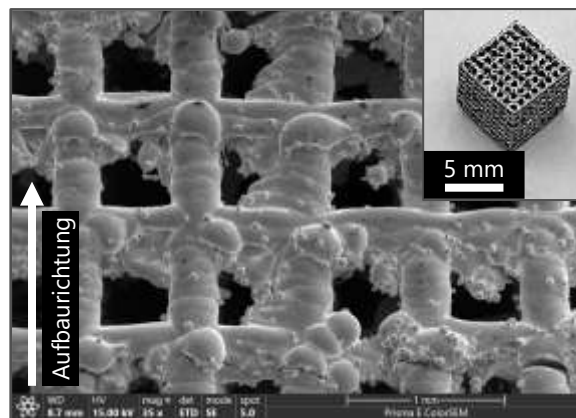


Abbildung 7.4: REM-Aufnahme einer gedruckten $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform aus der Parameterstudie in [127].

Die Preform wurde mittels einer konzentrischen Scanstrategie gedruckt, wobei zunächst die Mitte der Strebe gelasert und anschließend ein Perimeterscan durchgeführt wurde. Um eine Verschmelzung der einzelnen Linien zu gewährleisten, wurde ein Schraffurabstand von $70\mu\text{m}$ gewählt. Des Weiteren wurde eine Laserleistung von 200W, eine

Scangeschwindigkeit von 1400 mm/s und eine Schichtdicke von 60 μm festgelegt. Mit der gewählten Druckstrategie konnte zwar ein isotroper Aufbau und eine gute Verschmelzung der einzelnen Scanlinien erreicht werden, jedoch zeigen XRD-Messungen einen kristallinen Anteil von 35 % [127]. Dies deutet darauf hin, dass durch den Perimeterscan der Anteil an HAZs deutlich erhöht wird. Basierend auf diesen Prozessparametern kann der Energieeintrag in das Material während des Lasersinterprozesses $\text{VED} = 34,01 \text{ J/mm}^3$ mit der Formel 2.8 nach Simchi et al. [79] und Gu et al. [56] berechnet werden (vgl. Kapitel 2.1.3.3). In Pauly et al. [43] wurde ein Zr-basiertes metallisches Glas ($\text{Zr}_{52,5}\text{Cu}_{17,9}\text{Ni}_{14,6}\text{Al}_{10}\text{Ti}_5$) durch selektives Laserschmelzen (engl.: selective laser melting, SLM) hergestellt. Das Ziel der Untersuchung besteht in der Identifikation optimierter Prozessparameter, welche die Herstellung eines BMG mit hoher relativer Dichte und hohem amorphen Anteil ermöglichen. In diesem Zusammenhang wurde der Energieeintrag variiert ($6\text{--}38 \text{ J/mm}^3$) sowie verschiedene Druckstrategien angewendet. Die Ergebnisse der XRD-Messungen zeigen, dass sich ab einem Energieeintrag von $\text{VED} = 15 \text{ J/mm}^3$ kristalline Bereiche ausbilden. In Abhängigkeit der Druckstrategie kann bei einem Energieeintrag von 15 J/mm^3 eine relative Dichte von bis zu 98,5 % erreicht werden. In Li et al. [171] wurde ebenfalls das Zr-basiertes BMG ($\text{Zr}_{52,5}\text{Cu}_{17,9}\text{Ni}_{14,6}\text{Al}_{10}\text{Ti}_5$) mittels SLM hergestellt und der Einfluss der Prozessparameter sowie der Druckstrategie auf die Mikrostruktur untersucht. Es wurden ebenfalls mit einem niedrigen Energieeintrag von $\text{VED} = 13,3 \text{ J/mm}^3$ vollständig amorphe BMGs hergestellt. Die Ergebnisse beider Studien zeigen, dass mit steigendem Energieeintrag die relative Dichte zunimmt und eine bessere Verschmelzung der einzelnen gelaserten Linien stattfindet. Jedoch steigt ebenfalls der Anteil kristallisierter Bereiche. Um die amorphe Struktur des metallischen Glases zu erhalten, ist ein möglichst niedriger Energieeintrag erforderlich. Dies führt jedoch zu einer Abnahme der relativen Dichte und begünstigt somit eine poröse Struktur. Folglich ist der Energieeintrag von 34 J/mm^3 in der Druckstrategie mit Perimeterscan ebenfalls zu hoch, trotz dass sie einen homogeneren Aufbau der Gitterstruktur begünstigt. Daher wurde bei der finalen Druckstrategie auf einen Perimeterscan verzichtet und die Parameter so angepasst, dass ein geringerer Energieeintrag erfolgt. Unter anderem wurde der Schraffurabstand mit $400 \mu\text{m}$ so weit erhöht, dass die Scanlinien so weit auseinander liegen, dass keine Verschmelzung der

einzelnen Linien stattfindet und der Energieeintrag ausschließlich in den Knotenpunkten erfolgt. Der Energieeintrag, berechnet aus den Prozessparametern, beträgt $VED = 5 \text{ J/mm}^3$. Der Wert ist vergleichsweise niedrig und nur bedingt mit den Werten bei der Herstellung eines BMG vergleichbar, da im Rahmen dieser Arbeit die Herstellung einer offenen porösen Gitterstruktur das Ziel ist. Um die HAZs in den Knotenpunkten der einzelnen Scanlinien und damit auch den kristallinen Anteil zu reduzieren, wäre eine weitere Reduktion des Energieeintrags erforderlich. Damit steigt jedoch das Risiko, keine feste Anbindung in den Knotenpunkten zu erreichen. In der Folge dessen lässt sich ein generell geringes Fertigungsfenster für optimale Prozessparameter ableiten, welches mit den finalen Prozessparametern genutzt wurde.

In den lichtmikroskopischen Aufnahmen der Mikrostruktur des Verbundes (vgl. Abbildung 6.1 (c) in Kapitel 6.1.2) zeigt sich im metallischen Glas ein Bereich mit nadelförmigem Gefüge, das vermutlich durch Nanokristallisation entstand. Zur Bestätigung dieser Annahme wurden Härtemessungen durchgeführt. Die Aufnahme eines repräsentativen Härteeindrucks im kristallisierten Bereich des metallischen Glases ist in Abbildung 7.5 dargestellt.

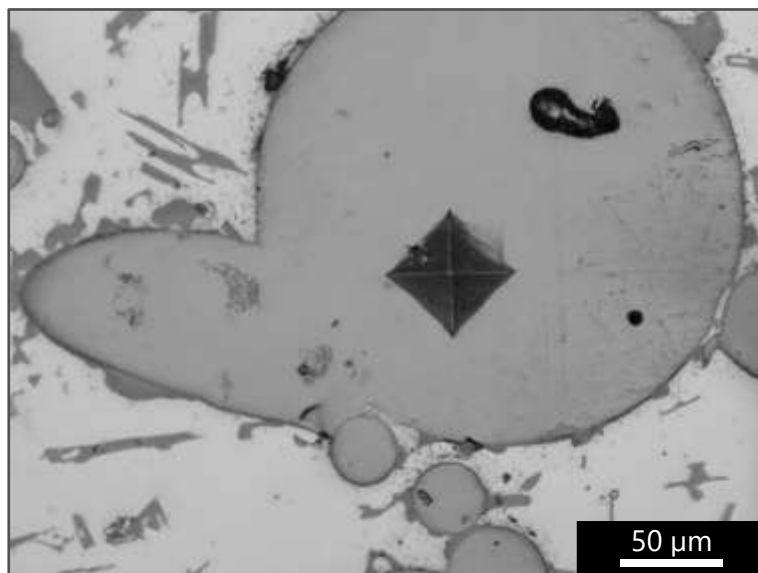


Abbildung 7.5: Lichtmikroskopische Aufnahme eines repräsentativen Härteeindrucks im kristallisierten Bereich der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform.

Erwartungsgemäß weist der kristallisierte Bereich mit einer Vickershärte von $526 \pm 116 \text{ HV}_1$ etwa eine halb so harte Struktur verglichen mit dem amorphen Bereich ($1034 \pm 4 \text{ HV}_{0,5}$) auf. Dies bestätigt die Annahme einer kristallinen Umwandlung in diesem Bereich. Die niedrigere Härte in den kristallisierten Bereichen des metallischen Glases lässt sich auf die Bildung eines bestimmten Kristallgefüges mit Gleitebenen zurückführen, die Versetzungsbewegung ermöglichen und damit eine plastische Verformung erleichtern. Dadurch verringert sich die Widerstandsfähigkeit gegen plastische Verformung im Vergleich zu den amorphen Bereichen, die keine Gitterstruktur und damit Gleitebenen aufweisen [1, 27].

Obwohl die $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform auf makroskopischer Ebene eine inhomogene Gitterstruktur aufweist, zeigt sie auf mikroskopischer Ebene in der EDX-Analyse (vgl. Abbildung 6.3 in Kapitel 6.1.2) eine überwiegend homogene Mikrostruktur ohne Anzeichen einer ausgeprägten Clusterbildung oder Phasenseparation. Bei einer höheren Auflösung der EDX-Analyse in Abbildung 7.6 zeigt sich jedoch, dass insbesondere die Elemente Nickel und Tantal eine leicht inhomogene verteilt sind. In Li et al. [171] wurde ebenfalls die Elementverteilung nach dem Laserprozess untersucht. Die Ergebnisse der Elektronenstrahlmikroanalyse (engl.: electron probe micro analysis, EPMA) zeigen, dass ein geringer Energieeintrag eine homogenere Elementverteilung begünstigt und mit steigendem Energieeintrag die Inhomogenität zunimmt. Die Voraussetzung für gute Glasbildungsfähigkeit metallischer Gläser ist unter anderem eine chemisch homogene Legierung, um Kristallisation zu vermeiden [1]. Folglich begünstigt eine inhomogene Elementverteilung, verursacht durch einen hohen Energieeintrag während des Laserprozesses, die Bildung kristalliner Bereiche. Da der Energieeintrag während des Laserprozesses der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform niedrig ist und nur ein geringer Kristallisationsanteil gemessen wurde, kann gefolgert werden, dass die inhomogene Verteilung von Nickel und Tantal keinen signifikanten Einfluss auf die Kristallisationsbildung hat. Eine weitere Möglichkeit ist, dass die inhomogene Elementverteilung erst durch den Infiltrationsprozess entstanden ist. Da die Preform bei diesem Prozess auf $660 \text{ }^\circ\text{C}$ erhitzt wurde, kann es zu Diffusionsvorgängen gekommen sein.

Außerdem wird eine Relaxation im metallischen Glas stattgefunden haben, da diese bei der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform bei circa 200°C einsetzt (vgl. Abbildung 6.6 in Kapitel 6.2.1).

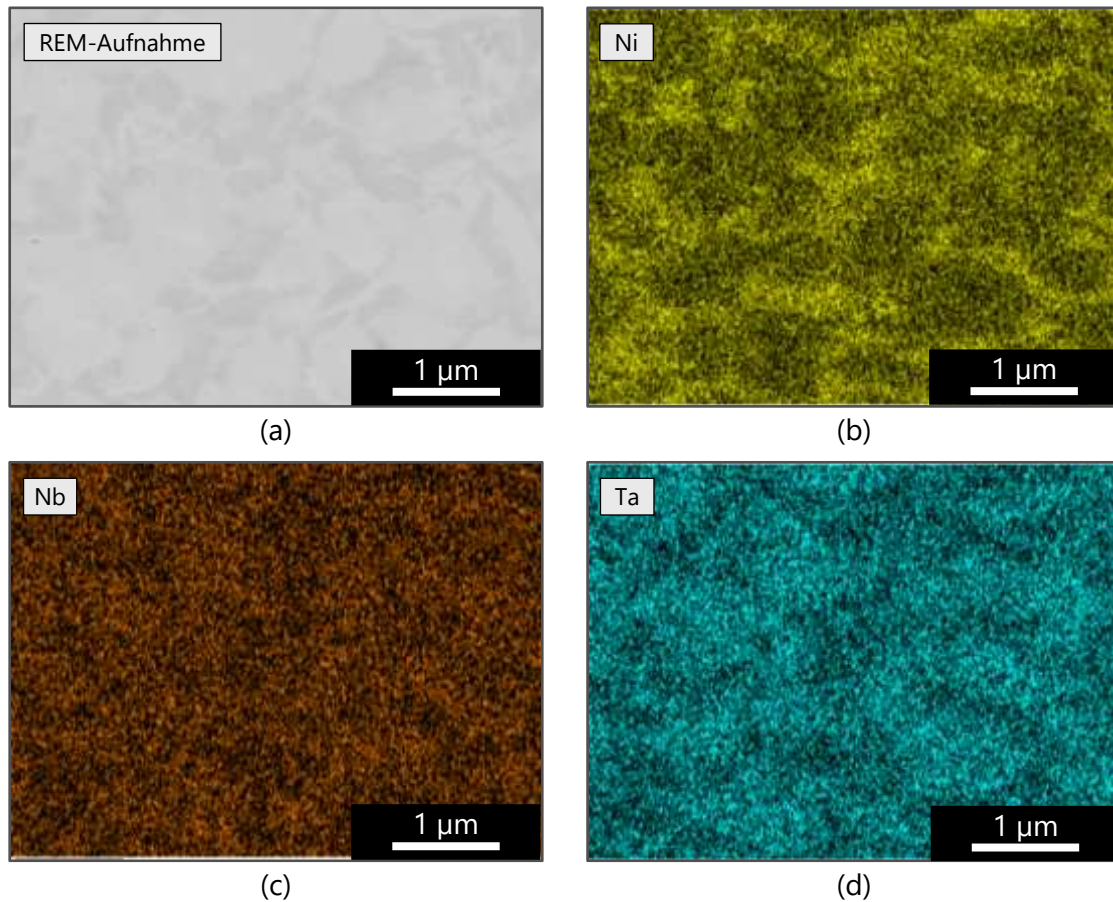


Abbildung 7.6: EDX-Analyse der (a) $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Phase innerhalb einer Verbundprobe entlang der Aufbaurichtung. Die Elemente sind dargestellt in (b) gelb – Nickel, (c) orange – Niob und (d) türkis – Tantal.

Des Weiteren zeigen die REM-Aufnahmen der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform (vgl. Abbildung 3.5 in Kapitel 3.2) und die lichtmikroskopischen Aufnahmen (vgl. Abbildung 6.1 und Abbildung 6.2 in Kapitel 6.1.2) herstellungsbedingte Defekte wie eingeschlossene Gasporen und Risse in den Gitterstreben sowie nicht aufgeschmolzene Pulverpartikel, die an den Gitterstreben fest gesintert sind. Porosität und die Bildung von Poren während dem Laserstrahlschmelzens ist ein bekanntes Problem bei der additiven Fertigung von Metallen, dem unterschiedlich wirkende Mechanismen zugrunde liegen [172]. Die sich hier gebildeten Poren weisen einheitlich eine gleichmäßige sphärische Morphologie auf. Dies lässt vermuten, dass während der Pulverherstellung im Gasverdünnungsprozess Gas in die Pulverpartikel eingeschlossen wurde [172]. Diese Vermutung wird durch die REM-

Aufnahme einer Verbundprobe in Abbildung 7.7 bestätigt. Die eingeschlossenen Gasporen sind nicht nur innerhalb der Gitterstreben (pinkfarbene Pfeile) zu beobachten, sondern auch in einzelnen Pulverpartikeln (weiße Pfeile), die an den Gitterstreben fest gesintert sind.

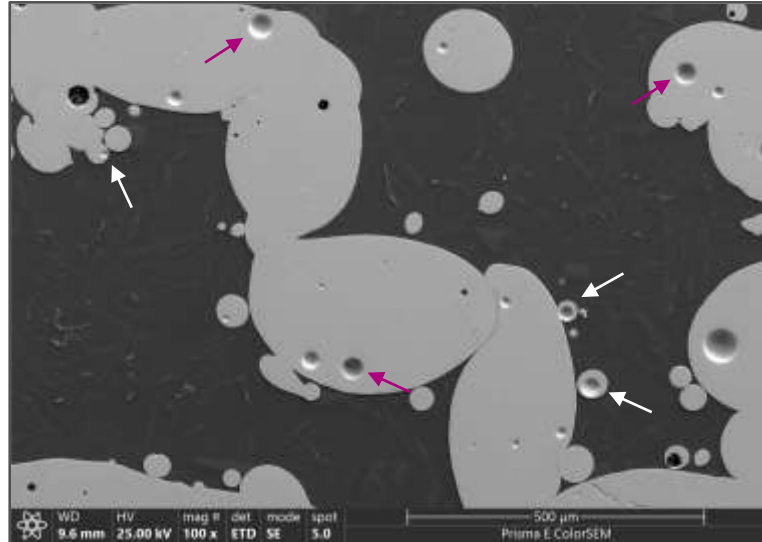


Abbildung 7.7: REM-Aufnahme einer Verbundprobe mit eingeschlossenen Gasporen in der $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$ -Preform.

Die Bildung von Rissen beim Lasersinterprozess ist ebenfalls ein bekanntes Problem. Die hohen Aufheiz- und Abkühlraten, die während des Prozesses auftreten, können zu thermisch induzierten Eigenspannungen führen und damit plastische Verformung der gefertigten Bauteile oder Delamination zwischen den einzelnen Schichten begünstigen [56]. Da metallische Gläser aufgrund ihrer amorphen Struktur quasi kein plastisches Deformationsvermögen aufweisen, führen Eigenspannungen zu Sprödbruch [43, 61, 173].

Die AlSi12-Matrix weist nach dem Infiltrationsprozess eine für die naheutektische Aluminiumgusslegierung typische homogene Struktur mit einer feinen Verteilung eutektischer Si-Lamellen in der α -Aluminiumphase auf [174]. Es haben sich einige Ausscheidungen mit Primärsilizium gebildet, die sich teilweise an den Grenzflächen zum metallischen Glas anlagern. Dies deutet darauf hin, dass das metallische Glas als Keimbildner für das Silizium wirkt. Die Keimbildung des Primärsiliziums an den Grenzflächen der Verstärkungsphase wird häufig in Verbundwerkstoffen mit AlSi-basierten Matrixlegierungen beobachtet [5]. In Studien zu AlSi10Mg-Legierungen [175, 176] wurde ebenfalls die Anlagerung von Silizium an Phasengrenzen nachgewiesen.

Darüber hinaus bestätigen die lichtmikroskopischen Aufnahmen eine gute Infiltrationsqualität der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform mit der AlSi12-Matrix. Lunker und kleine Poren sind nur sehr vereinzelt zu beobachten und somit wird deren Einfluss vernachlässigbar eingeschätzt. Selbst kleinste Bereiche zwischen den Pulverpartikeln und Risse in den Streben der Gitterstruktur sind mit Matrixmaterial gefüllt, was auf die gute Gießbarkeit der AlSi12-Legierung zurückzuführen ist [128]. Der Verbund konnte daher mit vergleichsweise niedrigen Infiltrationsdrücken hergestellt werden. Typischerweise liegen die verwendeten Drücke zwischen 1–10 MPa (10–100 bar) [177] und betragen maximal 15 MPa (150 bar) [113].

7.2.3 Grenzfläche zwischen dem metallischen Glas und der Matrix

Die Eigenschaften der Grenzfläche in MMCs sind von entscheidender Bedeutung für die makroskopischen Eigenschaften des Verbundwerkstoffes. Eine schlechte Bindung zwischen der Matrix und der Verstärkungsphase sowie Poren oder die Bildung spröder intermetallischer Phasen können die mechanischen Eigenschaften des Verbundes beeinträchtigen. Die Grenzfläche zwischen der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Legierung und der AlSi12-Matrix weist in den lichtmikroskopischen Aufnahmen (vgl. Abbildung 6.1 und Abbildung 6.2 in Kapitel 6.1.2) keine ausgeprägte Reaktionsschicht auf, die zu einer Verschlechterung der Verbundeigenschaften aufgrund von Degradation der Verstärkungsphase oder Versprödung führen könnte [5, 178]. Auch bei gesinterten Verbundwerkstoffen mit metallischen Glaspartikeln in [95, 103, 179] ist laut Literatur keine Reaktionsschicht zwischen dem metallischen Glas und dem Matrixmaterial zu erwarten. In [98, 104] zeigen metallographische Aufnahmen von schmelzmetallurgisch hergestellten Verbundwerkstoffen mit metallischem Glas als Verstärkungsphase und AlSi-basierten Matrixmaterial ebenfalls keine Reaktionsschicht.

Für nähere Untersuchungen wurden TEM-Aufnahmen des Grenzflächenbereichs angefertigt und ein EDX-Linienscan (vgl. Abbildung 6.4 in Kapitel 6.1.3) durchgeführt. Die EDX-Ergebnisse zeigen eine geringe Intensität des Siliziums in der metallischen Glasphase.

Dies konnte ebenfalls bei den EDX-Analysen im REM beobachtet werden (vgl. Abbildung 6.3 in Kapitel 6.1.2). In Sharma et al. [180] wurde für Silizium in metallischem Glas der Zusammensetzung $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{40}\text{B}_{20}$ bei einer Temperatur von 600 K ein Diffusionskoeffizient von nur $0,23 \times 10^{-22} \text{ m}^2/\text{s}$ gemessen. Somit kann davon ausgegangen werden, dass das im metallischen Glas $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ detektierte Silizium nicht auf Diffusion, sondern auf eine Fehlidentifizierung der Spektrallinien bei der EDX-Messung zurückzuführen. Da die Peaks der Si-K-Linie und der Ta-M-Linie beide bei 1,7 keV auftreten, kommt es zu einer Überlappung der Peaks und damit zu einer ungenauen Identifizierung und Quantifizierung [181].

Der EDX-Linienscan zeigt, dass sich an der Grenzfläche zum metallischen Glas ein Primärsilizium angelagert hat. Dies wurde bereits in den lichtmikroskopischen Aufnahmen beobachtet und in Kapitel 7.2.2 diskutiert. Auf der Seite der metallischen Glasphase $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ ist außerdem ein leichter Anstieg von Sauerstoff zu beobachten. Dies deutet darauf hin, dass während des Infiltrationsprozesses selbst minimal vorhandener Restsauerstoff mit den sauerstoffaffinen Elementen Nickel und Niob reagiert hat. In Lichtenberg [93] wurden metallische Glasplättchen der Legierung $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ mit AlSi12 infiltriert und anschließend der Grenzflächenbereich mittels TEM untersucht. Auch hier konnte eine Sauerstoffanreicherung im Grenzflächenbereich, angelagert an die Elemente des metallischen Glases, nachgewiesen werden. Weitere Untersuchungen aus der Literatur [121, 157] bestätigen, dass diese Reaktion zwischen Sauerstoff und Ni-Nb-basierten metallischen Gläsern bei niedrigen Temperaturen im Oberflächenbereich stattfindet. Darüber hinaus wird im Grenzflächenbereich in der EDX-Linie etwas Aluminium nachgewiesen, das von den Elementen des metallischen Glases Nickel, Niob und Ta in einem Bereich von $0,25 \mu\text{m}$ überlagert wird. Der mittlere Diffusionsweg (\bar{x}) kann mithilfe der Einstein-Smoluchowski-Beziehung nach [182] mit der Formel 7.1 abgeschätzt werden.

$$\bar{x} = \sqrt{2Dt} \quad 7.1$$

Mit den Werten aus Allison et al. [183] für den Diffusionskoeffizienten von Aluminium in Nickel ($1,25 \times 10^{-14} \text{ cm}^2/\text{s}$) und einer Haltezeit von zwei Stunden bei $660 \text{ }^\circ\text{C}$ berechnet sich ein mittlerer Diffusionsweg von $0,13 \mu\text{m}$. Somit kann davon ausgegangen werden, dass sich

während des Infiltrationsprozesses eine Interdiffusionsschicht zwischen dem metallischen Glas und der Matrix gebildet hat. Diese ist jedoch sehr dünn, was darauf hindeutet, dass das metallische Glas gegenüber einer Reaktion mit Aluminium resistent ist. Dies wird durch Untersuchungen in [97, 98] bestätigt. Auch bei Untersuchungen der Grenzfläche zwischen dem metallischen Glasplättchen ($\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$) und der AlSi12-Matrix in Lichtenberg [93] konnte eine Diffusion des Aluminiums in das metallische Glas nachgewiesen werden. Bei dem durchgeführten EDX-Linienscan überlagern sich die Elemente des metallischen Glases mit Aluminium über einen Bereich von etwa 20 nm.

Dünne Interdiffusionsschichten sorgen normalerweise für eine gute Grenzflächenanbindung und eine effiziente Lastübertragung zwischen der Verstärkungs- und der Matrixphase in einem Verbundwerkstoff [5, 94, 95]. Beim Ausdünnen der Lamelle für die TEM-Untersuchungen wurde jedoch beobachtet, dass der Grenzflächenbereich zwischen der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform und der AlSi12-Matrix sehr spröde ist und sich mit abnehmender Lamellendicke Risse entlang der Grenzfläche bildeten. Die in Abbildung 6.4 (Kapitel 6.1.3) untersuchte Grenzfläche war eine der wenigen noch intakten Bereiche, was darauf schließen lässt, dass die Grenzfläche trotz der Interdiffusionsschicht mechanisch schwach ist. Dies wird durch die an der Grenzfläche durchgeführten Härteeindrücke (vgl. Abbildung 6.16 in Kapitel 6.3.1) bestätigt. Ausgehend von den Ecken des Härteeindrucks breiten sich Risse entlang der Grenzfläche zwischen dem Metallischen Glas und der AlSi12-Matrix aus.

7.3 Diskussion der thermischen Eigenschaften

7.3.1 Diskussion der dynamischen Differenzkalorimetrie

Zur Untersuchung der thermischen Stabilität sowie möglicher Einflüsse der Verbundherstellung auf die Mikrostruktur wurden DSC-Messungen am $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-Verbund und seinen Einzelkomponenten durchgeführt. Die DSC-Ergebnisse sind in Kapitel 6.2.1 für verschiedene Temperaturbereiche dargestellt. Im ersten Temperaturbereich von 550–630 °C (vgl. Abbildung 6.5 (b) in Kapitel 6.2.1) zeigt das DSC-Signal der AlSi12-Matrix eine endotherme Reaktion bei 576,7 °C. Dies kann auf das

Aufschmelzen der AlSi12-Legierung zurückgeführt werden, da es genau in das Schmelzintervall von 570–580 °C [128] fällt. Bei dem DSC-Signal des Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀-AlSi12-Verbundes ist ebenfalls die endotherme Reaktion ab 576,5 °C zu beobachten, die das Aufschmelzen des Matrixmaterials kennzeichnet. Diese ist mit 146,5 J/g Umwandlungsenthalpie deutlich geringer als die der reinen AlSi12-Legierung mit 508 J/g. Dies ist auf den deutlich geringeren Gewichtsanteil der Matrix von 29% im Verbund zurückzuführen, was einer Umwandlungsenthalpie von 147,3 J/g entspricht. Ansonsten sind in diesem Temperaturbereich keine weiteren Veränderungen im DSC-Signal zu erkennen, die auf eine Reaktion zwischen dem metallischen Glas und der AlSi12-Matrix hindeuten.

Im zweiten Temperaturbereich von 670–750 °C (vgl. Abbildung 6.5 (c) in Kapitel 6.2.1) zeigt das DSC-Signal der Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀-Preform eine exotherme Reaktion bei 694,3 °C, was den Beginn des Kristallisationsprozesses kennzeichnet. Ein leichter Anstieg des DSC-Signals vor diesem Punkt könnte auf die endotherme Reaktion des Glasübergangs hinweisen. Wie bei den DSC-Ergebnissen in Kapitel 3.2 ist dieser Anstieg jedoch zu wenig ausgeprägt, um eine repräsentative Temperatur zu bestimmen. Beim Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀-AlSi12-Verbund kann ebenfalls kein Glasübergang detektiert werden. Das DSC-Signal fällt bereits vor Erreichen der Kristallisationstemperatur des metallischen Glases leicht ab, was auf eine Reaktion zwischen der Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀-Legierung und der AlSi12-Matrix hindeuten könnte. Die Kristallisation des metallischen Glases kann jedoch eindeutig bei 691,9 °C in der Verbundprobe nachgewiesen werden. Der erste exotherme Peak des Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀-AlSi12-Verbundes liegt bei 712,0 °C und somit im gleichen Bereich wie die Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀-Preform. In Kapitel 3.2 wurde der zweite exotherme Peak der Preform bei 746,1 °C gemessen, dieser Peak ist in Abbildung 6.5 (c) in Kapitel 6.2.1 aufgrund der Skalierung kaum erkennbar. Jedoch weist der Verbund im dritten Temperaturbereich von 750–900 °C (vgl. Abbildung 6.5 (d) in Kapitel 6.2.1) beginnend bei 762,7 °C eine ausgeprägte und mehrstufige exotherme Reaktion mit einem ausgeprägten Peak bei 777,7 °C auf. Dies könnte auf eine Verschiebung des zweiten Peaks der Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀-Preform durch die Reaktion mit der AlSi12-Matrix zu höheren Temperaturen hindeuten. Vor allem da die Bildung einer Ni₃Nb-Phase ebenfalls durch XRD-Messungen an vollständig kristallisiertem Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀-Pulver

(vgl. Abbildung 7.1 in Kapitel 7.1.1) nachgewiesen werden konnte. In Yu et al. [13] konnte ebenfalls nachgewiesen werden, dass die Kristallisationstemperatur der metallischen Glaslegierung $\text{Ni}_{70}\text{Nb}_{30}$ durch die Weiterverarbeitung zu einem MMC mit Aluminium herabgesetzt wurde, da sich an der Grenzfläche eine Interdiffusionsschicht gebildet hat. Im Rahmen dieser Arbeit durchgeführte Untersuchungen der Grenzfläche zwischen der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Legierung und AlSi12-Matrix zeigen ebenfalls, dass sich eine $0,25\ \mu\text{m}$ starke Interdiffusionsschicht gebildet hat. Diese könnte Grund für das leicht abfallende DSC-Signal vor dem Erreichen der Kristallisationstemperatur sowie die etwas niedrigere Kristallisationstemperatur des metallischen Glases im Verbund gegenüber der reinen Preform sein. Durch die Interdiffusionsschicht könnte es sein, dass ausgehend von der Grenzfläche die Randbereiche der Preform früher beginnen zu kristallisieren.

Die mehrstufige Reaktion im Temperaturbereich von $750\text{--}900\ \text{°C}$ könnte darauf hindeuten, dass die Reaktionsgeschwindigkeit sehr niedrig ist und das metallische Glas einen hohen Widerstand gegen die Reaktion mit der Aluminiummatrix aufweist. Dies konnte ebenfalls in [93, 97] beobachtet werden und wird durch den in Kapitel 7.2.3 berechneten geringen mittleren Diffusionsweg von $0,13\ \mu\text{m}$ (Aluminium in Nickel) bestätigt.

7.3.2 Thermische Ausdehnung und thermischer Ausdehnungskoeffizient

Zur Untersuchung der thermischen Ausdehnung und zur Bestimmung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten wurden Dilatometermessungen an der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform, der AlSi12-Matrix sowie dem infiltrierten Verbund durchgeführt. Um herstellungsbedingte Anisotropie zu identifizieren, wurden die Preform und der Verbund sowohl in als auch quer zur Aufbaurichtung untersucht. Die Ergebnisse sind in Kapitel 6.2.2 detailliert dargestellt. Wie erwartet weisen das metallische Glas und die Matrix ein sehr unterschiedliches temperaturabhängiges Ausdehnungsverhalten auf. Die thermische Ausdehnung der unverstärkten AlSi12-Matrix zeigt im ersten Aufheizvorgang einen deutlichen nichtlinearen Anstieg bei $250\ \text{°C}$, während sie in den weiteren Temperaturzyklen einen linearen Verlauf mit einer maximalen thermischen Ausdehnung von $1,13 \pm 0,10\ \%$ bei $500\ \text{°C}$ aufweist (vgl.

Abbildung 6.8(a) in Kapitel 6.2.2). Der nichtlineare Anstieg äußert sich außerdem durch einen Peak im CTE-Verlauf zwischen 200-300°C während des ersten Aufheizvorgangs, der in Abbildung 7.8 an einer repräsentativen AlSi12-Probe dargestellt ist. In Roy et al. [184] und Lichtenberg et al. [185] wird für die AlSi12-Legierung ebenfalls eine thermische Dehnung von 1,1% bzw. 1,13% bei 500°C gemessen. Allerdings verbleibt in [184] nach dem ersten Temperaturzyklus eine negative Dehnung von 0,2%, die mit jedem weiteren Zyklus etwas abnimmt und es ist weder in [184] noch in [185] ein Peak im CTE bei 250°C im ersten Aufheizvorgang zu beobachten. Somit stimmen die Verläufe der thermischen Ausdehnung nicht mit denen der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten AlSi12-Legierung überein.

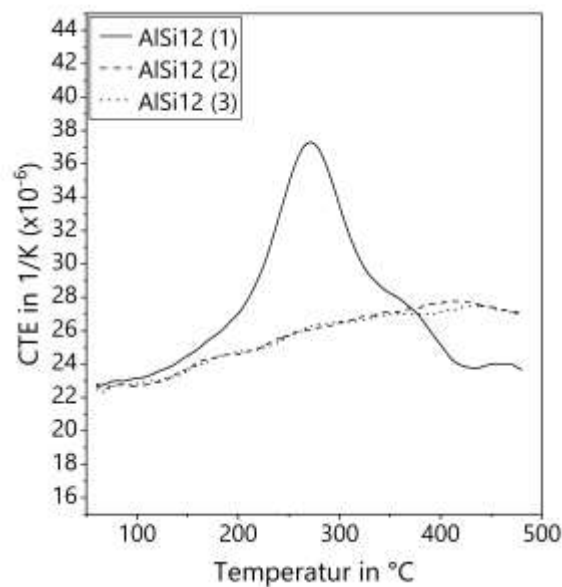


Abbildung 7.8: CTE-Verlauf für alle drei Aufheizvorgänge einer repräsentativen AlSi12-Probe.

Bei thermischen Untersuchungen an einer AlSi7Mg-Legierung in Huber et al. [186] konnte jedoch ebenfalls ein CTE-Peak zwischen 200–350°C im ersten Aufheizvorgang ähnlich der hier untersuchten AlSi12-Matrix nachgewiesen werden. Die Autoren erklären den CTE-Peak mit der Bildung von Si-Ausscheidungen aus der übersättigten Al-Matrix nach einer zuvor durchgeführten T4-Wärmebehandlung [187]. Bei den nachfolgenden Temperaturzyklen tritt dieser Effekt nicht mehr auf, da die Aufheiz- und Abkühlraten zu gering sind, um eine erneute Übersättigung zu erzeugen. Darüber hinaus wurde von Huber [188] auch eine AlSi7-Legierung untersucht und nachgewiesen, dass diese den gleichen Peak aufweist.

Somit hat der geringe Anteil Magnesium keinen Einfluss auf das thermische Ausdehnungsverhalten der AlSi7Mg-Legierung. Die hier untersuchte AlSi12-Legierung wurde keiner vorherigen Wärmebehandlung unterzogen, jedoch können sich generell beim Abkühlprozess der flüssigen Legierung bis zur Erstarrung bei der eutektischen Temperatur Ausscheidungen bilden. Durch die Ausscheidungen können Eigenspannungen entstehen, die im ersten Aufheizvorgang abgebaut werden und somit zu dem CTE-Peak führen [189–191]. Reinaluminium hingegen bildet keine Ausscheidungen und weist daher keinen Peak in der CTE-Kurve beim ersten Aufheizvorgang auf [186, 192]. Generell hat reines Aluminium einen höheren thermischen Ausdehnungskoeffizienten als Al-Si-Legierungen, da dieser durch das Si verringert wird [186]. Im zweiten und dritten Aufheizvorgang steigt der CTE der AlSi12-Legierung von $(22,03 \pm 0,67) \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ auf ein Maximum von $(27,09 \pm 0,52) \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ bei 435 °C an, um danach wieder auf einen Wert von $(26,56 \pm 0,55) \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ abzufallen. Bei genauerer Betrachtung des Verlaufes ist jedoch bereits ab 300 °C eine Abnahme der Steigung zu erkennen. Dies korrespondiert mit den Ergebnissen aus [184, 185]. In Lichtenberg et al. [185] wird der Abfall auf die zunehmende Löslichkeit von Si im Al-Gitter mit steigender Temperatur (250 °C: 0,05 Gew.-%, 500 °C: 0,8 Gew.-%) zurückgeführt [186, 193, 194]. Bei erneuter Abkühlung, beginnend ab etwa 400 °C, scheiden sich die zuvor gelösten Siliziumatome wieder aus [186]. Dieser Prozess ist reversibel, sofern die Temperaturänderungen langsam genug sind und sich das System in der Nähe des thermodynamischen Gleichgewichts befindet [186]. Dieses Verhalten ist charakteristisch für Al-Si-Legierungen und wurde in der Literatur bereits ausführlich diskutiert [186, 193].

Die $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform weist im Vergleich zur AlSi12-Matrix eine deutlich geringere maximale thermische Ausdehnung von $0,43 \pm 0,01\%$ entlang der Aufbaurichtung und $0,45 \pm 0,01\%$ quer zur Aufbaurichtung bei 500 °C auf (vgl. Abbildung 6.8 (b) in Kapitel 6.2.2). Während die Ergebnisse der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}-0^\circ$ einen linearen Verlauf über alle Temperaturzyklen zeigen, verbleibt bei den Ergebnissen der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}-90^\circ$ eine negative thermische Ausdehnung von $-0,08 \pm 0,02\%$ bei 20 °C nach dem ersten Aufheizvorgang, die über die restlichen Temperaturzyklen anhält. Dies könnte auf strukturelle Relaxation und auf Änderungen des freien Volumens im metallischen Glas

zurückgeführt werden [168, 169]. Durch DSC-Messungen an der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform konnte nachgewiesen werden, dass ab circa 200°C während des ersten Aufheizvorgangs eine Relaxation im Material auftritt (vgl. Abbildung 6.6 in Kapitel 6.2.1), womit diese Annahme bestätigt werden könnte. Kosiba et al. [168] konnten nachweisen, dass die Prozessparameter bei der Herstellung mittels LPBF einen signifikanten Einfluss auf das freie Volumen und die Relaxation des metallischen Glases $\text{Zr}_{52,5}\text{Cu}_{17,9}\text{Ni}_{14,6}\text{Al}_{10}\text{Ti}_5$ haben. Die Kombination aus Scangeschwindigkeit und Laserleistung beeinflusst die Abkühlgeschwindigkeit und damit das eingeschlossene freie Volumen. Bei niedrigen Scangeschwindigkeiten ($0,7\text{--}0,8\text{ m/s}$) und höherer Laserleistung ($110\text{--}120\text{ W}$) wird weniger freies Volumen eingeschlossen als umgekehrt bei der Kombination von hohen Scangeschwindigkeiten ($1,0\text{--}1,1\text{ m/s}$) und niedriger Laserleistung (90 W). Darüber hinaus wurde anhand von DSC-Messungen festgestellt, dass die Relaxationsenthalpie in dem durch LPBF hergestellten Material höher ist als in herkömmlich gegossenen Proben was auf höhere innere Spannungen durch die additive Fertigung hindeutet. Bei der im Rahmen dieser Arbeit hergestellten $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform wurde hohe Scangeschwindigkeit von 1 m/s und hohe Laserleistung von 200 W verwendet. Es ist daher davon auszugehen, dass viel freies Volumen eingeschlossen wurde und dass durch den hohen Temperaturgradienten innere Spannungen entstanden sind. Beim Wiedererwärmen der Preform auf eine Temperatur unterhalb der Glasübergangstemperatur werden die inneren Spannungen und das freie Volumen durch Relaxation abgebaut. Strukturelle Relaxation kann entweder durch Änderungen der sogenannten chemischen Nahordnung (engl.: chemical short-range order, CSRO) oder der topologischen Nahordnung (engl.: topological short-range order, TSRO) auftreten. CSRO bezeichnet die reversible Umordnung einzelner Atome und somit Änderungen der lokalen chemischen Zusammensetzung. TSRO hingegen ist ein irreversibler Prozess, bei dem ganze Atomgruppen umgeordnet werden. Dies bedeutet, dass der Prozess der strukturellen Relaxation mit einer Umverteilung und Verringerung des überschüssigen abgeschreckten freien Volumens verbunden ist [1, 68]. Dies führt insgesamt zu einer Verringerung des Probenvolumens und könnte somit die verbleibende negative thermische Ausdehnung der Preform $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-}90^\circ$ erklären. Der

Grund dafür, dass die Preform $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}-0^\circ$ dies nicht zeigt, könnte in der herstellungsbedingten anisotropen Struktur der Preform liegen.

Die CTE-Ergebnisse der metallischen Glas Preform (vgl. Abbildung 6.11 in Kapitel 6.2.2) zeigen über den gesamten Temperaturbereich einen nahezu konstanten Wert von circa $9,50 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ ($\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}-0^\circ$) bzw. circa $11,0 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ ($\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}-90^\circ$) in und quer zur Aufbaurichtung. Damit weisen sie ein für metallische Gläser typischen linearen Verlauf auf [69, 70]. Nach Kato et al. [69] kann mit der ermittelten Glasübergangstemperatur der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform ($T_{g,\text{Pulver}} = 937,85 \text{K}$) der thermische Ausdehnungskoeffizient mit der Formel 2.6 aus Kapitel 2.1.3.1 auf $8,96 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ abgeschätzt werden. Dieser theoretische Wert stimmt mit dem experimentell ermittelten Wert entlang der Aufbaurichtung mit einer prozentualen Abweichung von 6% gut überein. Dagegen weicht der experimentelle Wert quer zur Aufbaurichtung mit 23% deutlich stärker vom theoretischen Wert ab. Diese Abweichung sowie die leichte Anisotropie zwischen den beiden Richtungen ist vermutlich auf die anisotrope Struktur der Preform zurückzuführen, da die Ausdehnung metallischer Gläser aufgrund ihrer amorphen Struktur grundsätzlich isotrop ist. Insgesamt liegen die gemessenen Werte der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform im unteren Bereich der für metallische Gläser typischen Werte, die im Bereich von 10 bis $25 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ gemessen wurden [1, 69]. Bei dem Vergleich muss jedoch berücksichtigt werden, dass diese Werte für BMGs gelten und nicht für offene Gitterstrukturen wie es bei der hier untersuchten $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform der Fall ist. Ein weiterer Grund könnten die thermischen Ausdehnungskoeffizienten der einzelnen Legierungselemente sein. Während der Wert des Ausdehnungskoeffizienten für Nickel bei $12,5 - 13,5 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ [155] liegt, sind die Werte für Niob mit $7,0 - 7,1 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ [155] und für Tantal mit $6,4 - 6,6 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ [155] deutlich niedriger und könnten somit auch den Ausdehnungskoeffizienten reduzieren. Es ist jedoch zu berücksichtigen, dass die CTE-Werte für Legierungen im Glaszustand in der Regel höher sind als für die gleiche Legierungszusammensetzung im kristallinen Zustand [1]. Die in der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform nachgewiesene Nanokristallisation könnte daher ebenfalls einen geringen Einfluss auf die thermische Ausdehnung haben.

MMCs mit Komponenten, deren thermische Ausdehnungskoeffizienten stark voneinander abweichen, weisen nach der Verbundherstellung thermische Eigenspannungen insbesondere im Bereich der Grenzflächen auf [116]. Diese sind im Allgemeinen als Druckspannungen in der Verstärkungsphase und als Zugspannungen in der Matrix zu erwarten, wenn der CTE des Matrixmaterials höher ist als der der Verstärkungsphase [186, 195, 196]. Da die AlSi12-Matrix einen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von 22 bis $27 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ und die $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform von 9,50 bzw. $11,0 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ besitzen, ist davon auszugehen, dass bei dem Infiltrationsprozess und der anschließenden Erstarrung ebenfalls Eigenspannungen innerhalb des Verbundes entstanden sind. Die Anisotropie in der Preform in und quer zu Aufbaurichtung spiegelt sich ebenfalls in den Ergebnissen des Verbundes wider. Dieser besitzt bei 500 °C eine thermische Ausdehnung von $0,65 \pm 0,03 \%$ entlang der Aufbaurichtung der ($\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-0°) und $1,02 \pm 0,03 \%$ quer ($\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-90°) dazu (vgl. Abbildung 6.8 in Kapitel 6.2.2). Auffällig ist, dass die thermische Ausdehnung des Verbundes in Aufbaurichtung einen ähnlichen linearen Verlauf sowie eine ähnliche maximale thermische Ausdehnung wie die Preform (0,43%) aufweist. Dahingegen zeigt der Verbund quer zur Aufbaurichtung einen ähnlichen Verlauf sowie ähnliche maximale thermische Ausdehnung wie die unverstärkte AlSi12-Matrix (1,13%) auf. Der Verbund $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-90° besitzt ebenfalls einen nichtlinearen Anstieg im ersten Aufheizzyklus bei 250 °C wie die AlSi12-Matrix und zudem eine verbleibende positive thermische Ausdehnung nach dem Abkühlvorgang. Dies könnte ein Zeichen dafür sein, dass die Ausdehnung des Verbundes in 0°-Richtung von den Eigenschaften des metallischen Glases dominiert wird, während in 90°-Richtung die AlSi12-Matrix dominiert. Diese Annahme spiegelt sich ebenfalls in den CTE-Verläufen des Verbundes wider. Während der Verbund quer zur Aufbaurichtung $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-90° einen ähnlichen Verlauf wie die AlSi12-Matrix aufweist nur bei niedrigeren CTE-Werten, nimmt der CTE des Verbundes in Aufbaurichtung linear ab und nähert sich mit $(11,18 \pm 0,94) \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ bei 480 °C den Werten der Preform an.

In Lichtenberg et al. [185] wurden Metallmatrixverbunde mit metallischen Glasplättchen aus $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ als Verstärkungsphase (37,6%) und AlSi12 als Matrix hinsichtlich ihrer thermischen Ausdehnung von Raumtemperatur bis 500 °C untersucht. Die Ergebnisse

zeigen mit einer Ausdehnung von 0,5 % entlang und 1,21 % quer zur Plättchenorientierung ebenfalls ein anisotropes Verhalten und sind in einem ähnlichen Bereich wie die der in dieser Arbeit untersuchten Verbunde. Insbesondere unter Berücksichtigung, dass es sich bei dem in [185] untersuchten Material um einen partikelverstärkten Verbund anstatt einen Durchdringungsverbund handelt. Ein vergleichbares anisotropes Verhalten zeigt sich auch in den CTE-Ergebnissen. Der CTE entlang der Plättchenorientierung ist über den gesamten Temperaturbereich linear und sinkt geringfügig von 14 auf $13 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, was dem Verhalten des Verbundes $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-0}^\circ$ entspricht. Im Gegensatz dazu zeigt der CTE quer zur Plättchenorientierung einen Verlauf, der der AlSi12 -Matrix und somit dem hier untersuchten Verbund $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-90}^\circ$ ähnelt. Die CTE-Werte in [185] liegen in einem Bereich von 15 bis $31 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ und damit deutlich höher als bei $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-90}^\circ$ Verbund. Der Grund dafür ist, dass die zusammenhängende Gitterstruktur des metallischen Glases einen größeren Einfluss auf das thermische Ausdehnungsverhalten hat, als dies bei einzelnen Plättchen der Fall ist.

Insgesamt lässt sich feststellen, dass in [185] ebenfalls das thermische Ausdehnungsverhalten zum einem durch das metallische Glas und zum anderen durch die Matrix bestimmt wird. Die Autoren erklären dieses Verhalten mit dem in Abbildung 7.9 dargestellten Modell. Dies lässt sich auf den hier untersuchten Durchdringungsverbund übertragen mit der Annahme, dass die Prüfrichtung senkrecht zur Plättchenorientierung dem Verbund $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-90}^\circ$ und entlang der Plättchenorientierung dem Verbund $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-0}^\circ$ entspricht. In Abbildung 7.9(a) wird ein Volumenelement der unverstärkten Matrix dargestellt, das sich isotrop mit steigender Temperatur ausdehnt. Im Vergleich dazu zeigt Abbildung 7.9(b) ein entsprechendes Matrixvolumenelement im Verbund. In diesem Fall wird die Ausdehnung der Matrix durch den geringen thermischen Ausdehnungskoeffizienten des metallischen Glases und durch die iso-Dehnung an der Grenzfläche behindert. Die Dehnungsbehinderung der Matrix entlang der Plättchenorientierung führt zu einer übermäßigen Ausdehnung senkrecht dazu [197]. Dadurch ist die thermische Ausdehnung des Verbundes senkrecht zur Plättchenorientierung bzw. hier quer zur Aufbaurichtung der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform höher als entlang dazu und wird primär durch das Verhalten der AlSi12 -Matrix gesteuert.

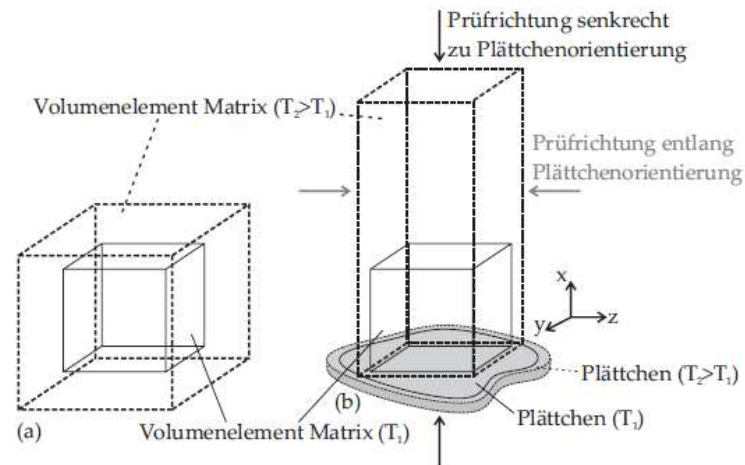


Abbildung 7.9: Modell für (a) das isotrope, thermische Ausdehnungsverhalten der unverstärkten Matrix und (b) das anisotrope, thermische Ausdehnungsverhalten des Verbundes aus [93, 185].

Dieser Effekt wird durch die plastische Verformung der Matrix mit steigender Temperatur verstärkt. Entlang der Plättchenorientierung bzw. in Aufbaurichtung der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform wird das thermische Ausdehnungsverhalten durch das metallische Glas dominiert und ist dementsprechend weniger ausgeprägt. Voraussetzung dafür ist jedoch, dass die Verstärkungsphase ausreichend kriechbeständig ist und elastisch bleibt, während alle plastischen Verformungen und zeitabhängigen Relaxationen in der Matrix stattfinden [198]. Studien zu Verbunden mit interpenetrierender Keramikverstärkung zeigen ebenfalls, dass der thermische Ausdehnungskoeffizient des Verbundes sich bei ausgeprägter Dehnungsbehinderung dem der Verstärkungsphase annähert [186].

Im Folgenden werden die experimentell ermittelten CTE-Werte des Verbundes mit thermo-mechanischen Modellen in Abhängigkeit vom Verstärkungsvolumengehalt verglichen. Für die Modellierung der thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Metallmatrixverbunden stehen verschiedene Ansätze zur Verfügung, darunter das Modell nach Schapery [114], Turner [115], Kerner [117], Wakashima [118] sowie die lineare Mischungsregel (engl.: Rule of Mixtures, ROM) [113]. Diese Modelle sind in Kapitel 2.2.3.2 ausführlich beschrieben. Da die Modelle nur im elastischen Bereich gültig sind [197], wurde der thermische Ausdehnungskoeffizient des Verbundes in und quer zur Aufbaurichtung für den Temperaturbereich von 20–100 °C berechnet, da in diesem Bereich keine plastischen Verformungen zu erwarten sind. Als Eingangsdaten für die Modelle wurden die

experimentell ermittelten Ausdehnungskoeffizienten der unverstärkten AlSi12-Matrix, sowie die der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform in und quer zur Aufbaurichtung ebenfalls im Temperaturbereich 20–100 °C verwendet. Wie bei der Auswertung der CTE-Werte über den gesamten Temperaturbereich wurde auch hier der erste Temperaturzyklus nicht berücksichtigt, um fertigungsbedingte Einflüsse auszuschließen. Des Weiteren ist keine makroskopische Veränderung der thermischen Eigenschaften zu beobachten, was darauf hindeutet, dass keine signifikante Schädigung des Verbundes bzw. des metallischen Glases durch die thermische Beanspruchung auftritt. Darüber hinaus wird die Temperaturabhängigkeit des Elastizitäts-, Schub- und Kompressionsmoduls nicht berücksichtigt. Wie bereits beschrieben, wurde für die Berechnung der Modelle zwischen 20–100 °C zum einen der thermische Ausdehnungskoeffizient der Preform $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -0° mit $9,15 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, sowie der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -90° mit $10,98 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ verwendet.

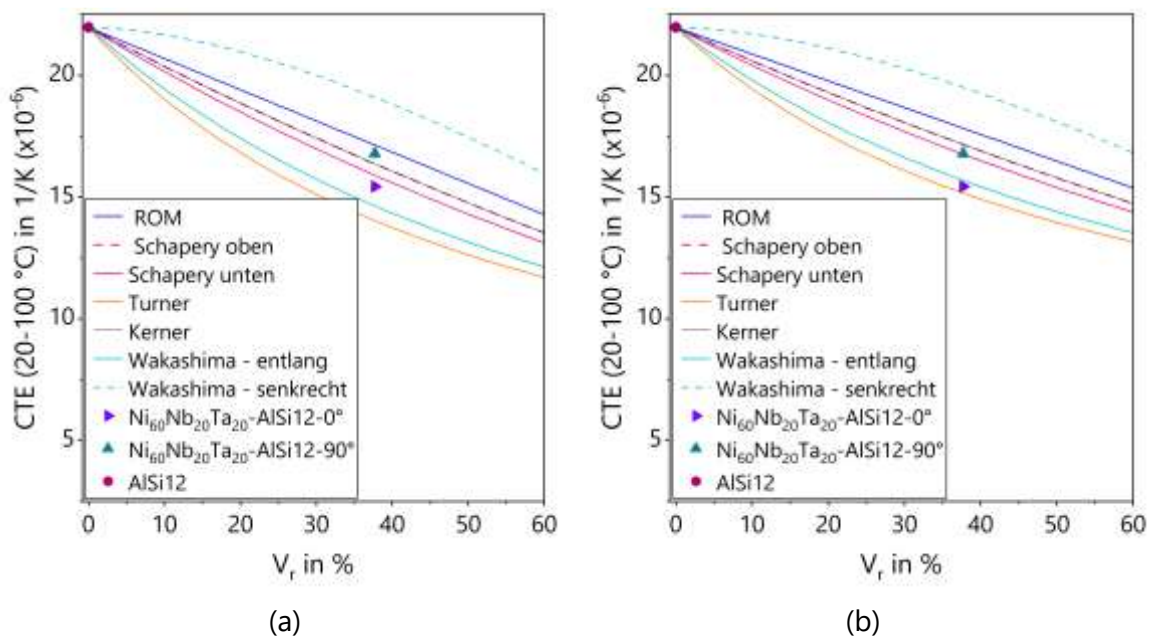


Abbildung 7.10: Abgleich der experimentell ermittelten CTE-Werten des Verbundes mit thermo-mechanischen Modellen im Temperaturbereich von 20–100 °C. Die Modelle wurden mit dem CTE-Wert der (a) Preform-0° und (b) Preform-90° berechnet.

Dies dient dazu, das anisotrope Verhalten der Preform, welches sich auch in den Verbunden widerspiegelt, beim Vergleich mit den Modellen besser zu berücksichtigen. In Abbildung 7.10 (a) sind die Modelle mit dem CTE-Wert von $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -0° dargestellt und es ist erkennbar, dass der Verbund $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-0° etwas unterhalb der unteren

Grenze des Schapery-Modells liegt, während der Verbund $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-90}^\circ$ zwischen der oberen Grenze des Schapery-Modells bzw. des Kerner-Modells und der linearen Mischungsregel liegt. Werden die Modelle mit dem CTE-Wert der Preform $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-90}^\circ$, wie in Abbildung 7.10 (b) dargestellt, so liegt der Verbund $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-90}^\circ$ genau auf der unteren Grenze des Schapery-Modells und der Verbund $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-0}^\circ$ noch tiefer bei den Modellen nach Turner und Wakashima. Da die obere Grenze des Modells nach Schapery Verbunde mit isolierter Verstärkungsphase wie beispielsweise Partikel berücksichtigt, repräsentiert die untere Grenze den thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Durchdringungsverbunden [186]. Wenn also die anisotrope Ausdehnung der Preform bei der Berechnung der Modelle berücksichtigt wird, werden die Verbunde am besten durch das Schapery-Modell abgebildet.

7.3.3 Schädigung durch thermische Beanspruchung

Um eine unerwünschte Oxidation des metallischen Glases während der Bestimmung der thermischen Ausdehnung zu vermeiden, wurde versucht, den Restsauerstoff in der Prüfkammer des Dilatometers durch Schutzgasspülen zu minimieren. Die Messungen wurden ebenfalls mit Argon als Schutzgas durchgeführt. Trotzdem weisen die Proben der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform nach der Entnahme sichtbare Verfärbungen an der Oberfläche auf, wie es in Abbildung 7.11 (a) zu sehen ist. Vermutlich handelt es sich dabei um eine Oxidation des Nickels und Niobs mit Restsauerstoff, der in den Poren der Probe und dem Dilatometer verblieben ist. Um festzustellen, ob eine Kristallisation des metallischen Glases stattgefunden hat, wurde nach dem Versuch eine XRD-Messung durchgeführt. Das Ergebnis ist in Abbildung 7.11 (b) im Vergleich zum XRD-Diffraktogramm einer Probe vor den Versuchen dargestellt. Es ist zu erkennen, dass sich keine neuen kristallinen Peaks gebildet haben, was eine Kristallisation ausschließt, und die Vermutung bestätigt, dass sich lediglich eine leichte Oxidationsschicht auf der Oberfläche der Probe gebildet hat, aber im Inneren immer noch amorph ist.

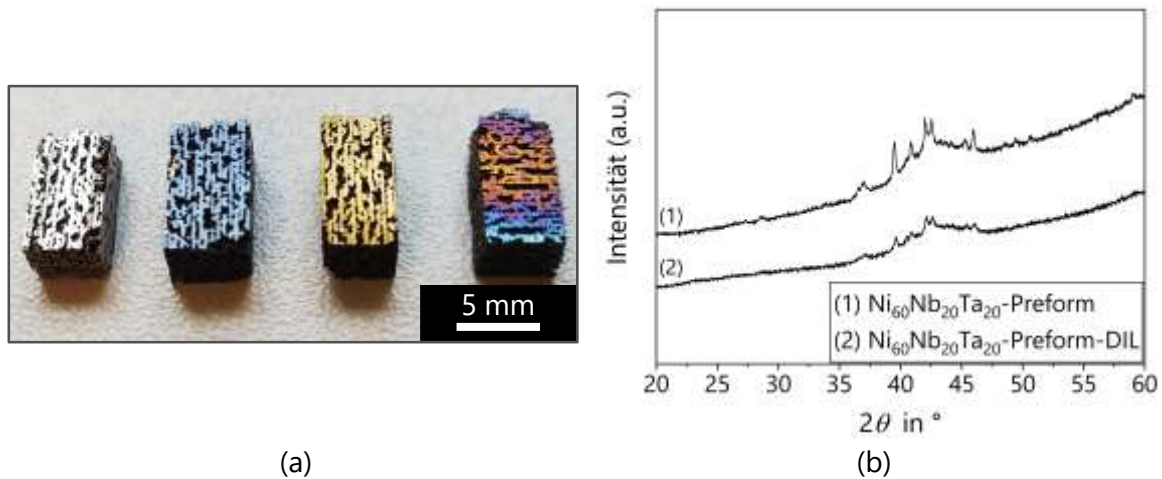


Abbildung 7.11: (a) Proben der $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$ -Preform nach Messung der thermischen Ausdehnung (v.l.nr. $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}-0^\circ$ (vor der Messung), $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}-0^\circ$, $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}-0^\circ$, $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}-90^\circ$) [Belli2021]. (b) XRD-Diffraktogramm der $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$ -Preform (1) vor und (2) nach den Messungen der thermischen Ausdehnung.

Song et al. [121] untersuchten das Oxidationsverhalten der amorphen $Ni_{65}Nb_{35}$ -Legierungen und konnten eine temperaturabhängige Segregation der Elemente Nickel und Niob an der Oberfläche nachweisen. Bei niedrigen Temperaturen ($< 100^\circ C$) migriert Nb aufgrund seiner hohen Sauerstoffaffinität an die Oberfläche und bildet eine Nb_2O_5 -Oxidationsschicht. Bei höheren Temperaturen ($> 250^\circ C$) diffundiert der Sauerstoff in das metallische Glas hinein und oxidiert mit dem Nb bevor es die Oberfläche erreicht. Das überschüssige Ni bildet daraufhin eine NiO-Schicht an der Oberfläche. Dieses Oxidationsverhalten bei höheren Temperaturen wurde ebenfalls von Gallino et al. [157] an einer amorphen $Nb_{35}Ni_{60}Sn_{5}$ -Legierung untersucht. Die Bildung der mehrlagigen Oxidstruktur mit einer äußeren NiO- und inneren Nb_2O_5 -Schicht wird anhand der in Abbildung 7.12 dargestellten Schritten erklärt: (1) NiO und Nb_2O_5 diffundieren an die Oberfläche; (2) Ni^{2+} -Ionen diffundieren dabei schneller in NiO als Nb^{5+} -Ionen in Nb_2O_5 , was zur Umschließung des Nb_2O_5 führt; (3) Nb reduziert NiO an der gemeinsamen Grenzfläche; (4) die Wachstumsrate der Oxidschichten wird durch die Diffusion von Sauerstoff in NiO und Nb_2O_5 bestimmt.

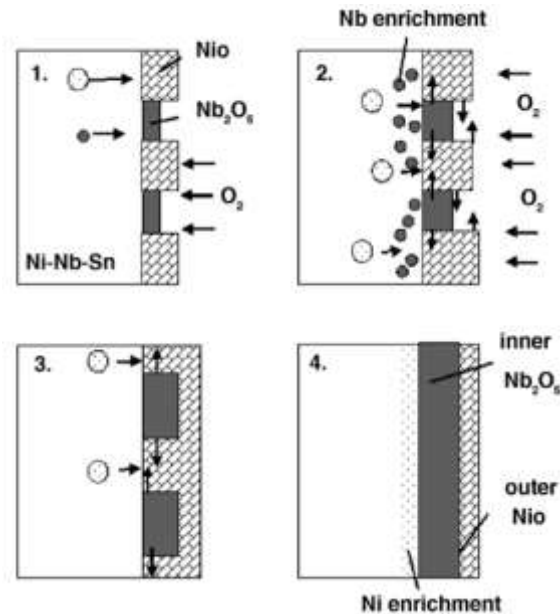


Abbildung 7.12: Schematische Darstellung der Oxidation der binären Ni-Nb-Legierung.

Bereits eine geringe Differenz in der Sauerstoffkonzentration zieht dabei einen Unterschied in der Stärke der Oxidschicht nach sich. Die auffallend unterschiedliche Verfärbung (vgl. Abbildung 7.11 (a)) ist dabei eine Folge von Interferenzmustern, welche durch die Dicke der Oxidschicht bestimmt wird. Die Proben der Preform in 90° -Richtung weisen eine zweifarbige, im mittleren Teil kupferfarbene, am Ende der Probe bläuliche Färbung auf, während die Proben in 0° -Richtung sich entweder messingfarben oder blau-grau bis silbern färbten.

Die Oxidationsschicht auf der Oberfläche des metallischen Glases ist ebenfalls in den REM-Aufnahmen des Verbundes zu erkennen (vgl. Abbildung 6.12 und Abbildung 6.13 in Kapitel 6.2.3). Diese Schicht hat sich teils flächig an der Oberfläche, an der Grenzfläche zur AlSi12-Matrix sowie an schichtartigen Grenzflächen im metallischen Glas, die während des laserbasierten Herstellungsprozesses entstanden sind, angelagert. Auch in den kristallinen Bereichen im metallischen Glas lagert sich die Schicht an das charakteristische nadelförmige Gefüge an. Dies deutet darauf hin, dass auch zu Beginn der Dilatometermessungen an den Verbunden Restsauerstoff in der Prüfkammer vorhanden war. Die ungleichmäßige Verteilung der oxidierten Bereiche auf der Probenoberfläche könnte eine inhomogene Sauerstoffverteilung durch den Schutzgasstrom oder auf leichte

Phasenseparationen innerhalb des metallischen Glases während der laserbasierten Herstellung zurückzuführen sein, was zu oxidationsanfälligeren Bereichen führt. Die TEM-Untersuchungen der Grenzfläche zwischen dem metallischen Glas und der AlSi12-Matrix (vgl. Kapitel 6.1.3) zeigen, dass während des Infiltrationsprozesses Restsauerstoff mit dem sauerstoffaffinen Elementen Nickel und Niob reagiert hat, was diese Bereiche bei thermischen Untersuchungen erneut anfällig für Oxidation macht. Ähnliche kleine, weiße Partikel entstanden in den Untersuchungen der amorphen Ni₆₅Nb₃₅-Legierungen in [121] bei höheren Temperaturen ab 400 °C und einer Haltezeit von 30 Minuten. Die genaue Zusammensetzung der Partikel konnte nicht ermittelt werden, jedoch wird davon ausgegangen, dass es sich um an der Oberfläche segregiertes Ni und NiO handelt. Neben der Oxidationsschicht wurden Risse innerhalb des metallischen Glases nach den Messungen der thermischen Ausdehnung detektiert (vgl. Abbildung 6.13 in Kapitel 6.2.3). Da die Kurven der thermischen Dehnung aller Temperaturzyklen aufeinanderliegen (vgl. Abbildung 6.8 in Kapitel 6.2.2), ist davon auszugehen, dass die Risse bereits vor den Untersuchungen vorhanden waren und sich lediglich etwas vergrößert haben. Jedoch nicht in dem Maße, als dass es sich in den Ergebnissen der Messungen widerspiegelt.

Die REM-Untersuchungen der Verbunde nach den Versuchen zeigen, dass durch die zyklische thermische Beanspruchung plastische Deformation in der AlSi12-Matrix ausgelöst wurde (vgl. Abbildung 6.12 und Abbildung 6.13 in Kapitel 6.2.3). Dieser Effekt tritt zum einem entlang der Grenzfläche zu der Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀-Preform auf und zum anderen zwischen den eutektischen Si-Lamellen. Die Oberfläche wird dadurch deutlich stärker strukturiert und ihre Rauigkeit erhöht, was auf eine höhere Versetzungsmobilität nahe der freien Oberfläche zurückzuführen ist [199]. Zudem wirkt das Si-Netzwerk als zusätzliches Hindernis gegen die thermische Ausdehnung der AlSi12-Matrix [93]. Trotz der plastischen Deformation während der thermischen Zyklen kommt es nicht zu einer Schädigung der Grenzfläche oder Porenbildung in der Matrix, die nachweislich aufgrund der thermischen Belastung entstanden sind. Außerdem wurden keine Partikelbrüche beobachtet, da die reduzierte Beanspruchung der Verstärkungsphase bzw. der Si-Lamellen während der plastischen Verformung der Matrix unter höheren Temperaturen eine Beschädigung der Verstärkungsphase verhindert [200]. Daher ist anzunehmen, dass keine Degradation der

makroskopischen Verbundeigenschaften aufgetreten ist [201]. Die Ergebnisse der thermischen Dehnung des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12}$ -Verbundes bestätigen die getroffenen Annahmen und dass die Kurven aller Temperaturzyklen übereinander liegen (vgl. Abbildung 6.8 in Kapitel 6.2.2).

7.3.4 Wärmekapazität und Wärmeleitfähigkeit

Die Ergebnisse der spezifischen Wärmekapazität (vgl. Kapitel 6.2.4) zeigen, dass die AlSi12-Matrix mit $0,86 \pm 0,01 \text{ kJ}/(\text{kg K})$ in Kombination mit der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform mit $0,39 \pm 0,01 \text{ kJ}/(\text{kg K})$ die spezifische Wärmekapazität des Verbundes auf $0,44 \pm 0,01 \text{ kJ}/(\text{kg K})$ erhöht. Die Ergebnisse der AlSi12-Matrix liegen etwas unter den Literaturwerten, die im Bereich von $0,94\text{--}0,98 \text{ kJ}/(\text{kg K})$ angegeben sind [155]. Für die $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Legierung des metallischen Glases sind bisher noch keine Werte aus der Literatur bekannt. Die Betrachtung der einzelnen Komponenten Nickel ($0,45\text{--}0,46 \text{ kJ}/(\text{kg K})$ [155]), Niob ($0,26\text{--}0,27 \text{ kJ}/(\text{kg K})$ [155]) und Tantal ($0,14 \text{ kJ}/(\text{kg K})$ [155]) zeigt jedoch, dass die Wärmekapazität unter Berücksichtigung der Legierungszusammensetzung auf $0,35 \text{ kJ}/(\text{kg K})$ abgeschätzt werden kann und somit gut mit dem experimentellen Ergebnis übereinstimmt. Auch für den $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12}$ -Verbund sind bisher keine Literaturwerte für die Wärmekapazität bekannt. Unter Anwendung der linearen Mischungsregel für die Werte bei 20°C kann die Wärmekapazität des Verbundes mit $0,53 \text{ kJ}/(\text{kg K})$ abschätzen werden und liegt damit etwas über dem im Rahmen dieser Arbeit gemessenen Wert von $0,44 \pm 0,01 \text{ kJ}/(\text{kg K})$. Der Grund hierfür könnte eine unzureichende Wärmeübertragung an der Grenzfläche zwischen der AlSi12-Matrix und dem metallischen Glas sein, wodurch die Wärmeaufnahme im Verbund reduziert wird.

Auch für die Wärmeleitfähigkeit liegen noch keine Literaturwerte vor. Das Ergebnis der AlSi12-Matrix zeigt jedoch, dass die Messmethode realistische Werte liefert, da die gemessenen $154,43 \text{ W}/(\text{m K})$ den Literaturwerten $124\text{--}166 \text{ W}/(\text{m K})$ entsprechen [128, 155]. Wird berücksichtigt, dass die Legierungselemente des metallischen Glases mit Nickel ($73\text{--}91 \text{ W}/(\text{m K})$ [155]), Niob ($54\text{--}57 \text{ W}/(\text{m K})$ [155]) und Tantal ($54\text{--}58 \text{ W}/(\text{m K})$ [155]) eine deutlich geringere Wärmeleitfähigkeit als AlSi12 aufweisen, kann davon ausgegangen werden, dass das Ergebnis des Verbundes mit $60,51 \text{ W}/\text{m K}$ realistisch erscheint.

7.4 Diskussion der mechanischen Eigenschaften

7.4.1 Härte und elastische Eigenschaften des metallischen Glases

Zur Untersuchung der elastischen Eigenschaften, sowie der Härte des metallischen Glases wurden Messungen mittels Nanoindentation an der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform durchgeführt. Es wurde ein E-Modul von $195,1 \pm 7,9$ GPa und eine Eindringhärte H_{IT} von $10,32 \pm 0,39$ GPa für die Legierung im amorphen Zustand gemessen. Die Eindringhärte H_{IT} kann durch Anwendung eines geeigneten Umrechnungsfaktors mit der Vickershärte HV_{IT} für eine Vielzahl von Werkstoffen korreliert werden. Für den in Rahmen dieser Arbeit verwendeten modifizierten Berkovich-Indenter beträgt dieser Faktor 92,62 nach DIN EN ISO 14577 [138], woraus sich für das metallische Glas rechnerisch eine Vickershärte von $HV_{IT} = 956,1 \pm 36,2$ ergibt. Obwohl der Umrechnungsfaktor eine empirisch ermittelte Konstante ist, kann die durch Nanoindentation ermittelte Vickershärte von der konventionell gemessenen Vickershärte abweichen. Ein Grund dafür ist, dass sich die bei der Nanoindentation gemessene Härte auf die Kontaktfläche unter Last und die konventionell ermittelte Vickershärte auf den Resthärteeindruck nach der Entlastung bezieht [202]. Bei der Messung der Kontaktfläche wird von einer rein elastischen Rückfederung des Materials ausgegangen und ein mögliches Aufwölben (engl.: pile-up) des Materials um den Indenter nicht berücksichtigt. Dies kann zu einer Unterschätzung der Kontaktfläche und damit zu einer Überschätzung der Härte und des E-Moduls führen [202, 203]. Untersuchungen von Bolshakov et al. [203] haben gezeigt, dass die Aufwölbung vom Verhältnis der verbleibenden Eindringtiefe h_f nach Wegnahme der Prüfkraft zur maximalen Eindringtiefe h_{max} bei F_{max} und dem Verfestigungsverhalten abhängt. Der Wertebereich liegt zwischen $0 \leq h_f/h_{max} \leq 1$, wobei die untere Grenze für vollständig elastische Verformung und die obere Grenze für plastische Verformung steht. Für Werkstoffe mit Werten von $h_f/h_{max} < 0,7$ wurde unabhängig vom Verfestigungsverhalten eine vernachlässigbar geringe Aufwölbung beobachtet. Der für die $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform ermittelte Wert beträgt $h_f/h_{max} = 0,641$ mit $h_f = 0,182 \mu\text{m}$ und liegt damit knapp unter dem Grenzwert. Somit sollte

die Aufwölbung keinen Einfluss auf die ermittelte Härte oder den E-Modul haben. Beim Vergleich mit vorhandenen Werten der gleichen Legierungszusammensetzung ergeben sich jedoch Unstimmigkeiten. Zum einen liegt die mittels Nanoindentation bestimmte Vickershärte mit $HV_{IT} = 956,1 \pm 36,2$ deutlich unter der im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten konventionell Härtebestimmung nach Vickers mit $1034 \pm 4 HV_{0,5}$, die wiederum gut mit der in Lichtenberg [93] konventionell bestimmten Härte von $1051 \pm 35 HV_{0,5}$ übereinstimmt. Andererseits liegt der mittels Nanoindentation ermittelte E-Modul mit $195,1 \pm 7,9 \text{ GPa}$ über dem in [93] mittels Mikrozugversuch bestimmte Wert von $161,2 \pm 9,1 \text{ GPa}$. Somit wird die Härte durch die Nanoindentation unterschätzt, während der E-Modul überschätzt wird. Auch der Vergleich mit den in der Literatur betrachteten Korrelationen zwischen E-Modul und der Glasübergangstemperatur [77] sowie E-Modul und Vickershärte [27] von BMGs liefert widersprüchliche Ergebnisse. So errechnet sich mit der nach Liu et al. [77] entwickelten Korrelation ein E-Modul von circa 194 GPa (vgl. Formel 2.7 in Kapitel 2.1.3.2), wobei von einer elastischen Druckdehnung von 2% ausgegangen wird. Demgegenüber kann nach Inoue et al. [27] ein E-Modul von circa 160 GPa bei einer Vickershärte von circa 1050 aus dem Diagramm (vgl. Abbildung 2.7 in Kapitel 2.1.3.2) abgelesen werden. Wiederholungsmessungen mittels Nanoindentation zeigten eine große Streuung der Ergebnisse, je nachdem an welcher Stelle in der Probe geprüft wurde. Da der Prüfbereich einer einzelnen Nanoindentation im Nanometerbereich liegt, können bereits geringe Unebenheiten auf der Probenoberfläche oder die bei der EDX-Analyse beobachtete inhomogene Verteilung der Elemente Nickel und Tantal (vgl. Abbildung 7.6 in Kapitel 7.2.2) zu einer Streuung der Messergebnisse führen. Daher wurde im Rahmen dieser Arbeit für die Berechnungen der mikro- und thermomechanischen Modelle, sowie für die Simulation der aus Mikrozugversuchen ermittelte E-Modul von $161,2 \text{ GPa}$ aus Lichtenberg [93] verwendet.

7.4.2 Elastische Eigenschaften des Verbundes

Der E-Modul sowie die Poissonzahl des infiltrierten Verbundes $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi}_{12}$ wurden mittels UPS bestimmt und die Ergebnisse sind in Kapitel 6.3.2.2 dargestellt. Der E-Modul zeigt in [001]-Richtung, die der Aufbaurichtung der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform entspricht, mit

99,26 ± 1,83 GPa einen geringfügig höheren Wert als in [100]-Richtung (95,80 ± 3,10 GPa) und [010]-Richtung (96,15 ± 2,94 GPa). Dies ist auf die anisotrope Struktur der Preform mit einem durch den Laserprozess erzeugten säulenartigen Aufbau zurückzuführen. Hinsichtlich der Poissonzahl konnte unter Berücksichtigung der Standardabweichung keine signifikante Anisotropie festgestellt werden. Weder die Struktur der Preform noch die Infiltrationsrichtung scheinen daher einen Einfluss auf die Poissonzahl auszuüben.

In Lichtenberg et al. [9] wurde dasselbe Materialsystem (Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀-AlSi12) mittels UPS hinsichtlich seiner elastischen Eigenschaften untersucht. Dabei lag das metallische Glas in einer Plättchenstruktur vor und der Verstärkungsanteil lag mit 9,4–14,3 % deutlich unter dem des hier untersuchten Durchdringungsverbands mit 37,72 %. In der genannten Studie wurde entlang der Infiltrationsrichtung und somit quer zur Orientierung der metallischen Glasplättchen ein E-Modul von 93 GPa ($V_r = 11,4\%$) und 87 GPa (13,2%) sowie eine Poissonzahl von 0,31 und 0,33 ermittelt. Quer zur Infiltrationsrichtung und damit entlang der Plättchenorientierung wurde ein E-Modul von 95 GPa ($V_r = 14,3\%$) und 85 GPa (9,4%) sowie eine Poissonzahl von 0,31 und 0,32 bestimmt. Diese Werte liegen geringfügig unter den in der vorliegenden Arbeit gemessenen Werten. Eine Erhöhung des Verstärkungsanteils führt somit nicht zu dem erwarteten signifikant höheren E-Modul. Auch die Poissonzahl liegt in einem ähnlichen Bereich. In [13] wurde ein Aluminium-basierter MMC mit 30 Gew.-% Verstärkungsanteil aus metallischen Glas der Legierungszusammensetzung Ni₇₀Nb₂₀ untersucht, der durch Pulvermetallurgie hergestellt wurde. Mittels Druckversuche konnte ein E-Modul von 110 GPa ermittelt werden, der trotz des geringeren Verstärkungsanteils höher ist als im hier untersuchten Durchdringungsverband. Immerhin zeigt der untersuchte Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀-AlSi12 Verbund eine signifikante Steigerung des E-Moduls um bis zu 28 % gegenüber der reinen AlSi12-Matrix, deren E-Modul in [9, 204] mittels UPS mit 77–82 GPa bestimmt wurde.

Im Folgenden werden die experimentell ermittelten E-Modul-Werte des Verbundes mit mikromechanischen Modellen in Abhängigkeit des Verstärkungsvolumengehalts verglichen. Für die analytische Modellierung des E-Moduls in Verbundwerkstoffen stehen verschiedene Berechnungsansätze zur Verfügung, darunter das Modell nach Reuss [107],

Voigt [105] und Hill [108] sowie nach Hashin-Shtrikman [110], Ravichandran [109] und Tuchinskii [111]. Diese Modelle sind in Kapitel 2.2.3.1 ausführlich beschrieben. Für die Berechnung des E-Moduls des metallischen Glases $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ wurde der in der Literatur durch Zugversuche ermittelte Wert von $161,2 \pm 9,1 \text{ GPa}$ [93] herangezogen, dies wird in Kapitel 7.4.1 begründet. Da im Rahmen dieser Arbeit die Poissonzahl des metallischen Glases nicht ermittelt werden konnte, wurde stattdessen die Poissonzahl 0,361 eines metallischen Glases mit ähnlicher Legierungszusammensetzung $\text{Ni}_{60}(\text{Nb}_{60}\text{Ta}_{40})_{34}\text{Sn}_6$ verwendet [142]. Ebenso wurde auf den mittels UPS ermittelte E-Modul der AISi12-Matrix von $77,8 \pm 0,9 \text{ GPa}$ und die Poissonzahl von $0,32 \pm 0,01$ aus der Literatur [93] zurückgegriffen.

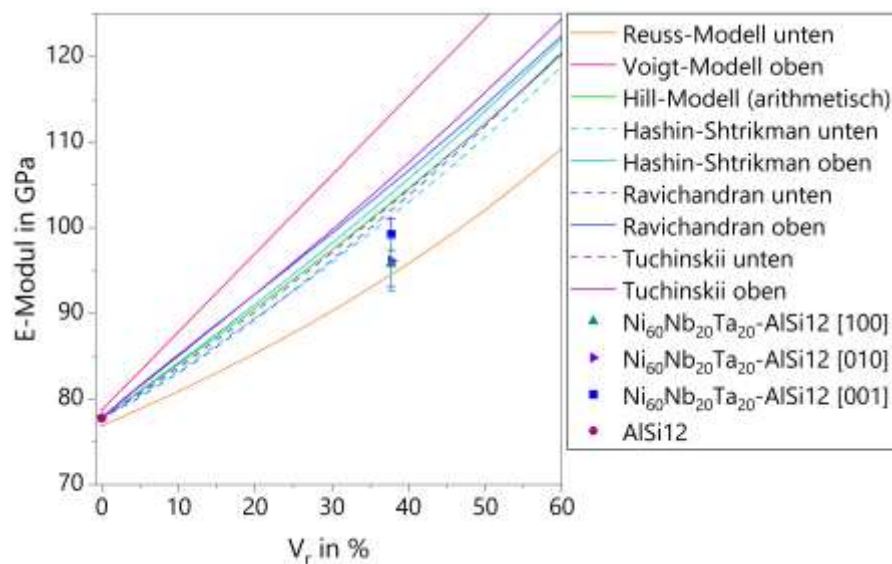


Abbildung 7.13: Abgleich der experimentell ermittelten E-Modul-Werte des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Verbundes mit mikromechanischen Modellen.

In Abbildung 7.13 sind die experimentell ermittelten E-Module des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AISi12-Verbundes in alle drei Raumrichtungen [100], [010] und [001] mit den berechneten mikromechanischen Modellen dargestellt. Es ist zu erkennen, dass die beiden Werte des E-Moduls quer zur Aufbaurichtung der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform ([100], [010]) knapp oberhalb der unteren Grenze des Reuss-Modells liegen, während der Wert entlang der Aufbaurichtung [001] sich den unteren Grenzen der Modelle nach Hashin-Shtrikman, Ravichandran und Tuchinskii annähert. Von diesen Modellen ist das Tuchinskii-Modell das

einziges, das speziell für die Berechnung des E-Moduls eines Durchdringungsverbundes entwickelt wurde.

7.4.3 Elastisch-plastische Eigenschaften der Preform

Für die Untersuchung der elastisch-plastischen Eigenschaften der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform wurden quasistatische Druckversuche durchgeführt. Die Ergebnisse der Versuche sind ausführlich in Kapitel 6.3.3.1 dargestellt. Die entlang der Aufbaurichtung geprüften Proben erreichen eine Druckfestigkeit von $90,33 \pm 8,92$ MPa während die quer zur Aufbaurichtung geprüften Proben mit $15,48 \pm 3,86$ MPa eine deutlich geringere Druckfestigkeit aufweisen. Ein Grund hierfür ist die anisotrope Struktur der Preform mit einem säulenartigen Aufbau des Gitters entlang der Aufbaurichtung beim Lasersinterprozess.

Die Druckspannungs-Stauchungs-Kurven der geprüften Proben zeigen einen unregelmäßigen Verlauf (vgl. Abbildung 6.19 in Kapitel 6.3.3.1), der auf das schrittweise Kollabieren der einzelnen Stege zurückzuführen ist. Diese Annahme wird durch die DIC-Aufnahmen bestätigt (vgl. Abbildung 6.20 und Abbildung 6.21 in Kapitel 6.3.3.1). Anhand der Dehnungsfelder bei fortschreitender Stauchung kann ebenfalls das sequenzielle Kollabieren der einzelnen Gitterstegen beobachtet werden. Zudem zeigen die Dehnungsfelder, dass die Proben in 0° -Richtung ($\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}-0^\circ$) hauptsächlich durch Schubspannungen versagen, während bei den Proben in 90° -Richtung ($\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}-90^\circ$) zusätzlich Versagen durch Normalspannungen bzw. Biegespannungen in den horizontalen Stegen auftritt. Somit weisen die Proben in 0° -Richtung überwiegend ein schubspannungsinduziertes Versagensverhalten in einem 45° -Winkel zur Belastungsrichtung auf [1, 17]. Unter Druckbelastung verhalten sich die einzelnen Säulen wie ein BMG. Im Gegensatz dazu wird das Versagen der Proben in 90° -Richtung vermutlich so durch die horizontal verlaufenden Stege beeinflusst, sodass kein reines Schubversagen auftritt. Durch die horizontal verlaufenden Stege entstehen senkrecht zur Belastungsrichtung Zugspannungen in den herstellungsbedingten Knotenpunkten. Da diese anfällig für Kristallisation sind (vgl. Kapitel 7.2.2), stellen sie eine mechanische Schwachstelle dar und versagen bereits bei geringeren Druckspannungen. Ein weiterer Einfluss könnten thermisch induzierte Eigenspannungen sein, die während des

Lasersinterprozesses entstanden sind. Das sequenzielle Versagen der einzelnen Stege setzt sich in beiden Richtungen über einen Stauchungsbereich von bis zu 0,8 % fort, bis es zum Totalversagen kommt. In [1] wurde festgestellt, dass sich metallische Gläser unter Zugspannung sehr spröde verhalten und bis zum Versagenspunkt kaum plastische Verformung zeigen. Wenn sie jedoch unter Druck geprüft werden, scheinen sie vor dem Versagen eine gewisse plastische Verformung aufzuweisen. Der Grund für diesen Unterschied liegt in der Art und Weise, wie die Scherbänder entstehen und sich ausbreiten. Im Zugversuch tritt die Rissbildung fast unmittelbar nach der Bildung des ersten Scherbandes auf, worauf ein Totalversagen ohne plastische Verformung folgt. Im Gegensatz dazu bilden sich bei Proben, die unter Druck geprüft werden, mehrere Scherbänder, wodurch eine gewisse plastische Verformung vor dem Totalversagen beobachtet werden kann. Darüber hinaus wurde in der Literatur festgestellt, dass eine kristalline Phase, wie die in dieser Arbeit festgestellten Nanokristallisation, die Duktilität von metallischen Gläsern erhöhen kann [1, 205, 206]. Jedoch zeigen ebenfalls Untersuchungen aus der Literatur, dass Nanokristallisation und eine Veränderung des freien Volumens die Sprödigkeit metallischer Gläser erhöhen können [207–209]. Da es in der Literatur keine Vergleichswerte für Untersuchungen des reinen metallischen Glases $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ unter Druckspannungen gibt, konnte im Rahmen dieser Arbeit nicht festgestellt werden, welche der beiden Effekte die Nanokristallisation im metallischen Glas $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ hervorruft.

Lee et al. [64] ermittelten für das metallische Glas $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{30}\text{Ta}_{10}$ eine Druckfestigkeit von 3,35 GPa bei einer Stauchung von circa 1,5 %, während Choi-Yim et al. [142] für das metallische Glas $\text{Ni}_{60}(\text{Nb}_{60}\text{Ta}_{40})_{34}\text{Sn}_6$ einen E-Modul von 165,6 GPa und eine Streckgrenze von 3,58 GPa bestimmten. Beide Ergebnisse liegen deutlich über den hier ermittelten Werten, wobei zu berücksichtigen ist, dass es sich um BMGs handelt, während das hier untersuchte metallische Glas eine offenporige Gitterstruktur aufweist. Neben der bereits erwähnten Nanokristallisation kann auch der Herstellungsprozess einen nicht zu vernachlässigenden Einfluss auf die Druckfestigkeit des metallischen Glases haben. Untersuchungen zeigen, dass das Versagensverhalten von mittels SLM-gefertigten Gitterstrukturen nicht allein durch deren Zelltopologie und -geometrie bestimmt wird,

sondern auch durch prozessinduzierte geometrische Defekte wie zum Beispiel die Welligkeit der Streben, Variation in der Strebendicke und Überdimensionierung von Streben [210]. Ebenso wirken sich prozessbedingte mikrostrukturelle Defekte negativ auf die mechanische Festigkeit aus [211]. REM-Aufnahmen der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform (vgl. Abbildung 3.5 in Kapitel 3.2) und lichtmikroskopische Aufnahmen (vgl. Abbildung 6.2 in Kapitel 6.1.2) zeigen genau solche herstellungsbedingten Defekte wie eingeschlossene Gasporen und Risse in den Gitterstreben sowie nicht aufgeschmolzene Pulverpartikel, die an den Gitterstreben fest gesintert sind.

In Abbildung 7.14 werden die Druckspannungs-Stauchungs-Kurven der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform in 0° - und 90° -Richtung (vgl. Abbildung 6.19(a) in Kapitel 6.3.3.1) mit den Ergebnissen der FE-Simulation (vgl. Abbildung 6.30(b) in Kapitel 6.3.3.3) im linear-elastischen Bereich verglichen.

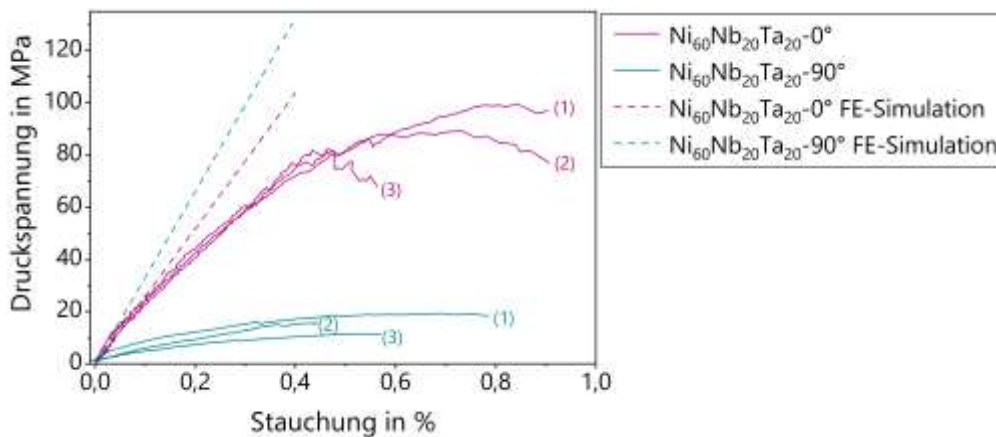


Abbildung 7.14: Druckspannungs-Stauchungs-Kurven der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform in 0° - und 90° -Richtung im Vergleich zu den Ergebnissen der FE-Simulation im linear-elastischen Bereich.

In 90° -Richtung ergibt die FE-Simulation für die $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform einen E-Modul von 33,11 GPa und damit eine deutlich höhere Steifigkeit im Vergleich zur Aufbaurichtung, für die ein Wert von 25,95 GPa berechnet wurde. Diese Ergebnisse stehen jedoch im Widerspruch zu den mechanischen Druckversuchen. Sowohl bei der reinen Preform als auch bei der infiltrierten Preform im Verbund zeigen die mechanischen Eigenschaften quer zur Aufbaurichtung niedrigere Werte als entlang der Aufbaurichtung. Jedoch liegt die Kurve der FE-Simulation in 0° -Richtung im Anfangsbereich bei niedrigen Stauchungen auf

den Druckspannungs-Stauchungs-Kurven der mechanisch geprüften Preform in 0°-Richtung, somit bildet die Simulation den linear-elastischen Bereich passend ab.

In Ashby et al. [212] wurde das Gibson-Ashby-Modell (Formel 7.1) entwickelt, um die mechanischen Eigenschaften von zellularen Strukturen vorherzusagen.

$$\frac{E^*}{E_S} = C \left(\frac{\rho^*}{\rho_S} \right)^n \quad 7.1$$

Dabei beschreibt (E^*) den E-Modul der zellularen Struktur, (E_S) den E-Modul des BMG, (ρ^*) die Dichte der zellularen Struktur und (ρ_S) die Dichte des BMG. Der Koeffizient (C) und der Exponent (n) hängen von der Geometrie der Elementarzelle sowie davon ab, ob die Struktur ein biege- oder streckdominiertes Verhalten aufweist. Maconachie et al. [213] wendeten das Gibson-Ashby-Modell auf experimentell gemessene Datensätze verschiedener additiv gefertigter Materialien an und bestimmten so Werte für (C) und (n), die mit der Geometrie der jeweiligen Elementarzelle korrespondieren. Für eine kubische Elementarzelle wurden $C = 0,15$ und $n = 0,93$ festgelegt. Die Anwendung des Gibson-Ashby-Modells auf die in dieser Arbeit gefertigten Preform, unter Verwendung der Werte für eine kubische Elementarzelle sowie der experimentell bestimmten Materialwerten mit $E_S = 161$ GPa, $\rho^* = 4,04$ g/cm³ und $\rho_S = 10,72$ g/cm³ ergibt einen berechneten E-Modul von $E^* = 9,74$ GPa. Dieses Ergebnis liegt deutlich unter dem hier mittels FE-Simulation ermittelten Wert von 25,95 GPa und liefert somit eine unzureichendere Abbildung des E-Moduls für die vorliegende Zellstruktur.

7.4.4 Elastisch-plastische Eigenschaften des Verbundes

Zur Untersuchung der elastisch-plastischen Eigenschaften des Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀-AlSi12-Verbundes wurden quasistatische Druckversuche durchgeführt. Die Ergebnisse der Versuche sind in Kapitel 6.3.3.2 ausführlich dargestellt. Die Versuche wurden mit unterschiedlichen Vorbehandlungen des Verbundes und bei unterschiedlichen Temperaturen durchgeführt. Unbehandelt und bei Raumtemperatur geprüft erreicht die unverstärkte AlSi12-Matrix eine mittlere 0,2 %-Stauchgrenze von $157,33 \pm 19,91$ MPa, was den aus der Literatur bekannten Werten entspricht [9, 128]. Die Verstärkung durch das

metallische Glas im AlSi12 führt erwartungsgemäß zu einer signifikanten Erhöhung der 0,2%-Stauchgrenze auf $189,63 \pm 17,59$ MPa für den $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-90° Verbund, $247,44 \pm 30,44$ MPa für den $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-45° Verbund und $294,01 \pm 15,80$ MPa für den $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-0° Verbund. Zudem erreicht der Verbund in 90°-Richtung eine Druckfestigkeit von $279,55 \pm 6,22$ MPa bei $3,47 \pm 0,58$ % Stauchung, in 45°-Richtung einen etwas höheren Wert von $305,23 \pm 12,46$ MPa bei $1,75 \pm 0,04$ % Stauchung und in 0°-Richtung einen nochmals deutlich höheren Wert von $430,51 \pm 4,94$ MPa bei $1,12 \pm 0,07$ % Stauchung. So konnte im Vergleich zur reinen $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform eine signifikante Steigerung der Druckfestigkeit im Verbund erreicht werden und durch die Einbettung in eine duktile Matrix das spröde Versagen des metallischen Glases erwartungsgemäß durch die Plastizität der Matrix kompensiert werden [5]. Darüber hinaus zeigen die Druckspannungs-Stauchungs-Kurven der drei Richtungen ein deutlich unterschiedliches Versagensverhalten. Während die Spannung in 0°-Richtung nach Erreichen der Druckfestigkeit wieder abfällt, bleibt die Spannung in 90°-Richtung über die gesamte Stauchung nahezu konstant. Die Spannung in 45°-Richtung zeigt ebenfalls einen leichten Abfall nach Erreichen der Druckfestigkeit, jedoch weniger ausgeprägt als die Verbundprobe in 0°-Richtung. Diese signifikanten Unterschiede sind auf die anisotrope Gitterstruktur der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform und die dadurch unterschiedlich wirkenden Schädigungsmechanismen zurückzuführen. Das Versagensverhalten wird ausführlich in Kapitel 7.5.1 diskutiert. In [9, 93] konnte ebenfalls eine Abhängigkeit der Druckfestigkeit und des Versagensverhaltens von der Plättchenorientierung aus metallischem Glas $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ nachgewiesen werden.

In Lee et al. [98] wurden metallische Glasbänder aus Ni-20,6Nb-40,2Ta (Gew.-%) zur Verstärkung einer Aluminiummatrix ($V_r = 20$ %) verwendet, wodurch eine 0,2%-Stauchgrenze von 163 MPa erreicht werden konnte. In Yu et al. [13] wurde ein partikelverstärkter MMC mit einem Verstärkungsanteil von 30 % aus metallischem Glas der Legierung $\text{Ni}_{70}\text{Nb}_{30}$ und einer Aluminiummatrix untersucht und es konnte eine maximale Druckfestigkeit von 146 MPa ermittelt werden. In Lichtenberg et al. [9] wurden Plättchen aus metallischem Glas $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ zur Verstärkung einer AlSi12-Matrix verwendet ($V_r = 9,4 - 14,3$ %), und eine 0,2%-Stauchgrenze von 146–178 MPa erreicht.

Im Vergleich dazu erzielte der in dieser Arbeit untersuchte $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12 Verbund eine deutlich höhere Druckfestigkeit, obwohl der E-Modul, wie bereits diskutiert, vergleichsweise niedrig ist. Diese Steigerung ist auf den höheren Verstärkungsanteil von 37 % metallischem Glas sowie auf die durchdringende Struktur der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform im Verbund zurückzuführen. Darüber hinaus deutet die hohe Verbundfestigkeit auf eine gute Grenzflächenhaftung zwischen der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform und der AlSi12-Matrix hin, die allgemein für MMCs mit einer Verstärkungsphase aus metallischem Glas beobachtet wird [13, 103, 214].

In Sun et al. [14] wurde ein Durchdringungsverbund aus Titan, verstärkt mit einem auf Magnesium basierenden metallischen Glas ($V_r = 30\%$), mittels Druckversuchen untersucht. Im Vergleich zum porösen Titan mit einer Druckfestigkeit von 800 MPa und dem monolithischen Mg-basierten metallischen Glas mit 825 MPa konnte die Druckfestigkeit im Verbund auf 1783 MPa gesteigert werden. Darüber hinaus wurde eine signifikante Verbesserung der plastischen Verformung auf bis zu 31 % Stauchung (plastisch) im Vergleich zum monolithischen metallischen Glas erreicht. In Zhang et al. [15] wurde poröses Wolfram mit einem auf Zirkonium basierenden metallischen Glas ($V_r = 20\%$) infiltriert und mittels Druckversuchen untersucht. Die maximale Druckfestigkeit von 3450 MPa bei 50 % Stauchung übertraf sowohl die des Wolframschaums (circa 1500 MPa bei 30 % Stauchung) als auch die des monolithischen Zr-basierten metallischen Glases (circa 2000 MPa bei 1 % Stauchung) deutlich. Im Vergleich dazu zeigt der in dieser Arbeit untersuchte $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12 Verbund ebenfalls eine signifikante Steigerung der Druckfestigkeit gegenüber der reinen AlSi12-Matrix und der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform. Allerdings erreicht der Verbund seine Druckfestigkeit bereits bei einer Stauchung von 1,1 % bzw. 3,5%. Da für das monolithische metallische Glas $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ unter Druckbeanspruchung keine Daten vorliegen, kann lediglich ein Vergleich mit den Werten der im Druckversuch untersuchten Preform erfolgen. Hierbei zeigt sich, dass die Stauchung im infiltrierten Verbund gegenüber der reinen Preform ebenfalls gesteigert werden konnte. In Schukraft et al. [215] wurde ein Durchdringungsverbund auf Basis eines Keramikschaums ($V_r = 26\%$) mit AlSi10Mg infiltriert und unter Druckbeanspruchung untersucht. Dieser zeigt

ein ähnliches Versagensverhalten wie der hier untersuchte $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-0}^\circ$ Verbund und erreicht eine vergleichbare Druckfestigkeit von 400 MPa bei 1 % Stauchung. Dies deutet darauf hin, dass der Durchdringungsverbund mit metallischem Glas als Verstärkung unter Druckbelastung vergleichbare mechanische Festigkeiten wie ein Durchdringungsverbund mit keramischer Verstärkung erreichen kann.

Die FE-Simulation der Druckfestigkeit des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12}$ Verbundes liefert entlang der Aufbaurichtung in 0° -Richtung mit 445 MPa bei 0,8 % Stauchung ein Ergebnis, das die experimentell ermittelte Druckfestigkeit gut abbildet. Dies war zu erwarten, da bereits die Modellierung des linear-elastischen Bereichs der reinen Preform in 0° -Richtung eine gute Übereinstimmung mit dem experimentellen Wert zeigt. Im Gegensatz dazu liefert, wie bereits bei der Preform in 90° -Richtung, die FE-Simulation der Druckfestigkeit des Verbundes quer zur Aufbaurichtung mit 453 MPa bei 0,7 % Stauchung eine deutlich zu hohe Druckfestigkeit bei einer zu niedrigen Stauchung. Dies zeigt, dass das Modell in 0° -Richtung gute Werte liefert, während das Modell quer zur Aufbaurichtung unzureichend die reale Preform abbildet. Grund hierfür könnte sein, dass in 90° -Richtung der Einfluss der quaderförmigen statt runden Gitterstreben und der als feste Verbindung modellierte Grenzflächenanbindung das Ergebnis quer zur Aufbaurichtung mehr beeinflussen. Ein weiterer Grund ist, dass senkrecht zur Belastungsrichtung Zugspannungen in den Knotenpunkten entstehen. Da diese am ehesten anfällig für Kristallisation (vgl. Kapitel 7.2.2) sind, stellen sie eine mechanische Schwachstelle dar. Diese Schwachstelle wurde im Modell, das mit homogenen Eigenschaften für das metallische Glas erstellt wurde, nicht abgebildet. Durch die Simulation wird verdeutlicht, dass die mechanische Festigkeit der Knotenpunkte in der Preform einen größeren Einfluss auf die Druckfestigkeit quer zur Aufbaurichtung als entlang der Aufbaurichtung haben.

Zur Untersuchung der Druckfestigkeit des Verbundes bei erhöhten Temperaturen wurden Druckversuche bei 230°C durchgeführt. Die maximale Druckfestigkeit betrug $150,49 \pm 3,68$ MPa für die AlSi12-Matrix, $334,45 \pm 4,17$ MPa für den $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-0}^\circ$ Verbund und $184,77 \pm 2,92$ MPa für den $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-90}^\circ$ Verbund. Diese Werte liegen in 0° -Richtung etwa 100 MPa und in 90° -Richtung sowie bei der AlSi12-Matrix circa

120 MPa unter den bei Raumtemperatur ermittelten Werten. Aus der Literatur ist bereits bekannt, dass die Zugfestigkeit von Al-Si Legierungen ab 160 °C mit steigender Temperatur erheblich abnimmt. Bei Temperaturen über 160 °C werden die ursprünglich kohärenten Ausscheidungen in Al-Si-Legierungen inkohärent und verlieren dadurch ihre Fähigkeit, das Material zu verstärken, was zu einer deutlichen Verringerung der Festigkeit führt [216, 217]. In Konečná et al. [218] wurden Zugversuche an AlSi12-Proben bei 250 °C durchgeführt und eine Reduktion der Zugfestigkeit um 40 % gegenüber den bei Raumtemperatur geprüften Proben festgestellt. Einen weiteren Einfluss auf die Festigkeit des Verbundes könnte ein Abbau der vorherrschenden mechanischen Grenzflächenanbindung durch die steigende Temperatur und der Abbau von herstellungsbedingten Eigenspannungen haben. Da die 230 °C weit unterhalb der Glasübergangstemperatur des metallischen Glases von 664,7 °C liegen, ist davon auszugehen, dass der größte Einfluss von der AlSi12-Matrix ausgeht. Des Weiteren ist zu beobachten, dass der Einfluss der AlSi12-Matrix bei der Druckfestigkeit des Verbundes in 90°-Richtung größer ist als in 0°-Richtung ist, da eine ähnliche Festigkeitsabnahme vorliegt. Dieser Effekt konnte bereits bei den Untersuchungen zur thermischen Ausdehnung beobachtet werden, bei denen das Ausdehnungsverhalten in 90°-Richtung ebenfalls durch die AlSi12-Matrix bestimmt wurde (vgl. Kapitel 7.3.2).

Des Weiteren wurden Verbundproben geprüft, die zuvor einer thermischen Behandlung unterzogen wurden. Zum einem wurden Verbundproben bei 250 °C für zwei Stunden wärmebehandelt, um ein Relaxationsglühen zu bewirken und zum anderen wurden Verbundproben mit thermischen Temperaturzyklen vorbehandelt. Alle wärmebehandelten Proben zeigen sowohl in 0°- als auch in 90°-Richtung eine leichte Steigerung der Druckfestigkeit. In Ma et al. [219] konnte die Härte von 9,8 GPa auf 10,6 GPa und die Steifigkeit von 149,8 GPa auf 156,9 GPa des metallischen Glases Ni₆₀Nb₄₀ durch Anlassen unterhalb der Glasübergangstemperatur für eine Stunde erhöht werden. Das Anlassen führt zu struktureller Relaxation, wodurch der Anteil an freiem Volumen reduziert wird. Derselbe Effekt könnte bei den hier untersuchten Proben zu einer Steigerung der Druckfestigkeit führen.

Um die Steifigkeitsentwicklung der Verbundproben mit zunehmender Belastung zu untersuchen, wurden Entlastungsversuche an dem Verbund in und quer zur Aufbaurichtung sowie der unverstärkten AlSi12-Matrix durchgeführt und der Schädigungsparameter D bestimmt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 6.29 in Kapitel 6.3.3.2 dargestellt. Sowohl in 0° -Richtung als auch in 90° -Richtung zeigt der Verbund unter Berücksichtigung der Standardabweichung keine signifikante Veränderung und somit keine Steifigkeitsdegradation. Diese Ergebnisse stimmen mit den in Lichtenberg [93] gemessenen Ergebnissen überein. Es ist jedoch zu berücksichtigen, dass an den mit metallischen Glasplättchen verstärkten Verbunden der Schädigungsparameter mittels Zugversuchen ermittelt wurde und nicht wie im Rahmen dieser Arbeit mit Druckversuchen. Bei der unverstärkten AlSi12-Matrix ist bereits nach dem ersten Entlastungszyklus eine Abnahme des Schädigungsparameters D in den negativen Bereich zu beobachten. Der Schädigungsparameter ist für den Bereich $0 \leq D \leq 1$ definiert [151]. In Lichtenberg [93] liegen die Werte für die AlSi12-Matrix hingegen im Bereich $D \geq 0$ und zeigen ab dem achten Entlastungszyklus einen Abfall des E-Moduls und damit einen Anstieg des Schädigungsparameters. Der Grund dafür, dass der hier ermittelte Schädigungsparameter negativ ist, könnte sein, dass die Steigung der ersten Entlastungssequenz (E_1) im elastischen Bereich mit einem zu niedrigen Wert gemessen wurde und die der folgenden Entlastungszyklen, nachdem plastische Verformung eingetreten ist, mit einem zu hohen Wert. In Bonora et al. [220] wird diese Methode zur Bestimmung des Schädigungsparameters über die Degradation des Elastizitätsmoduls bei duktilen Werkstoffen generell als kritisch angesehen, da plastische Verformungen und Geometrieänderungen (insbesondere unter Druckbelastung) nicht berücksichtigt werden. Dies kann zu einer Überschätzung des Elastizitätsmoduls und damit zu einer Unterschätzung von D führen.

7.5 Diskussion des Schädigungsverhaltens

7.5.1 Schädigungsverhalten des Verbundes unter Druckspannung

Das Schädigungsverhalten sowie die Schädigungsmechanismen unter Druckspannung wurden mittels in-situ Druckversuchen im REM untersucht. Dabei wurde jeweils eine Verbundprobe entlang der Aufbaurichtung der Preform ($\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-0}^\circ$) sowie quer dazu ($\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-90}^\circ$) geprüft. Die ausführlichen Ergebnisse dieser Untersuchungen sind in Kapitel 6.4 dargestellt.

Die entlang der Aufbaurichtung untersuchte Probe $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-0}^\circ$ erreicht eine Druckfestigkeit von 420 MPa. Diese liegt damit deutlich über der quer zur Aufbaurichtung geprüften Probe $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-90}^\circ$ mit 270 MPa. Diese Ergebnisse stimmen mit den ex-situ durchgeführten Druckversuchen aus Kapitel 6.3.3.2 überein, bei denen die Probe eine Druckfestigkeit in 0° -Richtung von $430,51 \pm 4,94$ MPa und in 90° -Richtung von $279,55 \pm 6,22$ MPa aufweisen. Der signifikante Unterschied zwischen den beiden Prüfrichtungen ist auf die anisotrope Gitterstruktur der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform zurückzuführen. Bereits im linear-elastischen Bereich zeigen beide Proben Risse im metallischen Glas $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$, die auch in den lichtmikroskopischen Aufnahmen der Mikrostruktur des Verbundes sichtbar sind (vgl. Abbildung 6.1 (b) in Kapitel 6.1.2). Die Entstehung der Risse kann entweder durch den Probenpräparationsprozess oder durch den Lasersinterprozess der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform verursacht worden sein, bei dem die hohen Aufheiz- und Abkühlraten zu thermisch induzierten Eigenspannungen führen und plastische Verformungen begünstigen [56].

Beide Proben zeigen sprödes Versagen der metallischen Glasphase und duktilen Versagen der AlSi12-Matrix. Ein vergleichbares Verhalten wurde bereits in anderen mit metallischem Glas verstärkten MMCs beobachtet [10, 221]. In [9, 93] wurde das gleiche Materialsystem ($\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12}$) untersucht, wobei das metallische Glas in Plättchenform vorlag und es sich somit um einen partikelverstärkten MMC handelte. Es wurde ebenfalls eine Abhängigkeit der Druckfestigkeit und des Versagensverhaltens von der Orientierung der

metallischen Glasplättchen festgestellt. In Lichtenberg et al. [9] wurden ex-situ Druckversuche durchgeführt, bei denen die Verbundprobe entlang der Plättchenorientierung eine höhere Druckfestigkeit aufwies als die Proben quer dazu. In Lichtenberg [93] wurde das Schädigungsverhalten von Verbundproben mit einem ähnlichen Verstärkungsanteil von 36 % ebenfalls mittels in-situ Druckversuchen untersucht. Diese zeigen ein vergleichbares Schädigungsverhalten wie die in dieser Arbeit untersuchten Durchdringungsverbunde. Es kommt zu Grenzflächenablösung zwischen den Si-Lamellen bzw. dem Primärsilizium und der α -Aluminiumphase sowie zu sprödem Versagen im metallischen Glas und im Silizium. Die metallischen Glasplättchen versagen sowohl entlang als auch quer zur Plättchenorientierung durch Normalspannungen parallel zur Belastungsrichtung ebenso wie die hier untersuchte $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform. Die entlang der Plättchenorientierung geprüften Proben sind vergleichbar mit der in dieser Arbeit untersuchten Verbundprobe, die entlang der Aufbaurichtung der Preform ($\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-0°) getestet wurde. In beiden Fällen versagt die AlSi12-Matrix durch Schubspannungen im 45°-Winkel zur Belastungsrichtung und es kann ein Abscheren der gesamten Probe beobachtet werden. Während jedoch in [93] eine Grenzflächenablösung zwischen dem metallischen Glas und dem α -Aluminium parallel zur Belastungsrichtung auftritt, erfolgt diese bei dem hier untersuchten Durchdringungsverbund in 45°-Richtung. Die quer zur Plättchenorientierung geprüften Proben können mit der quer zur Aufbaurichtung geprüften Durchdringungsverbundprobe ($\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-90°) verglichen werden. Auch hier zeigt der untersuchte Durchdringungsverbund ein Versagen durch Schubspannungen in der AlSi12-Matrix während in [93] plastische Verformung in der Matrix über die gesamte Probe verteilt ohne Vorzugsrichtung auftritt. Bei beiden Proben ist jedoch am Ende des Versuchs ein Ausbauchen anstelle eines Abscherens der Probe zu beobachten. Die leichten Unterschiede im Versagensverhalten der Verbundproben in [93] im Vergleich zu den in dieser Arbeit untersuchten Proben sind auf die partikelbasierte Verstärkung im Gegensatz zur gitterartigen Verstärkungsstruktur des metallischen Glases zurückzuführen. Allerdings ist auch in [93] nur eine geringe Grenzflächenablösung zwischen dem metallischen Glas und der AlSi12-Matrix zu beobachten.

Im Allgemeinen zeigt sich das Versagen in metallischen Gläsern durch Scherbänder, die sich in einem 45° -Winkel zur Belastungsrichtung ausbreiten [17], wie es bei dem sequentiellen Versagen der einzelnen Gitterstreben in der Preform $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ - 0° unter Druckbelastung der Fall ist (vgl. Abbildung 6.20 in Kapitel 6.3.3.1). Die REM-Aufnahmen der beiden geprüften Proben zeigen jedoch, dass sich bei beiden in-situ Versuchen die Risse in dem metallischen Glas $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ parallel zur Belastungsrichtung ausbreiten. Dies ist in Abbildung 7.15 nochmals schematisch dargestellt, wobei die grauen Pfeile die Belastungsrichtung unter Druck darstellen und die schwarzen Pfeile die Querdehnung in der Probe.

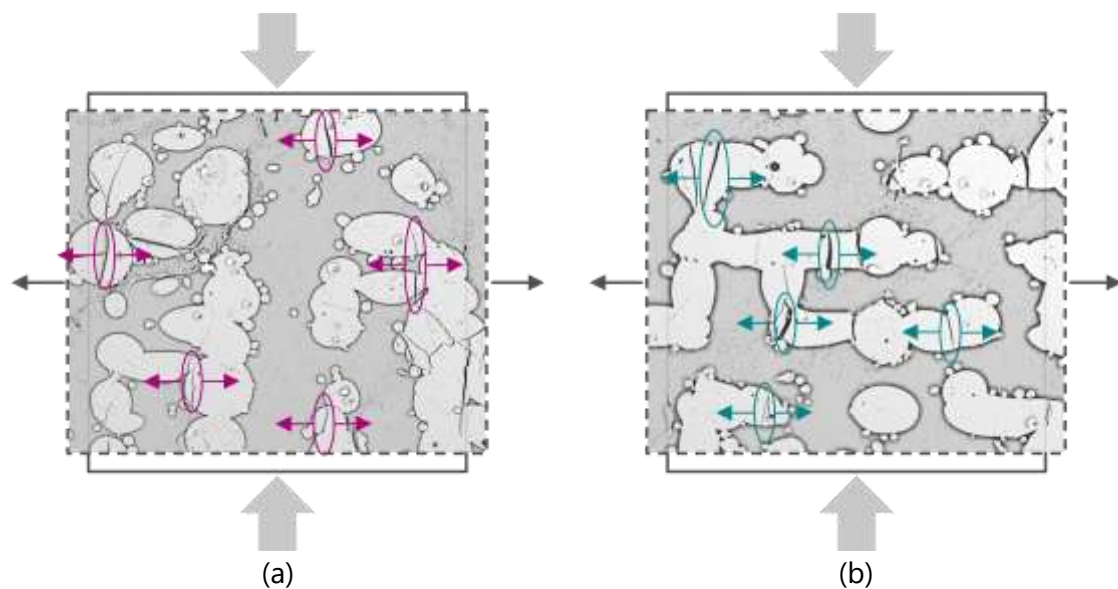


Abbildung 7.15: Schematische Darstellung des Versagens durch Zugspannungen innerhalb der Preform in (a) 0° -Richtung und in (b) 90° -Richtung.

Grund hierfür ist, dass das Versagensverhalten einzelner Phasen in Verbundwerkstoffen stark von der Grenzflächenanbindung und den während dem Herstellungsprozess induzierten Eigenspannungen beeinflusst wird [18]. Eine ähnliche Beobachtung konnte auch in Lichtenberg [93] gemacht werden. Das spröde Versagensverhalten in der metallischen Glasphase parallel zur Belastungsrichtung kann mit dem Modell von Wanner et al. [222] erklärt werden, das zur Beschreibung des Versagens von Fasern in Abhängigkeit der Faserorientierung entwickelt wurde. Nach diesem Modell führt die äußere Druckbelastung zu einer Querdehnung in der Probe und es entwickeln sich „in-situ“-Axialdehnungen in den Fasern die senkrecht zur Belastungsrichtung orientiert sind.

Angewendet auf die gitterartige Struktur der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform werden durch die Druckversuche Zugspannungen in den Gitterstreben senkrecht zur Belastungsrichtung induziert, was zu einem Versagen parallel zur Belastungsrichtung führt. Fasern die parallel zur Belastungsrichtung orientiert sind, versagen hauptsächlich durch Faserknicken [222]. Da in der 3-dimensionalen Gitterstruktur kein Knicken möglich ist, wird das Versagen in den Gitterstreben ebenfalls parallel zur Belastungsrichtung durch Zugspannungen eingeleitet. Bei dem quer zur Aufbaurichtung geprüften Verbund werden somit die fertigungsbedingten Knotenpunkte auf Zug belastet. Da diese am ehesten anfällig für Kristallisation sind (vgl. Kapitel 7.2.2), stellen sie eine mechanische Schwachstelle dar und versagen bei niedrigeren Druckspannungen als die in 0° -Richtung säulenartig aufgebauten Streben.

Die plastischen Verformungen in der Matrixphase werden durch Sprödbrüche in den Si-Lamellen und in dem Primärsilizium verursacht, deren Anzahl mit steigender Belastung zunimmt. Ähnliche Effekte wurden auch bei unverstärkten AlSi-Legierungen unter Druckbeanspruchung beobachtet [223]. In Morbitzer et al. [152] wurde eine AlSi10Mg-Legierung als Matrixwerkstoff verwendet, die mit einem durchdringenden Al_2O_3 -Schaum verstärkt und mittels in-situ Druckversuchen untersucht wurde. Auch hier traten unter steigender Druckbelastung spröde Brüche in den Ausscheidungen sowie lokale Grenzflächenablösungen an den Grenzflächen zwischen den Ausscheidungen und dem α -Aluminium auf.

In beiden Proben, die in 0° - und 90° -Richtung getestet wurden, versagt die AlSi12-Matrix aufgrund von Schubspannungen in einem Winkel von 45° zur Belastungsrichtung. Die Rissausbreitung in der Matrix wird in Verbundwerkstoffen durch die Verstärkungsphase eingeschränkt [5]. In der Probe $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12- 0° ist jedoch ein Abscheren der gesamten Probe zu beobachten. Die Bildung der Scherebene ist vermutlich für den signifikanten Spannungsabfall nach Erreichen der Druckfestigkeit verantwortlich. Selbst am Ende des Versuchs ist die Probe nicht vollständig durch die Scherebene getrennt worden, sondern wird weiterhin durch die Matrixphase zusammengehalten. Ein ähnliches Verhalten wurde auch in [152, 224] beobachtet, die gebrochenen Keramikphasen wurden weiterhin

von einer vernetzten metallischen Matrixphase zusammengehalten. Der Grund hierfür ist, dass die Energie durch plastische Verformung und durch die Verfestigung der Matrixlegierung absorbiert wird. Ein Versagen bei einem Scherwinkel von 45° zur Belastungsrichtung wurde ebenfalls in Veröffentlichungen von Verbundwerkstoffen mit hohem keramischen Verstärkungsanteil beobachtet [152, 225–227].

Bei der Probe $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-90}^\circ$ wird das Versagensverhalten nicht durch Schubspannungen, sondern durch Normalspannungen dominiert. Dies zeigt sich dadurch, dass die Verbundprobe durch Ausbauchen und nicht durch Abscheren versagt. Das bedeutet, dass in dieser Prüfrichtung die Gitterstruktur des metallischen Glases die Schubspannungen der AlSi12-Matrix absorbiert und sich ein konstantes Spannungsplateau bei maximaler Druckfestigkeit einstellt. Ein ähnliches Verhalten wurde auch bei Durchdringungsverbindungen mit einer isotropen Verstärkungsphase aus metallischem Glas beobachtet [14, 15].

7.5.2 Korrelation zwischen Grenzflächenaufbau und Schädigungsverhalten

In Chawla [5] wird beschrieben, dass es in MMCs zwei Arten von Bindungen an den Grenzflächen gibt: mechanische und chemische Bindungen. Eine mechanische Bindung tritt auf, wenn die Verstärkungsphase eine raue Oberfläche aufweist, die eine mechanische Verklammerung mit der Matrix ermöglicht. Eine chemische Bindung entsteht, wenn an der Grenzfläche durch Diffusion und Reaktion der Elemente eine feste Lösung und/oder eine chemische Verbindung entsteht. Normalerweise weisen MMCs mit einer amorphen Verstärkungsphase und einer metallischen Matrix aufgrund des metallischen Charakters beider Phasen eine gute Grenzflächenbindung auf [5, 13, 103, 214]. In der vorliegenden Arbeit zeigt der EDX-Linienscan an der Grenzfläche eine leichte Überlagerung der Elemente des metallischen Glases sowie des Aluminiums der AlSi12-Matrix, was auf eine geringe Interdiffusionsschicht und somit auf eine chemische Bindung zwischen den beiden Phasen hindeuten könnte (vgl. Abbildung 6.4(c) in Kapitel 6.1.3). Diese ist jedoch sehr schwach und spröde, so dass eine durchgehende chemische Grenzflächenbindung nicht

gewährleistet ist. In den STEM-Aufnahmen in Abbildung 6.4 (a) und (b) in Kapitel 6.1.3 ist jedoch auch zu erkennen, dass die Grenzfläche zwischen den beiden Materialien eine raue Struktur aufweist, was auf eine mechanische Bindung hindeuten könnte. Die Nahaufnahme der Oberfläche der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform in Abbildung 7.16 zeigt, dass diese eine raue Struktur besitzt, die vermutlich durch den Lasersinterprozess verursacht wurde.

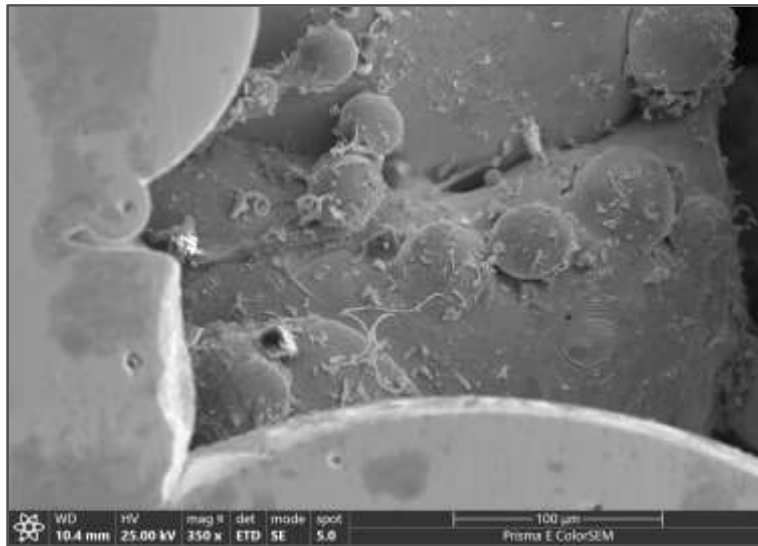


Abbildung 7.16: REM-Aufnahme von der Oberfläche der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform.

Die Ergebnisse der in-situ Druckversuche bestätigen die Annahme einer mechanischen Bindung, da nur geringe Grenzflächenablösung zwischen den beiden Phasen beobachtet werden kann. Die Risse verlaufen nicht exakt an der Grenzfläche, sondern in der Matrix nahe der Grenzfläche. Es ist zu erkennen, dass das Matrixmaterial an der Oberfläche des metallischen Glases haften bleibt. Eine weitere Schwachstelle der Grenzfläche ist die Anlagerung des Primärsiliziums an dem $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$. In diesem Bereich zeigt sich, dass die Risse direkt an der Grenzfläche verlaufen. Für die weitere Untersuchung wurden Härtemessungen an der Grenzfläche zwischen der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform und der AlSi12-Matrix durchgeführt (vgl. Abbildung 6.16 in Kapitel 6.3.1). An den Ecken des Eindrucks ist ein Risswachstum zwischen dem metallischen Glas und der Matrix zu erkennen. Bei näherer Betrachtung wird deutlich, dass die Risse nur entlang der Grenzfläche der Si-Lamellen und dem Primärsilizium zur metallischen Glasphase und dem α -Aluminium verlaufen und nicht weiterwachsen. Dieses Verhalten wurde auch in [93] beobachtet und deutet auf eine gute mechanische Grenzflächenanbindung hin, wodurch die getroffenen Annahmen bestätigt

werden kann. Die TEM-Ergebnisse in Korrelation mit den in-situ-Untersuchungen zeigen, dass aufgrund der mechanischen Verzahnung sowie der Schrumpfung der Aluminiumschmelze nach der Infiltration eine gute Grenzflächenanbindung erzielt werden konnte.

8 Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit konnte erfolgreich eine offenporige und mechanisch stabile Gitterstruktur aus dem metallischen Glas $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ mittels pulverbettbasiertem Laserstrahlschmelzen hergestellt werden. Die durchgeführte Parameterstudie führte zur Entwicklung einer Druckstrategie mit bidirektionaler Schraffur ohne Perimeterscan und einem Rotationswinkel der Schraffurvektoren von 90° zwischen zwei aufeinanderfolgenden Schichten sowie optimierten Laserparametern. Dadurch konnte die amorphe Struktur des metallischen Glases weitgehend erhalten und der kristalline Anteil auf 14,72 % reduziert werden. Die Preform weist eine offene Porosität von 62,28 % ($V_r = 37,72\%$) auf.

Partielle Kristallisation, auch Nanokristallisation genannt, ist ein häufig auftretender Effekt, der durch Wiedererwärmung von zuvor erstarrtem Material in den HAZs entsteht. Bei der hier hergestellten $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform ist davon auszugehen, dass sich in den Knotenpunkten der einzelnen gedruckten Linien HAZ-Bereiche bilden und somit dort Nanokristallisation auftritt. Die Gitterstruktur der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform weist auf makroskopischer Ebene eine anisotrope Struktur in und quer zur Aufbaurichtung auf. REM- und lichtmikroskopische Aufnahmen zeigen, dass einzelne Schichten während des LPBF-Prozesses miteinander verschmolzen sind. Die säulenartige Struktur entsteht dadurch, dass in den Knotenpunkten der einzelnen gedruckten Linien das Pulver in jeder einzelnen Schicht aufgeschmolzen wird, während die Linien zwischen den Knotenpunkten nur in jeder zweiten Schicht aufgeschmolzen werden. Trotz der makroskopisch inhomogenen Gitterstruktur der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform zeigt die EDX-Analyse eine weitgehend homogene Mikrostruktur ohne ausgeprägte Clusterbildung oder Phasenseparation. Bei höherer Auflösung wird eine leichte Inhomogenität in der Verteilung von Nickel und Tantal sichtbar. Aufgrund des geringen Energieeintrags während des LPBF-Prozesses und des geringen Kristallisationsanteils hat diese Inhomogenität jedoch keinen signifikanten Einfluss auf die Kristallisationsbildung.

Darüber hinaus zeigen REM- und lichtmikroskopische Aufnahmen der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform herstellungsbedingte Defekte wie eingeschlossene Gasporen und Risse in den

Gitterstäben sowie nicht aufgeschmolzene Pulverpartikel, die fest mit den Gitterstäben versintert sind. Die Poren haben eine gleichmäßige sphärische Morphologie und treten sowohl innerhalb der Gitterstreben als auch in den einzelnen, fest mit den Gitterstreben versinterten Pulverpartikeln auf. Dies deutet darauf hin, dass während der Pulverherstellung im Gasverdünnungsprozess Gas in die Pulverpartikel eingeschlossen wurde. Die Rissbildung ist auf thermisch induzierte Eigenspannungen aufgrund der hohen Aufheiz- und Abkühlraten während des Prozesses zurückzuführen. Da metallische Gläser aufgrund ihrer amorphen Struktur kaum plastisch verformbar sind, führen Eigenspannungen zum Sprödbruch.

Die laserbasierte Herstellung der Preform bietet noch weiteres Entwicklungspotenzial. Durch eine gezielte Anpassung der Druckstrategie und der Druckparameter könnte die Gittergeometrie und damit der Verstärkungsvolumenanteil im Verbund sowie der Einfluss auf die mechanische Festigkeit und das Schädigungsverhalten optimiert bzw. eine gewünschte Anisotropie eingestellt werden. Darüber hinaus könnte durch eine weitere Optimierung der Druckparameter der Kristallisationsanteil weiter reduziert und damit die amorphe Struktur der Preform verbessert werden. Ein weiteres Forschungsfeld stellt die Übertragbarkeit der ermittelten Prozessparameter auf andere metallische Gläser dar, um die Vielseitigkeit des Verfahrens für unterschiedliche Legierungszusammensetzungen zu evaluieren.

Die an der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform durchgeführten DSC-Messungen zeigen, dass die Kristallisationstemperatur des metallischen Glases oberhalb der Schmelztemperatur der AlSi12-Legierung liegt. Somit konnte im Gasdruckinfiltrationsprozess eine ausreichend hohe Prozesstemperatur gewählt werden, um eine vollständige Infiltration der Preform mit AlSi12 zu gewährleisten, ohne unerwünschte Kristallisation im metallischen Glas zu verursachen. Nachfolgende XRD-Messungen bestätigen den Erhalt der amorphen Struktur. Der hergestellte Verbund weist eine hohe Infiltrationsqualität auf. Lunker und kleine Poren sind, abgesehen von der geschlossenen Porosität in der Preform, nur sehr vereinzelt zu beobachten und selbst kleinste Bereiche zwischen den Pulverpartikeln und Risse in den Streben der Gitterstruktur sind mit Matrixmaterial gefüllt.

Die anisotrope Geometrie der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform in und quer zur Aufbaurichtung spiegelt sich in den Ergebnissen der thermischen und mechanischen Charakterisierung wider. Obwohl die thermische Ausdehnung der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform in und quer zur Aufbaurichtung bei 500°C einen ähnlichen Wert erreicht, zeigt die Preform quer zur Aufbaurichtung ab dem ersten Abkühlzyklus eine verbleibende negative thermische Ausdehnung, während die Preform in Aufbaurichtung sowohl beim Aufheizen als auch beim Abkühlen über alle drei Temperaturzyklen einen linearen Verlauf aufweist. Der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-Verbund zeigt ein deutlich stärker ausgeprägtes anisotropes Verhalten in Abhängigkeit von der Aufbaurichtung der Preform. Insgesamt liegen die Werte der thermischen Ausdehnung des Verbundes zwischen denen der Preform und der unverstärkten AlSi12-Matrix. Während der Verbund quer zur Aufbaurichtung der Preform im Bereich der thermischen Ausdehnung der unverstärkten AlSi12-Matrix liegt, erreicht der Verbund in Aufbaurichtung ähnliche Werte wie die reine Preform. Dieses Verhalten ist auch bei den Ergebnissen des thermischen Ausdehnungskoeffizienten zu beobachten und führt zu der Erkenntnis, dass das thermische Verhalten des Verbundes in Aufbaurichtung maßgeblich durch die $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform und quer zur Aufbaurichtung durch die AlSi12-Matrix dominiert wird. Unter Berücksichtigung der Anisotropie wird der thermische Ausdehnungskoeffizient des Verbundes am besten durch das Schapery-Modell beschrieben. Durch weitere thermische Charakterisierungen konnten im Rahmen dieser Arbeit die spezifische Wärmekapazität der Preform und des Verbundes sowie die Wärmeleitfähigkeit des Verbundes bestimmt werden.

Die mechanische Charakterisierung umfasst die Bestimmung der Härte des metallischen Glases sowie die Bestimmung der elastischen und elastisch-plastischen Eigenschaften der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform und des Verbundes. Der E-Modul des metallischen Glases wurde mittels Nanoindentation bestimmt, jedoch ergaben die Messergebnisse im Vergleich zu Literaturwerten einen zu hohen Wert. Daher wurde im Rahmen dieser Arbeit für die Berechnungen der mikro- und thermomechanischen Modelle sowie für die numerische Simulation auf einen bekannten Literaturwert zurückgegriffen. Der E-Modul des Verbundes wurde in allen drei Raumrichtungen mittels UPS bestimmt. Entlang der Aufbaurichtung der Preform weist der Verbund einen etwas höheren E-Modul auf als quer dazu auf. Der

Vergleich mit den mikromechanischen Modellen in Abhängigkeit vom Verstärkungsvolumengehalt zeigt, dass die Werte des E-Moduls quer zur Aufbaurichtung oberhalb der unteren Grenze des Reuss-Modells liegen, während der Wert entlang der Aufbaurichtung sich den unteren Grenzen der Modelle nach Hashin-Shtrikman, Ravichandran und Tuchinskii annähert.

Zur Untersuchung der elastisch-plastischen Eigenschaften der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform und des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-Verbundes wurden quasistatische Druckversuche durchgeführt. Auch hier spiegelt sich die Anisotropie der Preform in den Druckspannungs-Stauchungskurven wider. Sowohl die reine $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform als auch der Verbund erreichen in Aufbaurichtung höhere Druckfestigkeiten als quer zur Aufbaurichtung. Die FE-Simulation der Druckfestigkeit des Verbundes liefert realistische Werte in Aufbaurichtung, während quer zur Aufbaurichtung eine zu hohe Druckfestigkeit bei zu geringer Stauchung vorhergesagt wird. Dies ist vermutlich auf die quaderförmige Geometrie der Gitterstreben und die als feste Verbindung modellierte Grenzflächenverbindung zurückzuführen. Zudem treten in den Knotenpunkten senkrecht zur Belastungsrichtung Zugspannungen auf, die aufgrund der erhöhten Anfälligkeit für Kristallisation eine mechanische Schwachstelle darstellen, was im Modell nicht berücksichtigt wurde. Die Simulation zeigt somit, dass die mechanische Festigkeit der Knotenpunkte in der Preform, insbesondere quer zur Aufbaurichtung, einen entscheidenden Einfluss auf die Druckfestigkeit hat.

Die Untersuchung der Druckfestigkeit des Verbundes bei erhöhter Temperatur zeigt, dass die thermische Stabilität der AlSi12-Matrix mit steigender Temperatur abnimmt und der Verbund somit eine geringere Druckfestigkeit erreicht. Thermisch vorbehandelte Verbundproben in Form von Relaxationsglühen und thermischen Temperaturzyklen zeigen hingegen einen leichten Anstieg in der Druckfestigkeit.

Darüber hinaus wurden die Grenzflächenanbindung und das Schädigungsverhalten des Verbundes, sowie deren Zusammenhang untersucht. Die Eigenschaften der Grenzfläche in MMCs sind von entscheidender Bedeutung für die makroskopischen Eigenschaften des Verbundwerkstoffes. Eine schlechte Bindung zwischen der Matrix und der Verstärkungsphase sowie Poren oder die Bildung spröder intermetallischer Phasen können

die mechanischen Eigenschaften des Verbundes beeinträchtigen. Die Grenzfläche zwischen dem metallischen Glas und der AlSi12-Matrix weist in den lichtmikroskopischen und TEM-Aufnahmen keine ausgeprägte Reaktionsschicht auf, die zu einer Verschlechterung der Verbundeigenschaften aufgrund von Degradation der Verstärkungsphase oder Versprödung führen könnte. Allerdings wurde eine dünne Interdiffusionsschicht aus Aluminium und den Legierungselementen des metallischen Glases beobachtet, die durch Diffusionsvorgänge während der Infiltration entstanden ist. Diese Schicht ist jedoch sehr dünn, was auf eine hohe Beständigkeit des metallischen Glases gegenüber Aluminium hinweist. Gleichzeitig zeigen TEM-Untersuchungen eine Sauerstoffanreicherung an der Grenzfläche, die auf eine Reaktion mit den sauerstoffaffinen Elementen Nickel und Niob während der Infiltration zurückzuführen ist. Normalerweise sorgen dünne Interdiffusionsschichten für eine gute Grenzflächenanbindung. Jedoch konnte beim Ausdünnen der Lamelle für die TEM-Untersuchungen beobachtet werden, dass der Grenzflächenbereich zwischen dem metallischen Glas und der AlSi12-Matrix sehr spröde ist und sich mit abnehmender Lamellendicke Risse entlang der Grenzfläche bildeten. Dies konnte durch an der Grenzfläche durchgeführte Härteeindrücke bestätigt werden.

Das Schädigungsverhalten sowie die Schädigungsmechanismen unter Druckbeanspruchung wurden durch in-situ Druckversuche im REM in und quer zur Aufbaurichtung untersucht. Beide Proben zeigen sprödes Versagen der metallischen Glasphase und duktiles Versagen der AlSi12-Matrix. Während die Preform durch Normalspannungen parallel zur Belastungsrichtung versagt, zeigt die AlSi12-Matrix ein Schubspannungsversagen im 45°-Winkel zur Belastungsrichtung. Insgesamt zeigt sich, dass das Versagensverhalten in der Verbundprobe entlang der Aufbaurichtung von Schubspannungen dominiert wird, die zum Abscheren der gesamten Probe führen, und die Verbundprobe quer zur Aufbaurichtung von Normalspannungen dominiert wird, die zu einem Ausbauchen der Probe am Ende des Versuchs führen. Darüber hinaus zeigen die in-situ-Druckversuche nur eine geringe Grenzflächenablösung zwischen dem metallischen Glas und der AlSi12-Matrix. Die Risse verlaufen nicht exakt an der Grenzfläche, sondern in der Matrix nahe der Grenzfläche. Es ist zu erkennen, dass das Matrixmaterial an der

Oberfläche des metallischen Glases haften bleibt. Die TEM-Ergebnisse in Korrelation mit den in-situ-Untersuchungen zeigen, dass aufgrund der mechanischen Verzahnung sowie der Schrumpfung der Aluminiumschmelze nach der Infiltration eine gute Grenzflächenanbindung erzielt werden konnte.

Im Rahmen dieser Arbeit konnte ein umfassendes Verständnis der Prozess-Struktur-Eigenschafts-Beziehungen und ein ganzheitliches Werkstoffverständnis für den schmelzmetallurgisch hergestellten, interpenetrierenden Metallmatrixverbundwerkstoff auf Basis des metallischen Glases $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ erzielt werden.

Literaturverzeichnis

Die fett gedruckten Literaturangaben beziehen sich auf eigene Veröffentlichungen.

- [1] Suryanarayana C, Inoue A. Bulk Metallic Glasses. CRC Press; 2010.
doi:10.1201/9781420085976
- [2] Inoue A, Shen B, Koshiha H, et al. Cobalt-based bulk glassy alloy with ultrahigh strength and soft magnetic properties. *Nature Materials* 2003; 2: 661–663.
doi:10.1038/nmat982
- [3] Schroers J. Processing of bulk metallic glass. *Advanced Materials* 2010; 22: 1566–1597. doi:10.1002/adma.200902776
- [4] Ashby M, Greer A. Metallic glasses as structural materials. *Scripta Materialia* 2006; 54: 321–326. doi:10.1016/j.scriptamat.2005.09.051
- [5] Chawla N, Chawla KK. *Metal Matrix Composites*. Boston, MA: Springer; 2013
- [6] Clarke DR. Interpenetrating Phase Composites. *Journal of the American Ceramic Society* 1992; 75: 739–758. doi:10.1111/j.1151-2916.1992.tb04138.x
- [7] Scudino S, Surreddi KB, Sager S, et al. Production and mechanical properties of metallic glass-reinforced Al-based metal matrix composites. *Journal of Materials Science Letters* 2008; 43: 4518–4526. doi:10.1007/s10853-008-2647-5
- [8] Dudina DV, Georgarakis K, Aljerf M, et al. Cu-based metallic glass particle additions to significantly improve overall compressive properties of an Al alloy. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 2010; 41: 1551–1557.
doi:10.1016/j.compositesa.2010.07.004
- [9] Lichtenberg K, Weidenmann KA. Innovative aluminum based metallic glass particle reinforced MMCs produced by gas pressure infiltration. *Materials Science Forum* 2015; 825-826: 101–108. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.825-826.101
- [10] Scudino S, Liu G, Prashanth KG, et al. Mechanical properties of Al-based metal matrix composites reinforced with Zr-based glassy particles produced by powder metallurgy. *Acta Materialia* 2009; 57: 2029–2039. doi:10.1016/j.actamat.2009.01.010

- [11] Cytron SJ. A metallic glass-metal matrix composite. *Journal of Materials Science Letters* 1982; 1: 211–213. doi:10.1007/BF00724898
- [12] Dudina DV, Georgarakis K, Li Y, et al. A magnesium alloy matrix composite reinforced with metallic glass. *Composites Science and Technology* 2009; 69: 2734–2736. doi:10.1016/j.compscitech.2009.08.001
- [13] Yu P, Kim KB, Das J, et al. Fabrication and mechanical properties of Ni–Nb metallic glass particle-reinforced Al-based metal matrix composite. *Scripta Materialia* 2006; 54: 1445–1450. doi:10.1016/j.scriptamat.2006.01.001
- [14] Sun Y, Zhang HF, Wang AM, et al. Mg-based metallic glass/titanium interpenetrating phase composite with high mechanical performance. *Applied Physics Letters* 2009; 95: 171910. doi:10.1063/1.3257699
- [15] Zhang H, Wang A, Li H, et al. Quasi-static compressive property of metallic glass/porous tungsten bi-continuous phase composite. *Journal of Materials Research* 2006; 21: 1351–1354. doi:10.1557/jmr.2006.0166
- [16] Greer AL. Metallic glasses. *Science* 1995; 267: 1947–1953. doi:10.1126/science.267.5206.1947
- [17] Johnson WL. Bulk glass-forming metallic alloys: Science and technology. *MRS Bull* 1999; 24: 42–56. doi:10.1557/S0883769400053252
- [18] Jayalakshmi S, Gupta M. *Metallic amorphous alloy reinforcements in light metal matrices*. Cham: Springer; 2015
- [19] Predel B. Thermodynamic investigations on the formation and decomposition of metallic glasses. *Physica B+C* 1981; 103: 113–122. doi:10.1016/0378-4363(81)91006-8
- [20] Haruyama O, Yokoyama Y, Inoue A. Precise Measurement of Density in the Isothermal Relaxation Processes of Pd_{42.5}Cu₃₀Ni_{7.5}P₂₀ and Zr₅₀Cu₄₀Al₁₀ Glasses. *Materials Transactions* 2007; 48: 1708–1710. doi:10.2320/matertrans.MJ200772
- [21] Chen HS. Glassy metals. *Reports on Progress in Physics* 1980; 43: 353–432. doi:10.1088/0034-4885/43/4/001

- [22] Inoue A. High Strength Bulk Amorphous Alloys with Low Critical Cooling Rates (Overview). *Materials Transactions, JIM* 1995; 36: 866–875.
doi:10.2320/matertrans1989.36.866
- [23] Inoue A. Stabilization of Supercooled Liquid and Opening-up of Bulk Glassy Alloys. *Proceedings of the Japan Academy, Series B* 1997; 73: 19–24. doi:10.2183/pjab.73.19
- [24] Inoue A, Zhang T, Takeuchi A. Ferrous and Nonferrous Bulk Amorphous Alloys. *Materials Science Forum* 1998; 269-272: 855–864.
doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.269-272.855
- [25] Greer AL. Confusion by design. *Nature* 1993; 366: 303–304. doi:10.1038/366303a0
- [26] Louzguine DV, Inoue A. Electronegativity of the constituent rare-earth metals as a factor stabilizing the supercooled liquid region in Al-based metallic glasses. *Applied Physics Letters* 2001; 79: 3410–3412. doi:10.1063/1.1420781
- [27] Inoue A. Stabilization of metallic supercooled liquid and bulk amorphous alloys. *Acta Materialia* 2000; 48: 279–306. doi:10.1016/S1359-6454(99)00300-6
- [28] Turnbull D. Under what conditions can a glass be formed? *Contemporary Physics* 1969; 10: 473–488. doi:10.1080/00107516908204405
- [29] Inoue A. Bulk amorphous alloys with soft and hard magnetic properties. *Materials Science and Engineering: A* 1997; 226-228: 357–363. doi:10.1016/S0921-5093(97)80049-4
- [30] Lu ZP, Liu CT. A new glass-forming ability criterion for bulk metallic glasses. *Acta Materialia* 2002; 50: 3501–3512. doi:10.1016/S1359-6454(02)00166-0
- [31] Lu ZP, Liu CT. Glass formation criterion for various glass-forming systems. *Phys Rev Lett* 2003; 91: 115505. doi:10.1103/PhysRevLett.91.115505
- [32] Nishiyama N, Inoue A. Stability and nucleation behavior of glass-forming Pd–Cu–Ni–P alloy with a critical cooling rate of 0.067 K/s. *Intermetallics* 2002; 10: 1141–1147. doi:10.1016/S0966-9795(02)00151-6
- [33] Inoue A, Takeuchi A. Recent development and application products of bulk glassy alloys. *Acta Materialia* 2011; 59: 2243–2267. doi:10.1016/j.actamat.2010.11.027

- [34] Inoue A, Nishiyama N, Kimura H. Preparation and Thermal Stability of Bulk Amorphous Pd₄₀Cu₃₀Ni₁₀P₂₀ Alloy Cylinder of 72 mm in Diameter. *Materials Transactions, JIM* 1997; 38: 179–183. doi:10.2320/matertrans1989.38.179
- [35] Tkatch VI, Limanovskii AI, Denisenko SN, et al. The effect of the melt-spinning processing parameters on the rate of cooling. *Materials Science and Engineering: A* 2002; 323: 91–96. doi:10.1016/S0921-5093(01)01346-6
- [36] Ramasamy P, Szabo A, Borzel S, et al. High pressure die casting of Fe-based metallic glass. *Sci Rep* 2016; 6: 35258. doi:10.1038/srep35258
- [37] Laws KJ, Gun B, Ferry M. Large-scale production of Ca₆₅Mg₁₅Zn₂₀ bulk metallic glass samples by low-pressure die-casting. *Materials Science and Engineering: A* 2008; 475: 348–354. doi:10.1016/j.msea.2007.04.059
- [38] Chen ZP, Gao JE, Wu Y, et al. Designing novel bulk metallic glass composites with a high aluminum content. *Sci Rep* 2013; 3: 3353. doi:10.1038/srep03353
- [39] Wang AP, Zhang T, Wang JQ. Ni-based fully amorphous metallic coating with high corrosion resistance. *Philosophical Magazine Letters* 2006; 86: 5–11. doi:10.1080/09500830500479718
- [40] Ciftci N, Ellendt N, Soares Barreto E, et al. Increasing the amorphous yield of {(Fe 0.6 Co 0.4) 0.75 B 0.2 Si 0.05 } 96 Nb 4 powders by hot gas atomization. *Advanced Powder Technology* 2018; 29: 380–385. doi:10.1016/j.appt.2017.11.025
- [41] Ciftci N, Ellendt N, Borgen R von, et al. Atomization and characterization of a glass forming alloy {(Fe0.6Co0.4)0.75B0.2Si0.05}96Nb4. *Journal of Non-Crystalline Solids* 2014; 394-395: 36–42. doi:10.1016/j.jnoncrysol.2014.03.023
- [42] Soares Barreto E, Frey M, Wegner J, et al. Properties of gas-atomized Cu-Ti-based metallic glass powders for additive manufacturing. *Materials & Design* 2022; 215: 110519. doi:10.1016/j.matdes.2022.110519
- [43] Pauly S, Schricker C, Scudino S, et al. Processing a glass-forming Zr-based alloy by selective laser melting. *Materials & Design* 2017; 135: 133–141. doi:10.1016/j.matdes.2017.08.070
- [44] Sohrabi N, Jhabvala J, Kurtuldu G, et al. Characterization, mechanical properties and dimensional accuracy of a Zr-based bulk metallic glass manufactured via laser

- powder-bed fusion. *Materials & Design* 2021; 199: 109400.
doi:10.1016/j.matdes.2020.109400
- [45] Di Ouyang, Xing W, Li N, et al. Structural evolutions in 3D-printed Fe-based metallic glass fabricated by selective laser melting. *Additive Manufacturing* 2018; 23: 246–252. doi:10.1016/j.addma.2018.08.020
- [46] Pauly S, Löber L, Petters R, et al. Processing metallic glasses by selective laser melting. *Materials Today* 2013; 16: 37–41. doi:10.1016/j.mattod.2013.01.018
- [47] Su S, Lu Y. Laser directed energy deposition of Zr-based bulk metallic glass composite with tensile strength. *Materials Letters* 2019; 247: 79–81.
doi:10.1016/j.matlet.2019.03.111
- [48] Bordeenithikasem P, Hofmann DC, Firdosy S, et al. Controlling microstructure of FeCrMoBC amorphous metal matrix composites via laser directed energy deposition. *Journal of Alloys and Compounds* 2021; 857: 157537.
doi:10.1016/j.jallcom.2020.157537
- [49] Liu S, Dhiman A, Shin YC, et al. In-situ synthesis of Zr-based bulk metallic glass composites with periodic amorphous-crystalline microstructure for improved ductility via laser direct deposition. *Intermetallics* 2019; 111: 106503.
doi:10.1016/j.intermet.2019.106503
- [50] Shen Y, Li Y, Chen C, et al. 3D printing of large, complex metallic glass structures. *Materials & Design* 2017; 117: 213–222. doi:10.1016/j.matdes.2016.12.087
- [51] Li Y, Shen Y, Leu MC, et al. Building Zr-based metallic glass part on Ti-6Al-4V substrate by laser-foil-printing additive manufacturing. *Acta Materialia* 2018; 144: 810–821. doi:10.1016/j.actamat.2017.11.046
- [52] Li Y, Shen Y, Chen C, et al. Building metallic glass structures on crystalline metal substrates by laser-foil-printing additive manufacturing. *Journal of Materials Processing Technology* 2017; 248: 249–261. doi:10.1016/j.jmatprotec.2017.05.032
- [53] Wu W, Jiang J, Li G, et al. Ultrasonic additive manufacturing of bulk Ni-based metallic glass. *Journal of Non-Crystalline Solids* 2019; 506: 1–5.
doi:10.1016/j.jnoncrysol.2018.12.008

- [54] Gibson MA, Mykulowycz NM, Shim J, et al. 3D printing metals like thermoplastics: Fused filament fabrication of metallic glasses. *Materials Today* 2018; 21: 697–702. doi:10.1016/j.mattod.2018.07.001
- [55] Di Ouyang, Li N, Xing W, et al. 3D printing of crack-free high strength Zr-based bulk metallic glass composite by selective laser melting. *Intermetallics* 2017; 90: 128–134. doi:10.1016/j.intermet.2017.07.010
- [56] Gu DD, Meiners W, Wissenbach K, et al. Laser additive manufacturing of metallic components: materials, processes and mechanisms. *International Materials Reviews* 2012; 57: 133–164. doi:10.1179/1743280411Y.0000000014
- [57] Li X. Additive manufacturing of advanced multi-component alloys: Bulk metallic glasses and high entropy alloys. *Advanced Engineering Materials* 2018; 20: 1700874. doi:10.1002/adem.201700874
- [58] Jung HY, Choi SJ, Prashanth KG, et al. Fabrication of Fe-based bulk metallic glass by selective laser melting: A parameter study. *Materials & Design* 2015; 86: 703–708. doi:10.1016/j.matdes.2015.07.145
- [59] Deng L, Wang S, Wang P, et al. Selective laser melting of a Ti-based bulk metallic glass. *Materials Letters* 2018; 212: 346–349. doi:10.1016/j.matlet.2017.10.130
- [60] Li XP, Kang CW, Huang H, et al. Selective laser melting of an Al₈₆Ni₆Y_{4.5}Co₂La_{1.5} metallic glass: Processing, microstructure evolution and mechanical properties. *Materials Science and Engineering: A* 2014; 606: 370–379. doi:10.1016/j.msea.2014.03.097
- [61] Sohrabi N, Jhabvala J, Kurtuldu G, et al. Additive manufacturing of a precious bulk metallic glass. *Applied Materials Today* 2021; 24: 101080. doi:10.1016/j.apmt.2021.101080
- [62] Yang C, Zhang C, Xing W, et al. 3D printing of Zr-based bulk metallic glasses with complex geometries and enhanced catalytic properties. *Intermetallics* 2018; 94: 22–28. doi:10.1016/j.intermet.2017.12.018
- [63] Zhang Y, Lin X, Wang L, et al. Microstructural analysis of Zr₅₅Cu₃₀Al₁₀Ni₅ bulk metallic glasses by laser surface remelting and laser solid forming. *Intermetallics* 2015; 66: 22–30. doi:10.1016/j.intermet.2015.06.007

- [64] Lee M, Bae D, Kim W, et al. Ni-based refractory bulk amorphous alloys with high thermal stability. *Materials Transactions* 2003; 44: 2084–2087.
doi:10.2320/matertrans.44.2084
- [65] van den Beukel A, Radelaar S. On the kinetics of structural relaxation in metallic glasses. *Acta Metallurgica* 1983; 31: 419–427. doi:10.1016/0001-6160(83)90219-5
- [66] Egami T. Structural relaxation in metallic glasses. *Annals of the New York Academy of Sciences* 1981; 371: 238–251. doi:10.1111/j.1749-6632.1981.tb55664.x
- [67] Tiwari G, Ramanujan R, Gonal M, et al. Structural relaxation in metallic glasses. *Materials Science and Engineering: A* 2001; 304-306: 499–504. doi:10.1016/S0921-5093(00)01503-3
- [68] Chen HS. Structural relaxation in metallic glasses. In: Luborsky FE, Hrsg. *Amorphous Metallic Alloys*. Butterworth-Heinemann Ltd; 1983: 169–186
- [69] Kato H, Chen H-S, Inoue A. Relationship between thermal expansion coefficient and glass transition temperature in metallic glasses. *Scripta Materialia* 2008; 58: 1106–1109. doi:10.1016/j.scriptamat.2008.02.006
- [70] WANG Y, BIAN X, JIA R. Effects of cooling rate on thermal expansion of Cu₄₉Hf₄₂Al₉ metallic glass. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* 2011; 21: 2031–2036. doi:10.1016/S1003-6326(11)60968-0
- [71] Inoue A, Shen BL, Chang CT. Fe- and Co-based bulk glassy alloys with ultrahigh strength of over 4000MPa. *Intermetallics* 2006; 14: 936–944.
doi:10.1016/j.intermet.2006.01.038
- [72] Inoue A. Bulk amorphous and nanocrystalline alloys with high functional properties. *Materials Science and Engineering: A* 2001; 304-306: 1–10. doi:10.1016/S0921-5093(00)01551-3
- [73] Inoue A, Zhang W, Zhang T, et al. Thermal and Mechanical Properties of Cu-Based Cu-Zr-Ti Bulk Glassy Alloys. *Materials Transactions* 2001; 42: 1149–1151.
doi:10.2320/matertrans.42.1149
- [74] Zhang T, Inoue A. New Bulk Glassy Ni-Based Alloys with High Strength of 3000 MPa. *Materials Transactions* 2002; 43: 708–711. doi:10.2320/matertrans.43.708

- [75] Conner RD, Choi-Yim H, Johnson WL. Mechanical properties of Zr₅₇Nb₅Al₁₀Cu_{15.4}Ni_{12.6} metallic glass matrix particulate composites. *Journal of Materials Research* 1999; 14: 3292–3297. doi:10.1557/JMR.1999.0445
- [76] Zhang Z, Eckert J, Schultz L. Difference in compressive and tensile fracture mechanisms of Zr₅₉Cu₂₀Al₁₀Ni₈Ti₃ bulk metallic glass. *Acta Materialia* 2003; 51: 1167–1179. doi:10.1016/S1359-6454(02)00521-9
- [77] Liu YH, Liu CT, Wang WH, et al. Thermodynamic origins of shear band formation and the universal scaling law of metallic glass strength. *Phys Rev Lett* 2009; 103: 65504. doi:10.1103/PhysRevLett.103.065504
- [78] Lu Y, Zhang H, Li H, et al. Crystallization prediction on laser three-dimensional printing of Zr-based bulk metallic glass. *Journal of Non-Crystalline Solids* 2017; 461: 12–17. doi:10.1016/j.jnoncrysol.2017.01.038
- [79] Simchi A. Direct laser sintering of metal powders: Mechanism, kinetics and microstructural features. *Materials Science and Engineering: A* 2006; 428: 148–158. doi:10.1016/j.msea.2006.04.117
- [80] Sohrabi N, Panikar RS, Jhabvala J, et al. Laser coating of a Zr-based metallic glass on an aluminum substrate. *Surface and Coatings Technology* 2020; 400: 126223. doi:10.1016/j.surfcoat.2020.126223
- [81] Sohrabi N, Jhabvala J, Logé RE. Additive Manufacturing of Bulk Metallic Glasses—Process, Challenges and Properties: A Review. *Metals* 2021; 11: 1279. doi:10.3390/met11081279
- [82] Hojjatzadeh SMH, Parab ND, Guo Q, et al. Direct observation of pore formation mechanisms during LPBF additive manufacturing process and high energy density laser welding. *International Journal of Machine Tools and Manufacture* 2020; 153: 103555. doi:10.1016/j.ijmachtools.2020.103555
- [83] King WE, Barth HD, Castillo VM, et al. Observation of keyhole-mode laser melting in laser powder-bed fusion additive manufacturing. *Journal of Materials Processing Technology* 2014; 214: 2915–2925. doi:10.1016/j.jmatprotec.2014.06.005
- [84] Bayat M, Thanki A, Mohanty S, et al. Keyhole-induced porosities in Laser-based Powder Bed Fusion (L-PBF) of Ti₆Al₄V: High-fidelity modelling and experimental

- validation. *Additive Manufacturing* 2019; 30: 100835.
doi:10.1016/j.addma.2019.100835
- [85] Rösler J, Harders H, Bäker M. *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe*. Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden; 2019. doi:10.1007/978-3-658-26802-2
- [86] Gay D. *Composite Materials*. Boca Raton: CRC Press; 2022.
doi:10.1201/9781003195788
- [87] Polmear IJ, StJohn D, Nie J-F, Qian M. *Light alloys: Metallurgy of the light metals*. 5th ed. Kidlington, Oxford, Cambridge, MA: Butterworth-Heinemann; 2017
- [88] Waku Y, Suzuki M, Oda Y, et al. Simultaneous improvement of the strength and fracture toughness of MgO-Al₂O₃-SiO₂ glass/Mo composites by the microdispersion of flaky Mo particles. *Journal of Materials Science* 2000; 35: 2955–2963. doi:10.1023/A:1004774626026
- [89] Dandliker RB, Conner RD, Johnson WL. Melt infiltration casting of bulk metallic-glass matrix composites. *Journal of Materials Research* 1998; 13: 2896–2901.
doi:10.1557/JMR.1998.0396
- [90] Minay EJ, Veronesi P, Cannillo V, et al. Control of pore size by metallic fibres in glass matrix composite foams produced by microwave heating. *Journal of the European Ceramic Society* 2004; 24: 3203–3208. doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2003.11.015
- [91] Georgarakis K, Dudina DV, Kvashnin VI. *Metallic Glass-Reinforced Metal Matrix Composites: Design, Interfaces and Properties*. Materials (Basel) 2022; 15.
doi:10.3390/ma15238278
- [92] Fujii H, Sun Y, Inada K, et al. Fabrication of Fe-Based Metallic Glass Particle Reinforced Al-Based Composite Materials by Friction Stir Processing. *Materials Transactions* 2011; 52: 1634–1640. doi:10.2320/matertrans.M2011094
- [93] Lichtenberg K. *Metallmatrixverbunde mit Verstärkungselementen aus metallischem Glas Ni₆₀Nb₂₀Ta₂₀. Herstellung und Charakterisierung [Dissertation]*. Karlsruhe, Germany: Karlsruhe Institute of Technology; 2017
- [94] Needleman A, Nutt SR, Suresh S, Tvergaard V. Matrix, Reinforcement, and Interfacial Failure. In: Suresh S, Mortensen A, Needleman A, eds. *Fundamentals of metal-matrix composites*. Boston: Butterworth-Heinemann; 1993: 233–250

- [95] Wang Z, Georgarakis K, Nakayama KS, et al. Microstructure and mechanical behavior of metallic glass fiber-reinforced Al alloy matrix composites. *Sci Rep* 2016; 6: 24384. doi:10.1038/srep24384
- [96] Avettand-Fènoël M-N, Netto N, Simar A, et al. Design of a metallic glass dispersion in pure copper by friction stir processing. *Journal of Alloys and Compounds* 2022; 907: 164522. doi:10.1016/j.jallcom.2022.164522
- [97] Yu P, Zhang LC, Zhang WY, et al. Interfacial reaction during the fabrication of Ni₆₀Nb₄₀ metallic glass particles-reinforced Al based MMCs. *Materials Science and Engineering: A* 2007; 444: 206–213. doi:10.1016/j.msea.2006.08.077
- [98] Lee M. Fabrication of Ni–Nb–Ta metallic glass reinforced Al-based alloy matrix composites by infiltration casting process. *Scripta Materialia* 2004; 50: 1367–1371. doi:10.1016/j.scriptamat.2004.02.038
- [99] Dudina DV, Bokhonov BB, Batraev IS, et al. Interaction between Fe₆₆Cr₁₀Nb₅B₁₉ metallic glass and aluminum during spark plasma sintering. *Materials Science and Engineering: A* 2021; 799: 140165. doi:10.1016/j.msea.2020.140165
- [100] Dudina DV, Bokhonov BB, Batraev IS, et al. Microstructure and Mechanical Properties of Composites Obtained by Spark Plasma Sintering of Al–Fe₆₆Cr₁₀Nb₅B₁₉ Metallic Glass Powder Mixtures. *Metals* 2021; 11: 1457. doi:10.3390/met11091457
- [101] Ertugrul O, He T, Shahid RN, et al. Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of Al 2024 matrix composites reinforced with Ni₆₀Nb₄₀ metallic glass particles. *Journal of Alloys and Compounds* 2019; 808: 151732. doi:10.1016/j.jallcom.2019.151732
- [102] Eckert J, Calin M, Yu P, et al. Al-based alloys containing amorphous and nanostructured phases. *Reviews on advanced materials science* 2008: 169–172
- [103] Jayalakshmi S, Gupta S, Sankaranarayanan S, et al. Structural and mechanical properties of Ni₆₀Nb₄₀ amorphous alloy particle reinforced Al-based composites produced by microwave-assisted rapid sintering. *Materials Science and Engineering: A* 2013; 581: 119–127. doi:10.1016/j.msea.2013.05.072

- [104] Lee MH, Kim JH, Park JS, Kim WT, Kim DH. Development of Ni-Nb-Ta Metallic Glass Particle Reinforced Al Based Matrix Composites. In: PRICM-5. Materials Science Forum. Stafa: Trans Tech Publications Ltd; 2005: 3427–3430. doi:10.4028/0-87849-960-1.3427
- [105] Voigt W. Ueber die Beziehung zwischen den beiden Elasticitätsconstanten isotroper Körper. Annalen der Physik 1889; 274: 573–587. doi:10.1002/andp.18892741206
- [106] Hill R. Elastic properties of reinforced solids: Some theoretical principles. Journal of the Mechanics and Physics of Solids 1963; 11: 357–372. doi:10.1016/0022-5096(63)90036-X
- [107] Reuss A. Berechnung der Fließgrenze von Mischkristallen auf Grund der Plastizitätsbedingung für Einkristalle. ZAMM - Zeitschrift für Angewandte Mathematik und Mechanik 1929; 9: 49–58. doi:10.1002/zamm.19290090104
- [108] Hill R. The Elastic Behaviour of a Crystalline Aggregate. Proceedings of the Physical Society. Section A 1952; 65: 349–354. doi:10.1088/0370-1298/65/5/307
- [109] Ravichandran KS. Elastic Properties of Two-Phase Composites. Journal of the American Ceramic Society 1994; 77: 1178–1184. doi:10.1111/j.1151-2916.1994.tb05390.x
- [110] Hashin Z, Shtrikman S. A variational approach to the theory of the elastic behaviour of multiphase materials. Journal of the Mechanics and Physics of Solids 1963; 11: 127–140. doi:10.1016/0022-5096(63)90060-7
- [111] Tuchinskii LI. Elastic constants of pseudoalloys with a skeletal structure. Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics 1983; 22: 588–595. doi:10.1007/BF00805660
- [112] Moon RJ, Tilbrook M, Hoffman M, et al. Al–Al₂O₃ Composites with Interpenetrating Network Structures: Composite Modulus Estimation. Journal of the American Ceramic Society 2005; 88: 666–674. doi:10.1111/j.1551-2916.2005.00115.x
- [113] Davim JP, ed. Metal matrix composites: Materials, manufacturing and engineering. Vol. 3. Advanced composites. Berlin/Boston: De Gruyter; 2014
- [114] Schapery RA. Thermal Expansion Coefficients of Composite Materials Based on Energy Principles. Journal of Composite Materials 1968; 2: 380–404. doi:10.1177/002199836800200308

- [115] Turner PS. Thermal expansion stresses in reinforced plastics. *Journal of Research of the National Bureau of Standards* 1946; 37: 239
- [116] LEMIEUX S, ELOMARI S, NEMES JA. Thermal expansion of isotropic Duralcan metal–matrix composites. *Journal of Materials Science* 1998; 33: 4381–4387.
doi:10.1023/A:1004437032224
- [117] Kerner EH. The Elastic and Thermo-elastic Properties of Composite Media. *Proceedings of the Physical Society. Section B* 1956; 69: 808–813. doi:10.1088/0370-1301/69/8/305
- [118] Wakashima K, Otsuka M, Umekawa S. Thermal Expansions of Heterogeneous Solids Containing Aligned Ellipsoidal Inclusions. *Journal of Composite Materials* 1974; 8: 391–404. doi:10.1177/002199837400800407
- [119] Okamoto H. Nb-Ni (Niobium–Nickel). *Journal of Phase Equilibria and Diffusion* 2008; 29: 210. doi:10.1007/s11669-008-9277-0
- [120] Xia L, Li WH, Fang SS, et al. Binary Ni–Nb bulk metallic glasses. *Journal of Applied Physics* 2006; 99. doi:10.1063/1.2158130
- [121] Song Z, Tan D, He F, et al. Surface segregation behaviors of amorphous Ni₆₅Nb₃₅ alloy under oxidation in O₂ at various temperatures. *Applied Surface Science* 1999; 137: 142–149. doi:10.1016/S0169-4332(98)00466-8
- [122] Cordero B, Gómez V, Platero-Prats AE, et al. Covalent radii revisited. *Dalton transactions* 2008: 2832–2838. doi:10.1039/b801115j
- [123] Haynes WM, ed. *CRC Handbook of chemistry and physics*. 97th ed. Boca Raton, London, New York: CRC Press; 2017
- [124] Kawashima A, Habazaki H, Hashimoto K. Highly corrosion-resistant Ni-based bulk amorphous alloys. *Materials Science and Engineering: A* 2001; 304-306: 753–757.
doi:10.1016/S0921-5093(00)01587-2
- [125] Weißbach W, Dahms M, Jaroschek C. *Werkstoffe und ihre Anwendungen. Metalle, Kunststoffe und mehr. Lehrbuch*. 20. Aufl. Wiesbaden, Heidelberg: Springer Vieweg; 2018

- [126] Gerking C. The Finest Art of Atomizing Metal Melts: The Crucible-free Nanoval Process. In: DDMC2018 Fraunhofer Direct Digital Manufacturing Conference: Proceedings. Stuttgart: Fraunhofer Verlag; 2018
- [127] Dittmann K, Czink S, Dietrich S, et al. Laser-Based Additive Manufacturing and Characterization of an Open-Porous Ni-Based Metallic Glass Lattice Structure (Ni60Nb20Ta20). 3D Printing and Additive Manufacturing 2022. doi:10.1089/3dp.2022.0118**
- [128] Mondolfo LF. Aluminum alloys: Structure and properties. London and Boston: Butterworths; 1976. doi:10.1016/C2013-0-04239-9
- [129] Robles Hernandez FC, Herrera Ramírez JM, Mackay R. Al-Si Alloys. Cham: Springer International Publishing; 2017. doi:10.1007/978-3-319-58380-8
- [130] Horny D, Schukraft J, Weidenmann KA, et al. Numerical and Experimental Characterization of Elastic Properties of a Novel, Highly Homogeneous Interpenetrating Metal Ceramic Composite. Advanced Engineering Materials 2020; 22: 1901556. doi:10.1002/adem.201901556
- [131] Dittmann K, Trauth A, André Weidenmann K. Manufacturing and characterization of an interpenetrating metal matrix composite reinforced with a 3D-printed metallic glass lattice structure (Ni60Nb20Ta20). Composite Structures 2024; 327: 117697. doi:10.1016/j.compstruct.2023.117697**
- [132] Deutsches Institut für Normung e.V. Thermische Analyse (TA) - Differenz-Thermoanalyse (DTA) und Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) - Allgemeine Grundlagen (DIN 51007:2019-04). Berlin: Beuth Verlag GmbH; 2019 (2019). doi:10.31030/3025544
- [133] Deutsches Institut für Normung e.V. Bestimmung der thermischen Längenänderung fester Körper - Teil 1: Grundlagen. DIN 51045-1. Berlin: Beuth Verlag GmbH; 2005 (2005). doi:10.31030/9636919
- [134] Dittmann K, Trauth A, Weidenmann KA. Investigation And Characterization of Thermal Properties of a Metal Matrix Composite Reinforced with a Metallisch Glass Foam (Ni60Nb20Ta20). In: Vassilopoulos A, Michaud V, Hrsg.**

**Proceedings of the 20th European Conference on Composite Materials -
Composites Meet Sustainability (Vol 1-6); 2022: 298–305**

- [135] American Society for Testing and Materials. Test Method for Thermal Diffusivity by the Flash Method. ASTM E 1461:2013. West Conshohocken, PA: ASTM International. doi:10.1520/E1461-13
- [136] Nika DL, Ghosh S, Pokatilov EP, et al. Lattice thermal conductivity of graphene flakes: Comparison with bulk graphite. *Applied Physics Letters* 2009; 94: 203103. doi:10.1063/1.3136860
- [137] Terada Y, Ohkubo K, Mohri T, et al. Thermal conductivity in nickel solid solutions. *Journal of Applied Physics* 1997; 81: 2263–2268. doi:10.1063/1.364254
- [138] International Organisation for Standardization. *Metallische Werkstoffe - Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter - Teil 1: Prüfverfahren (DIN EN ISO 14577-1:2015-11)*. Berlin: Beuth Verlag GmbH; 2015 (2015). doi:10.31030/2055269
- [139] Oliver WC, Pharr GM. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research* 1992; 7: 1564–1583. doi:10.1557/JMR.1992.1564
- [140] Oliver WC, Pethica JB. Method for continuous determination of the elastic stiffness of contact between two bodies [US19880178397]. G01N3/40;G01N3/02;G01N3/42; 1988
- [141] Pharr GM, Oliver WC, Brotzen FR. On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation. *Journal of Materials Research* 1992; 7: 613–617. doi:10.1557/JMR.1992.0613
- [142] Choi-Yim H, Xu D, Johnson WL. Structures and properties of bulk glass forming NiNbSn alloys and NiNbTaSn alloys. *Materials Science and Engineering: A* 2007; 449-451: 134–138. doi:10.1016/j.msea.2006.02.263
- [143] Wanner A. Elastic modulus measurements of extremely porous ceramic materials by ultrasonic phase spectroscopy. *Materials Science and Engineering: A* 1998; 248: 35–43. doi:10.1016/S0921-5093(98)00524-3

- [144] Lynnworth LC, Papadakis EP, Rea WR. Ultrasonic Measurement of Phase and Group Velocity Using Continuous Wave Transmission Techniques. In: 1973 Ultrasonics Symposium. IEEE; 1973: 533–536. doi:10.1109/ULTSYM.1973.196259
- [145] Roy S, Gebert J-M, Stasiuk G, et al. Complete determination of elastic moduli of interpenetrating metal/ceramic composites using ultrasonic techniques and micromechanical modelling. *Materials Science and Engineering: A* 2011; 528: 8226–8235. doi:10.1016/j.msea.2011.07.029
- [146] Krautkrämer J, Krautkrämer H, Grabendörfer W, Niklas L, Frielinghaus R, Rath W, Schlemm H, Schlengermann U. *Ultrasonic Testing of Materials*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg; 1977. doi:10.1007/978-3-662-02296-2
- [147] Wanner A, Kriszt B. Charakterisierung des linear-elastischen Verhaltens von Metallschäumen mittels Ultraschall-Phasenspektroskopie. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* 2000; 31: 481–483. doi:10.1002/1521-4052(200006)31:6<481::AID-MAWE481>3.0.CO;2-O
- [148] DIN EN ISO 6507-1:2022-08, *Metallische Werkstoffe_ - Härteprüfung nach Vickers_ - Teil_1: Prüfverfahren (ISO/DIS_6507-1:2022)*; Deutsche und Englische Fassung prEN_ISO_6507-1:2022. Berlin: Beuth Verlag GmbH. doi:10.31030/3362009
- [149] Deutsches Institut für Normung e.V. *Prüfung metallischer Werkstoffe - Druckversuch bei Raumtemperatur (DIN 50106:2016-11)*. Berlin: Beuth Verlag GmbH; 2016 (2016). doi:10.31030/2543152
- [150] Yuan-Sheng C, Yungbin H. Measurement of continuous damage parameter. *Engineering Fracture Mechanics* 1988; 31: 985–992. doi:10.1016/0013-7944(88)90209-3
- [151] Hartmann O, Biermann H. Mechanisches Verhalten und Ermüdungseigenschaften von Metallmatrix-Verbundwerkstoffen. In: *Metallische Verbundwerkstoffe*. Weinheim: Wiley-VCH; 2004: 185–209
- [152] Morbitzer PC, Schukraft J, Lohr C, et al. In-situ SEM investigation on the damage behavior of an interpenetrating metal ceramic composite. *Composite Structures* 2023; 321: 117278. doi:10.1016/j.compstruct.2023.117278
- [153] Abaqus. *ABAQUS Online Documentation: Version 6.5-1*

- [154] **Dittmann K, Gruhl R, Trauth A, et al. In-situ failure behavior and interfacial bonding of an interpenetrating metal matrix composite reinforced with lattice-like metallic glass (Ni60Nb20Ta20) preform. Composite Structures 2024; 337: 118084. doi:10.1016/j.compstruct.2024.118084**
- [155] Granta Design Limited. GRANTA EduPack; 2020
- [156] Collins LE, Grant NJ, Vander Sande JB. Crystallization of amorphous Ni60Nb40. Journal of Materials Science 1983; 18: 804–814. doi:10.1007/BF00745579
- [157] Gallino I, Busch R, Yim HC, et al. High temperature oxidation of the refractory alloy glass Nb35Ni60Sn5. Journal of Alloys and Compounds 2007; 434-435: 225–228. doi:10.1016/j.jallcom.2006.08.101
- [158] Lee MH, Kim WT, Kim DH, et al. The effect of Al addition on the thermal properties and crystallization behavior of Ni60Nb40 metallic glass. Materials Science and Engineering: A 2004; 375-377: 336–340. doi:10.1016/j.msea.2003.10.105
- [159] Ruhl RC, Giessen BC, Cohen M, et al. New microcrystalline phases in the NbNi and TaNi systems. Acta Metallurgica 1967; 15: 1693–1702. doi:10.1016/0001-6160(67)90060-0
- [160] Zhou C, Guo C, Li C, et al. Thermodynamic optimization of the Ni–Ta system supported by the key experiments. Thermochimica Acta 2018; 666: 135–147. doi:10.1016/j.tca.2018.06.011
- [161] Fenglai H, Gardner PP, Cowlam N, et al. A diffraction investigation of some NiTa metallic alloy glasses. Journal of Physics F: Metal Physics 1987; 17: 545–557. doi:10.1088/0305-4608/17/3/003
- [162] Wang Y, Wang Q, Zhao J, et al. Ni–Ta binary bulk metallic glasses. Scripta Materialia 2010; 63: 178–180. doi:10.1016/j.scriptamat.2010.03.044
- [163] Hitit A, Yazici ZO, Şahin H, et al. Microstructure and Mechanical Properties of CoWB Based Composites Produced by Crystallization of Ni-Co-Zr-Ta-W-B Bulk Metallic Glass. Metals 2022; 12: 251. doi:10.3390/met12020251
- [164] Meng D, Yi J, Zhao DQ, et al. Tantalum based bulk metallic glasses. Journal of Non-Crystalline Solids 2011; 357: 1787–1790. doi:10.1016/j.jnoncrysol.2011.01.020

- [165] Wang H-R, Gao Y-L, Min G-H, et al. Primary crystallization in rapidly solidified Zr₇₀Cu₂₀Ni₁₀ alloy from a supercooled liquid region. *Physics Letters A* 2003; 314: 81–87. doi:10.1016/S0375-9601(03)00853-3
- [166] Liu L, Chan KC, Zhang T. The effect of temperature on the crystallization of Zr₅₅Cu₃₀Al₁₀Ni₅ bulk metallic glass in the glass transition region. *Journal of Alloys and Compounds* 2005; 396: 114–121. doi:10.1016/j.jallcom.2004.12.002
- [167] Choi-Yim H, Xu D, Johnson WL. Ni-based bulk metallic glass formation in the Ni–Nb–Sn and Ni–Nb–Sn–X (X=B,Fe,Cu) alloy systems. *Applied Physics Letters* 2003; 82: 1030–1032. doi:10.1063/1.1544434
- [168] Kosiba K, Kononenko DY, Chernyavsky D, et al. Maximizing vitrification and density of a Zr-based glass-forming alloy processed by laser powder bed fusion. *Journal of Alloys and Compounds* 2023; 940: 168946. doi:10.1016/j.jallcom.2023.168946
- [169] Slipenyuk A, Eckert J. Correlation between enthalpy change and free volume reduction during structural relaxation of Zr₅₅Cu₃₀Al₁₀Ni₅ metallic glass. *Scripta Materialia* 2004; 50: 39–44. doi:10.1016/j.scriptamat.2003.09.038
- [170] Lichtenberg K, Orsolani-Uhlig E, Roessler R, et al. Influence of heat treatment on the properties of AlSi₁₀Mg-based metal matrix composites reinforced with metallic glass flakes processed by gas pressure infiltration. *J Compos Mater* 2017; 51: 4165–4175. doi:10.1177/0021998317699867
- [171] Li XP, Roberts MP, O'Keeffe S, et al. Selective laser melting of Zr-based bulk metallic glasses: Processing, microstructure and mechanical properties. *Materials & Design* 2016; 112: 217–226. doi:10.1016/j.matdes.2016.09.071
- [172] DebRoy T, Wei HL, Zuback JS, et al. Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties. *Progress in Materials Science* 2018; 92: 112–224. doi:10.1016/j.pmatsci.2017.10.001
- [173] Li XP, Kang CW, Huang H, et al. The role of a low-energy–density re-scan in fabricating crack-free Al₈₅Ni₅Y₆Co₂Fe₂ bulk metallic glass composites via selective laser melting. *Materials & Design* 2014; 63: 407–411. doi:10.1016/j.matdes.2014.06.022

- [174] Benkißer G. Gefüge der technischen Nichteisenmetalle und ihre Legierungen. Aluminium und Aluminiumlegierungen. In: Schumann H, Oettel H, Hrsg. Metallografie. 14. Aufl. Weinheim: Wiley-VCH; 2005: 773-916
- [175] Aboulkhair NT, Tuck C, Ashcroft I, et al. On the Precipitation Hardening of Selective Laser Melted AlSi10Mg. Metallurgical and Materials Transactions A 2015; 46: 3337–3341. doi:10.1007/s11661-015-2980-7
- [176] Le Zhou, Mehta A, Schulz E, et al. Microstructure, precipitates and hardness of selectively laser melted AlSi10Mg alloy before and after heat treatment. Materials Characterization 2018; 143: 5–17. doi:10.1016/j.matchar.2018.04.022
- [177] Michaud VJ. Liquid-state processing. In: Suresh S, Mortensen A, Needleman A, eds. Fundamentals of metal-matrix composites. Boston: Butterworth-Heinemann; 1993
- [178] Eustathopoulos N, Mortensen A. Capillary Phenomena, Interfacial Bonding, and Reactivity. In: Suresh S, Mortensen A, Needleman A, eds. Fundamentals of metal-matrix composites. Boston: Butterworth-Heinemann; 1993: 42-53
- [179] Zheng R, Yang H, Liu T, et al. Microstructure and mechanical properties of aluminum alloy matrix composites reinforced with Fe-based metallic glass particles. Materials & Design 2014; 53: 512–518. doi:10.1016/j.matdes.2013.07.048
- [180] Sharma SK, Macht M-P, Naundorf V. Impurity diffusion in the metallic glass Fe40Ni40B20 measured by SIMS. In: Mazzoldi P, ed. Modifications induced by irradiation in Glasses: Proceedings of Symposium F on Chemical and Physical Modifications Induced by Irradiation in Glasses of the 1991 E-MRS fall conference, Strasbourg, France, November 5 - 7, 1991. Vol. 29. European Materials Research Society symposia proceedings. Amsterdam: North-Holland; 1992: 85–90
- [181] Suzuki M, Rohde D. Resolving Overlapping Peak Problems with NORAN System 7 Spectral Imaging Software [Application Note: 51188]. Im Internet: <https://assets.thermofisher.com/TFS-Assets/CAD/Application-Notes/D10051%7e.pdf>
- [182] Gottstein G. Physikalische Grundlagen der Materialkunde. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg; 2007. doi:10.1007/978-3-540-71105-6

- [183] Allison HW, Samelson H. Diffusion of Aluminum, Magnesium, Silicon, and Zirconium in Nickel. *Journal of Applied Physics* 1959; 30: 1419–1424. doi:10.1063/1.1735346
- [184] Roy S, Nagel A, Weidenmann KA. Anisotropic thermal expansion behavior of an interpenetrating metal/ceramic composite. *Thermochimica Acta* 2020; 684: 178488. doi:10.1016/j.tca.2019.178488
- [185] Lichtenberg K, Weidenmann KA. Effect of reinforcement size and orientation on the thermal expansion behavior of metallic glass reinforced metal matrix composites produced by gas pressure infiltration. *Thermochimica Acta* 2017; 654: 85–92. doi:10.1016/j.tca.2017.05.010
- [186] Huber T, Degischer HP, Lefranc G, et al. Thermal expansion studies on aluminium-matrix composites with different reinforcement architecture of SiC particles. *Composites Science and Technology* 2006; 66: 2206–2217. doi:10.1016/j.compscitech.2005.12.012
- [187] Lasagni F, Requena G, Mingler B, et al. Entmischung und Einförmung des Si in Al–Si-Legierungen. *International journal of material preparation and image analysis microstructure* 2004: 443–448
- [188] Huber T. Thermal expansion of aluminium alloys and composites [Dissertation]. Wien: Technische Universität Wien; 2003
- [189] Sharma NK, Misra RK, Sharma S. Modeling of thermal expansion behavior of densely packed Al/SiC composites. *International Journal of Solids and Structures* 2016; 102-103: 77–88. doi:10.1016/j.ijsolstr.2016.10.015
- [190] Agrawal P, Conlon K, Bowman KJ, et al. Thermal residual stresses in co-continuous composites. *Acta Materialia* 2003; 51: 1143–1156. doi:10.1016/S1359-6454(02)00519-0
- [191] Hoffman M, Skirl S, Pompe W, et al. Thermal residual strains and stresses in Al₂O₃/Al composites with interpenetrating networks. *Acta Materialia* 1999; 47: 565–577. doi:10.1016/S1359-6454(98)00367-X
- [192] Skirl S, Hoffman M, Bowman K, et al. Thermal expansion behavior and macrostrain of Al₂O₃/Al composites with interpenetrating networks. *Acta Materialia* 1998; 46: 2493–2499. doi:10.1016/S1359-6454(98)80033-5

- [193] Hahn TA, Armstrong RW. Internal stress and solid solubility effects on the thermal expansivity of Al-Si eutectic alloys. *International Journal of Thermophysics* 1988; 9: 179–193. doi:10.1007/BF00504238
- [194] Hansen M, Anderko K, Salzberg HW. Constitution of Binary Alloys. *Journal of The Electrochemical Society* 1958; 105: 260C. doi:10.1149/1.2428700
- [195] Roy S, Albrecht P, Przybilla L, Weidenmann KA, Heilmaier M, Wanner A. Effect of phase architecture on the thermal expansion behavior of interpenetrating metal/ceramic composites. In: Bansal NP, ed. *Processing and properties of advanced ceramics and composites V*. v. 240. *Ceramic transactions series*. Hoboken, New Jersey: Wiley; 2013: 33–43
- [196] Bourke M, Goldstone JA, Stour MG, Needleman A. Characterization of Residual Stresses in Composites. In: *Fundamentals of Metal-Matrix Composites*. Elsevier; 1993: 61–80. doi:10.1016/B978-0-08-052371-2.50008-0
- [197] Degischer HP, Lasagni F, Schöbel M, Huber T, Aly MA. Chapter 3: Thermal expansion of Al- and Mg-matrix composites with different reinforcement architectures. In: Davim JP, ed. *Metal matrix composites. Materials and manufacturing technology*. Hauppauge, N.Y: Nova Science Publishers; 2011: 77–96
- [198] Dunand D, Derby B. Creep and thermal cycling. In: Suresh S, Mortensen A, Needleman A, eds. *Fundamentals of metal-matrix composites*. Boston: Butterworth-Heinemann; 1993: 191–214
- [199] Rézai-Aria F, Liechti T, Gagnon G. Thermal cycling behavior of a pure Al-15% saffil MMC. *Scripta Metallurgica et Materialia* 1993; 28: 587–592. doi:10.1016/0956-716X(93)90201-3
- [200] Zhou YC, Long SG, Duan ZP, et al. Thermal Damage in Particulate-Reinforced Metal Matrix Composites. *Journal of Engineering Materials and Technology* 2001; 123: 251–260. doi:10.1115/1.1362675
- [201] Boccaccini AR, Chawla KK. Damage development during thermal cycling of metal and glass matrix composites: Paper Number 1210. *Proceedings of the 12th International Conference on Composite Materials (ICCM)* 1999

- [202] Oliver WC, Pharr GM. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *J Mater Res* 2004; 19: 3–20. doi:10.1557/jmr.2004.19.1.3
- [203] Bolshakov A, Pharr GM. Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques. *Journal of Materials Research* 1998; 13: 1049–1058. doi:10.1557/JMR.1998.0146
- [204] Roy S, Stoll O, Weidenmann KA, et al. Analysis of the elastic properties of an interpenetrating AlSi12–Al₂O₃ composite using ultrasound phase spectroscopy. *Composites Science and Technology* 2011; 71: 962–968. doi:10.1016/j.compscitech.2011.02.014
- [205] Das J, Tang MB, Kim KB, et al. "Work-Hardenable" ductile bulk metallic glass. *Phys Rev Lett* 2005; 94: 205501. doi:10.1103/PhysRevLett.94.205501
- [206] Schroers J, Johnson WL. Ductile bulk metallic glass. *Phys Rev Lett* 2004; 93: 255506. doi:10.1103/PhysRevLett.93.255506
- [207] Leonhard A, Xing LQ, Heilmaier M, et al. Effect of crystalline precipitations on the mechanical behavior of bulk glass forming Zr-based alloys. *Nanostructured Materials* 1998; 10: 805–817. doi:10.1016/S0965-9773(98)00117-2
- [208] Concustell A, Alcalá G, Mato S, et al. Effect of relaxation and primary nanocrystallization on the mechanical properties of Cu₆₀Zr₂₂Ti₁₈ bulk metallic glass. *Intermetallics* 2005; 13: 1214–1219. doi:10.1016/j.intermet.2005.04.003
- [209] Mondal K, Ohkubo T, Toyama T, et al. The effect of nanocrystallization and free volume on the room temperature plasticity of Zr-based bulk metallic glasses. *Acta Mater* 2008; 56: 5329–5339. doi:10.1016/j.actamat.2008.07.012
- [210] Liu L, Kamm P, García-Moreno F, et al. Elastic and failure response of imperfect three-dimensional metallic lattices: the role of geometric defects induced by Selective Laser Melting. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 2017; 107: 160–184. doi:10.1016/j.jmps.2017.07.003
- [211] Ravari MRK, Esfahani SN, Andani MT, et al. On the effects of geometry, defects, and material asymmetry on the mechanical response of shape memory alloy cellular

- lattice structures. *Smart Materials and Structures* 2016; 25: 25008. doi:10.1088/0964-1726/25/2/025008
- [212] Ashby MF. The properties of foams and lattices. *Philosophical Transactions of the Royal Society A* 2006; 364: 15–30. doi:10.1098/rsta.2005.1678
- [213] Maconachie T, Leary M, Lozanovski B, et al. SLM lattice structures: Properties, performance, applications and challenges. *Materials & Design* 2019; 183: 108137. doi:10.1016/j.matdes.2019.108137
- [214] Blank-Bewersdorff M, Köster U, Steinbrink G. Interfaces with improved adhesion in metal matrix/metallic glass composites. *Journal of Materials Science Letters* 1989; 8: 796–798. doi:10.1007/BF01730141
- [215] Schukraft J, Lohr C, Weidenmann KA. 2D and 3D in-situ mechanical testing of an interpenetrating metal ceramic composite consisting of a slurry-based ceramic foam and AlSi10Mg. *Composite Structures* 2021; 263: 113742. doi:10.1016/j.compstruct.2021.113742
- [216] Molari PG, Morelli P, Maldotti S, et al. Thermal Ageing Effects on the Residual Fatigue Strength of AA2618-T6511 Aluminium Alloy. *KEM* 2006; 324-325: 1095–1098. doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.324-325.1095
- [217] Weakley-Bollin SC, Donlon W, Wolverton C, et al. Modeling the age-hardening behavior of Al-Si-Cu alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A* 2004; 35: 2407–2418. doi:10.1007/s11661-006-0221-9
- [218] Konečná R, Fintova S, Nicoletto G, et al. High Temperature Fatigue Strength and Quantitative Metallography of an Eutectic Al-Si Alloy for Piston Application. *KEM* 2013; 592-593: 627–630. doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.592-593.627
- [219] Ma Y, Cao QP, Qu SX, et al. Effect of structural relaxation on plastic flow in a Ni–Nb metallic glassy film. *Acta Materialia* 2012; 60: 3667–3676. doi:10.1016/j.actamat.2012.03.014
- [220] Bonora N, Ruggiero A, Gentile D, et al. Practical Applicability and Limitations of the Elastic Modulus Degradation Technique for Damage Measurements in Ductile Metals. *Strain* 2011; 47: 241–254. doi:10.1111/j.1475-1305.2009.00678.x

- [221] Wang Z, Scudino S, Stoica M, et al. Al-based matrix composites reinforced with short Fe-based metallic glassy fiber. *Journal of Alloys and Compounds* 2015; 651: 170–175. doi:10.1016/j.jallcom.2015.08.098
- [222] Wanner A, Artz E. Short Fiber Reinforced Metal Matrix Composites - Investigations by Acoustic Emission and Neutron Diffraction. In: Busse G, Kröplin B-H, Wittel FK, eds. *Damage and its evolution in fiber-composite materials: Simulation and Non-Destructive Evaluation*. Stuttgart: ISD-Verl.; 2006: 193–202
- [223] Mocellin A, Fougères R, Gobin PF. A study of damage under tensile loading in a new Al-Si-Fe alloy processed by the Osprey route. *Journal of Materials Science* 1993; 28: 4855–4861. doi:10.1007/BF00361147
- [224] Bandyopadhyay A, Atisivan R, Kuhn G, Yeruva S. *Mechanical Properties of Interconnected Phase Alumina-Al Composites* 24. The University of Texas at Austin; 2000. doi:10.26153/tsw/2997
- [225] Scherm F, Völkl R, Neubrand A, et al. Mechanical characterisation of interpenetrating network metal–ceramic composites. *Materials Science and Engineering: A* 2010; 527: 1260–1265. doi:10.1016/j.msea.2009.09.063
- [226] San Marchi C, Kouzeli M, Rao R, et al. Alumina–aluminum interpenetrating-phase composites with three-dimensional periodic architecture. *Scripta Materialia* 2003; 49: 861–866. doi:10.1016/S1359-6462(03)00441-X
- [227] Wang F, Zhang X, wang Y, et al. Damage evolution and distribution of interpenetrating phase composites under dynamic loading. *Ceramics International* 2014; 40: 13241–13248. doi:10.1016/j.ceramint.2014.05.031

Angeleitete Abschlussarbeiten

- [Renner2021] K. Renner, „Ermittlung und Untersuchung des Kristallisationsgrades eines metallischen Glases ($\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$) mittels Differenzkalorimetrie“, Bachelorarbeit, 2021
- [Belli2021] M. Belli, „Ermittlung und Charakterisierung thermischer Kennwerte additiv gefertigter Schäume aus metallischem Glas ($\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$)“, Bachelorarbeit, 2021
- [Miller2021] J. Miller, „Computertomographische Analyse additiv gefertigter Schäume aus metallischem Glas $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ “, Bachelorarbeit, 2021
- [Pöppel2021] S. Pöppel, „CAD-Modellierung additiv gefertigter Schäume aus metallischem Glas ($\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$) basierend auf Fertigungsparametern und Untersuchung des Verstärkungsvolumenanteils“, Bachelorarbeit, 2021
- [Baier2022] L. Baier, „Charakterisierung des E-Moduls und der Druckfestigkeit einer additiv gefertigten $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ – Gitterstruktur und dessen Verbund“, Bachelorarbeit, 2022

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2.1: Schematische Darstellung der Atomstruktur in (a) kristallinen und (b) amorphen Metallen nach [18].....	6
Abbildung 2.2: Schematische Darstellung der Volumenänderung als Funktion der Temperatur für ein kristallin und amorph erstarrendes Material nach [1].....	7
Abbildung 2.3: Mechanismen zur Stabilisierung der unterkühlten Schmelze und der hohen GFA nach [27].....	9
Abbildung 2.4: Schematische Darstellung der Abhängigkeit kritischer Abkühlraten von der GFA in einem Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramm [33].....	11
Abbildung 2.5: Schematische Darstellung der strukturellen Relaxation am metallischen Glas Pd ₄₀ Ni ₄₀ P ₂₀ [69].....	15
Abbildung 2.6: Zusammenhang zwischen der Zugfestigkeit und E-Modul, sowie Vickershärte und E-Modul für eine Auswahl an metallischen Gläsern. Für den Vergleich sind Werte von kristallinen Metallen inbegriffen [27].....	17
Abbildung 2.7: Zusammenhang zwischen dem E-Modul und der Glasübergangstemperatur [77].....	18
Abbildung 2.8: Schematische Darstellung von Verbundwerkstoffen mit unterschiedlichen Verstärkungsphasen (a) Partikel, (b) Flakes, (c) Kurzfasern/Whisker, (d) Langfasern, (e) Laminaten und (f) Durchdringungsstruktur nach [5, 6].	21
Abbildung 3.1: Binäres Ni-Nb-Phasendiagramm nach [119] mit nachträglicher Markierung des eutektischen Punktes und der Zusammensetzung des verwendeten Materials.....	38
Abbildung 3.2: Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -Pulver analysiert mittels (a) XRD-Messung und (b) REM [127].	41
Abbildung 3.3: Finale Druckstrategie mit einer bidirektionalen Schraffur mit 400 µm Schraffurabstand und mit (a) Schicht n und (b) Schicht n+1 um 90° gedreht ohne Perimeterscan [127].....	42

Abbildung 3.4: XRD-Diffraktogramm (a) der final gedruckten $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform im Vergleich zum $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Pulver [127] und (b) der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform zur Bestimmung des kristallinen Anteils.	43
Abbildung 3.5: REM-Aufnahmen der gedruckten $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform (a) entlang der Aufbaurichtung mit ineinander geschmolzenen Schichten (markiert mit roten Pfeilen), (b) quer zur Aufbaurichtung und (c) im Querschnitt. Sowie (d) das Ergebnis der DSC-Messungen der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform im Vergleich zum $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Pulver [127].	44
Abbildung 3.6: Binäres Aluminium-Silizium-Phasendiagramm, nach [93] und [128].	46
Abbildung 3.7: Schematischer Aufbau der institutseigenen Gasdruckinfiltrationsanlage nach [130].	47
Abbildung 3.8: Schematische Darstellung des Tiegels mit dem Infiltrationsgut (a) bei Raumtemperatur, (b) bei der Schmelztemperatur mit flüssiger AlSi12-Matrix und (c) im Erstarrten Zustand nach der Abkühlung am Ende des Prozesses. ..	48
Abbildung 3.9: (a) Schematische Darstellung des Infiltrationsprozesses und (b) XRD-Diffraktogramm des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Verbunds nach dem Infiltrationsprozess im Vergleich zur $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform vor der Infiltration und zum $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Pulver [131].	49
Abbildung 4.1: Für die Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität verwendeten (a) Proben der Preform und des Verbundes, sowie des verwendeten Probentiegels und (b) der Temperatur-Zeit-Verlauf.	56
Abbildung 4.2: Für die Dilatometerversuche hergestellten (a) Proben der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform und (b) Proben des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -AlSi12-Verbundes in (0°) und quer (90°) zur Aufbaurichtung [134].	57
Abbildung 4.3: Für die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit untersuchte AlSi12- und Verbundprobe [134].	58
Abbildung 4.4: Für die Bestimmung des E-Moduls mittels Nanoindentation (a) typisches Kraft-Weg-Diagramm und (b) schematische Darstellung der Kontaktfläche	

zwischen Indenter und Material während und nach der Belastung entsprechend [139].	59
Abbildung 4.5: Induktionsofen für die Wärmebehandlung der Verbundproben	66
Abbildung 4.6: In-Situ Druckmodul von Kammrath & Weiss mit eingebauter Druckprobe (Abbildung aus [152]) und Nahaufnahme einer präparierten Verbundprobe im Verhältnis zu einer 1 Cent Münze.	68
Abbildung 5.1: Für die numerische Simulation erstellte Modelle der (a) AlSi12-Matrix, (b) Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -Preform und (c) des Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -AlSi12-Verbundes.....	72
Abbildung 5.2: Simulationsmodell der AlSi12-Matrix mit markierten Referenzpunkten (RP-Top und RP-Bottom) sowie den definierten Verschiebungsrandbedingungen an	73
Abbildung 5.3: Vergrößerter Ausschnitt des Modells der Gitterstruktur mit geometrischen Parametern.....	74
Abbildung 6.1: Lichtmikroskopische (a) Übersichtsaufnahme der Mikrostruktur des Verbundes in Aufbaurichtung, sowie Nahaufnahmen von (b) Rissen im metallischen Glas und Lunkern im Matrixmaterial und (c) kristallisierte Bereiche im metallischen Glas.....	79
Abbildung 6.2: Lichtmikroskopische Übersichtsaufnahme der Mikrostruktur des Verbundes quer zur Aufbaurichtung.....	80
Abbildung 6.3: Ergebnis der EDX-Analyse an einer (a) Verbundprobe entlang der Aufbaurichtung. Die Elemente sind dargestellt in (b) pink – Aluminium, (c) grün – Silizium, (d) gelb – Nickel, (e) orange – Niob und (f) türkis – Tantal....	82
Abbildung 6.4: STEM-Aufnahmen der Grenzfläche zwischen dem metallischen Glas Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ und der AlSi12-Matrix, aufgenommen im (a) Hellfeld (HF-) und (b) Dunkelfeld (HAADF-) Modus mit gekennzeichneten EDX-Linienscan, sowie (c) die Ergebnisse des EDX-Linienscans [154].	84
Abbildung 6.5: DSC-Ergebnisse einer jeweils repräsentativen Probe der Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ - Preform, der AlSi12-Matrix und des Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -AlSi12-Verbundes über (a) den gesamten Messbereich von 20–930 °C und zur genaueren Betrachtung in	

den Temperaturbereichen (b) 550–630 °C, (c) 670–750 °C und (d) 750–900 °C.	87
Abbildung 6.6: DSC-Messung zur Bestimmung der Relaxationstemperatur des metallischen Glases [134].	88
Abbildung 6.7: Repräsentative Dilatometermessung zur Ermittlung der thermischen Ausdehnung einer Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -AlSi12-Verbundprobe in Abhängigkeit der drei Temperaturzyklen, aufgetragen über die Zeit.	89
Abbildung 6.8: Jeweils gemittelte Ergebnisse der thermischen Ausdehnung über drei Temperaturzyklen für (a) die AlSi12-Matrix, (b) die Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -Preform in (0°) und quer (90°) zur Aufbaurichtung, sowie (c) den Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -AlSi12-Verbund in (0°) und quer (90°) zur Aufbaurichtung [134].	90
Abbildung 6.9: Vergrößerter Bereich von 200–400 °C der thermischen Ausdehnung der (a) AlSi12-Matrix und (b) Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -Preform über drei Temperaturzyklen.	91
Abbildung 6.10: Vergrößerter Bereich von 200–400 °C der thermischen Ausdehnung des Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -AlSi12-Verbundes über drei Temperaturzyklen.	92
Abbildung 6.11: Jeweils gemittelte Ergebnisse des thermischen Ausdehnungskoeffizienten für die AlSi12-Matrix, die Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -Preform in (0°) und quer (90°) zur Aufbaurichtung, sowie den Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -AlSi12-Verbund in (0°) und quer (90°) zur Aufbaurichtung über einen Temperaturbereich von 60–480 °C [134].	93
Abbildung 6.12: REM-Aufnahmen des Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -AlSi12-Verbundes vor und nach den Untersuchungen der thermischen Ausdehnung quer zur Aufbaurichtung. (a) zeigt eine Übersichtsaufnahme vor und (b) nach dem Versuch, (c) eine Detailaufnahme der Aufwölbung der AlSi12-Matrix und (d) einen kristallisierten Bereich im metallischen Glas.	95
Abbildung 6.13: REM-Aufnahmen des Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -AlSi12-Verbundes vor und nach den Untersuchungen der thermischen Ausdehnung in Aufbaurichtung. (a) zeigt eine Übersichtsaufnahme vor und (b) nach dem Versuch, (c) eine	

Detailaufnahme eines im metallischen Glas entstandenen Risses und (d) einen kristallisierten Bereich im metallischen Glas.....	97
Abbildung 6.14: Ergebnisse der DSC-Messungen zur Ermittlung der spezifischen Wärmekapazität mit (a) DSC-Signal einer jeweils repräsentativen Probe der AlSi22-Matrix, der Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -Preform und des Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -AlSi12-Verbundes und der Temperaturverlauf aufgetragen über die Zeit und (b) die spezifische Wärmekapazität gemittelt aus jeweils sieben Proben der AlSi12-Matrix, der Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -Preform und des Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -AlSi12-Verbundes...	98
Abbildung 6.15: Lichtmikroskopische Aufnahmen repräsentativer Härteeindrücke im (a) metallischen Glas Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ , (b) Matrixmaterial AlSi12 und (c) an der Grenzfläche zwischen den beiden Phasen.	100
Abbildung 6.16: Lichtmikroskopische Nahaufnahmen (a) des oberen Bereichs und (b) des unteren Bereichs vom Härteeindruck an der Grenzfläche zwischen dem AlSi12 und Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀	101
Abbildung 6.17: Gemittelttes Kraft-Weg-Diagramm zur E-Modul-Bestimmung mittels Nanoindentation [127].....	102
Abbildung 6.18: Repräsentative Verläufe der mittels Ultraschallphasenspektroskopie ermittelten Phasenspektren in (Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -AlSi12-0°) und quer (Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -AlSi12-90°) zur Aufbaurichtung der Preform. V122 bezeichnet die mittels Longitudinal- und V155 mittels Transversalwellen gemessenen Verläufe.....	103
Abbildung 6.19: Resultierende Druckspannungs-Stauchungs-Kurven der Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -Preform in (0°) und quer (90°) zur Aufbaurichtung. (a) zeigt alle Ergebnisse der Druckversuche und (b) eine detaillierte Darstellung der Ergebnisse der Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -90°-Preform [127].....	105
Abbildung 6.20: Ergebnisse der optischen Dehnungsmessung mittels GOM Aramis an einer repräsentativen Probe der Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -0° Preform, geprüft entlang der Aufbaurichtung. Gezeigt wird die Längsstauchung entlang der	

Aufbaurichtung bei (a) 0,1 %, (b) 0,25 %, (c) 0,5 % und (d) 0,75 % Stauchung.	107
Abbildung 6.21: Ergebnisse der optischen Dehnungsmessung mittels GOM Aramis an einer repräsentativen Probe der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-}90^\circ$ Preform, geprüft quer zur Aufbaurichtung. Gezeigt wird die Längsstauchung quer zur Aufbaurichtung bei (a) 0,1 %, (b) 0,25 %, (c) 0,5 % und (d) 0,75 % Stauchung.....	108
Abbildung 6.22: Resultierende Druckspannungs-Stauchungs-Kurven des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-}$ AlSi12 -Verbundes in (0°), diagonal (45°) und quer (90°) zur Aufbaurichtung, sowie der reinen AlSi12 -Matrix bei (a) Raumtemperatur nach [131] und (b) 230°C	109
Abbildung 6.23: Grafische Veranschaulichung der quantitativen Ergebnisse $R_{p0,2}$, R_m und $\epsilon_t(R_m)$ der Druckversuche an der AlSi12 -Matrix und des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12}$ - Verbundes bei Raumtemperatur und bei 230°C , sowie zum Vergleich die Ergebnisse der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Peform.....	111
Abbildung 6.24: Ergebnisse der optischen Dehnungsmessung mittels GOM Aramis an einer repräsentativen Probe des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-}0^\circ$ Verbundes, geprüft entlang der Aufbaurichtung. Gezeigt wird die Längsstauchung entlang der Aufbaurichtung bei (a) 0,1 %, (b) 0,5 %, (c) 1,0 % und (d) 1,5 % Stauchung...	112
Abbildung 6.25: Ergebnisse der optischen Dehnungsmessung mittels GOM Aramis an einer repräsentativen Probe des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-}0^\circ$ Verbundes, geprüft quer zur Aufbaurichtung. Gezeigt wird die Längsstauchung quer zur Aufbaurichtung bei (a) 0,1 %, (b) 1,0 %, (c) 1,5 % und (d) 2,0 % Stauchung...	113
Abbildung 6.26: Resultierende Druckspannungs-Stauchungs-Kurven des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-}$ AlSi12 -Verbundes in (0°), und quer (90°) zur Aufbaurichtung nach Relaxationsglühen für zwei Stunden bei 250°C	114
Abbildung 6.27: Resultierende Druckspannungs-Stauchungs-Kurven des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-}$ AlSi12 -Verbundes in (0°), und quer (90°) zur Aufbaurichtung nach einer (Z1), zehn (Z10) und zwanzig (Z20) zyklisch-thermischen Belastungen.....	115

-
- Abbildung 6.28: Grafische Veranschaulichung der quantitativen Ergebnisse $R_{p0,2}$, R_m und $\epsilon_t(R_m)$ der Druckversuche des $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}-AlSi12$ -Verbundes nach Relaxationsglühen (R-250°C) und ein (Z1), zehn (Z10) und zwanzig (Z20) zyklisch-thermischen Belastungen. 116
- Abbildung 6.29: (a) Repräsentative Druckspannungs-Stauchungs-Kurve der Verbundprobe $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}-AlSi12-90^\circ$ mit zyklischen Entlastungssequenzen zur Bestimmung des E-Moduls in der Wiederbelastung (rot markiert) und (b) die Ergebnisse für den berechneten Schädigungsparameter D. 117
- Abbildung 6.30: Ergebnisse der FE-Simulation für (a) die $AlSi12$ -Matrix und (b) die $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$ -Preform in (0°) und quer (90°) zur Aufbaurichtung..... 119
- Abbildung 6.31: Ergebnisse der FE-Simulation der maximalen Druckfestigkeit und Stauchung des $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}-AlSi12$ Verbundes in (0°) und quer (90°) zur Aufbaurichtung im Vergleich zu den experimentellen Ergebnissen. 121
- Abbildung 6.32: Resultierendes Spannungs-Weg-Diagramm der in-situ Druckversuche mit den Verläufen einer Verbundprobe in ($Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}-AlSi12-0^\circ$) und quer ($Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}-AlSi12-90^\circ$) zur Aufbaurichtung der Preform. Die Pfeile markieren die Laststufen, an denen hochauflösende REM-Aufnahmen aufgenommen wurden [154]...... 122
- Abbildung 6.33: REM-Übersichtsaufnahmen der Probe $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}-AlSi12-0^\circ$ geprüft in Aufbaurichtung der Preform (a) zu Beginn des Versuchs mit dem markierten Bereich der Detailaufnahmen, (d) beim Erreichen der Druckfestigkeit und (e) am Ende des Versuchs [154]...... 123
- Abbildung 6.34: REM-Detailaufnahme der Probe $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}-AlSi12-0^\circ$ bei den Laststufen (b) 150 MPa, (c) 350 MPa, (d) 420 MPa und (e) am Ende des Experiments getestet wurde [154]...... 124
- Abbildung 6.35: REM-Übersichtsaufnahmen der Probe $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}-AlSi12-90^\circ$ geprüft quer zur Aufbaurichtung der Preform (a) zu Beginn des Versuchs mit dem markierten Bereich der Detailaufnahmen, (d) beim Erreichen der Druckfestigkeit und (e) am Ende des Versuchs [154]...... 125
-

Abbildung 6.36: REM-Detailaufnahme der Probe $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12-90}^\circ$ bei den Laststufen (b) 150 MPa, (c) 250 MPa, (d) 270 MPa und (e) am Ende des Experiments.	126
Abbildung 7.1: XRD-Diffraktogramm der final gedruckten $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform und vollständig kristallisiertes $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Pulver nach einer DSC-Untersuchung.	131
Abbildung 7.2: XRD-Diffraktogramm des infiltrierten Verbundes $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-AlSi12...}$	135
Abbildung 7.3: Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramm des $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Pulvers mit der prozentualen Kristallinität [Renner2021].	136
Abbildung 7.4: REM-Aufnahme einer gedruckten $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform aus der Parameterstudie in [127].	138
Abbildung 7.5: Lichtmikroskopische Aufnahme eines repräsentativen Härteeindruck im kristallisierten Bereich der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform.	140
Abbildung 7.6: EDX-Analyse der (a) $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Phase innerhalb einer Verbundprobe entlang der Aufbaurichtung. Die Elemente sind dargestellt in (b) gelb – Nickel, (c) orange – Niob und (d) türkis – Tantal.	142
Abbildung 7.7: REM-Aufnahme einer Verbundprobe mit eingeschlossenen Gasporen in der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform.	143
Abbildung 7.8: CTE-Verlauf für alle drei Aufheizvorgänge einer repräsentativen AlSi12- Probe.	149
Abbildung 7.9: Modell für (a) das isotrope, thermische Ausdehnungsverhalten der unverstärkten Matrix und (b) das anisotrope, thermische Ausdehnungsverhalten des Verbundes aus [93, 185].	155
Abbildung 7.10: Abgleich der experimentell ermittelten CTE-Werten des Verbundes mit thermo-mechanischen Modellen im Temperaturbereich von 20–100 °C. Die Modelle wurden mit dem CTE-Wert der (a) Preform-0° und (b) Preform-90° berechnet.	156
Abbildung 7.11: (a) Proben der $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}$ -Preform nach Messung der thermischen Ausdehnung (v.l.nr. $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-0}^\circ$ (vor der Messung), $\text{Ni}_{60}\text{Nb}_{20}\text{Ta}_{20}\text{-0}^\circ$,	

Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -0°, Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -90°) [Belli2021]. (b) XRD-Diffraktogramm der Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -Preform (1) vor und (2) nach den Messungen der thermischen Ausdehnung.....	158
Abbildung 7.12: Schematische Darstellung der Oxidation der binären Ni-Nb-Legierung.	159
Abbildung 7.13: Abgleich der experimentell ermittelten E-Modul-Werte des Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -Verbundes mit mikromechanischen Modellen.....	165
Abbildung 7.14: Druckspannungs-Stauchungs-Kurven der Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -Preform in 0°- und 90°-Richtung im Vergleich zu den Ergebnissen der FE-Simulation im linear-elastischen Bereich.	168
Abbildung 7.15: Schematische Darstellung des Versagens durch Zugspannungen innerhalb der Preform in (a) 0°-Richtung und in (b) 90°-Richtung.....	177
Abbildung 7.16: REM-Aufnahme von der Oberfläche der Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -Preform.....	180

Tabellenverzeichnis

Tabelle 3.1: Eigenschaften der Legierungselemente Nickel, Niob und Tantal.....	39
Tabelle 3.2: Finale Druckparameter für die Herstellung der Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -Preform.....	42
Tabelle 4.1: Metallographische Präparationsschritte zur Vorbereitung der Proben für mikroskopische Untersuchungen.....	53
Tabelle 4.2: Durchgeführte UPS-Messungen pro Probe.....	63
Tabelle 4.3: Durchgeführte Druckversuche mit Prüfparametern und Probenvorbehandlungen.....	67
Tabelle 6.1: Ermittelte Dichte und Porosität der einzelnen Phasen und des Verbundes....	78
Tabelle 6.2: Ergebnisse der Wärmeleitfähigkeit [134].....	99
Tabelle 6.3: Ergebnisse des E-Moduls (E), der Poissonzahl (ν) und Ausbreitungsgeschwindigkeiten der Longitudinal- (c_{ii}) und Transversalwellen (c_{ij}) gemessen mittels UPS [131].....	104
Tabelle 6.4: Ergebnisse der Druckfestigkeit R_m und Totalstauchung ϵ_t bei R_m der Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -Preform in 0°- und 90°-Richtung.....	106
Tabelle 6.5: Übersicht der mittels Druckversuche ermittelten Kennwerten ($R_{p0,2}$, R_m und $\epsilon_t(R_m)$) für die AlSi12-Matrix, die Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ -Preform und den Ni ₆₀ Nb ₂₀ Ta ₂₀ - AlSi12-Verbund.....	118

Anhang

Anhang 1: Korngrößenverteilung des $Ni_{60}Nb_{20}Ta_{20}$ -Pulvers $d_{50} = 44,2 \mu\text{m}$.

