

Einfluss der Kompaktierung auf das Schäumverhalten von pulvermetallurgisch hergestellten Metallhalbzeugen

vorgelegt von
M. Sc.
Tillmann Robert Neu
geb. in München

von der Fakultät III – Prozesswissenschaften
der Technischen Universität Berlin
zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor der Ingenieurwissenschaften
– Dr.-Ing. –

genehmigte Dissertation

Promotionsausschuss:

Vorsitzender: Prof. Dr.-Ing. Dietmar Auhl
Gutachter: Prof. Dr. rer. nat. John Banhart
Gutachter: Dr.-Ing. Olaf Andersen

Tag der wissenschaftlichen Aussprache: 18.07.2018

Berlin 2019

Eidesstattliche Erklärung

Hiermit versichere ich an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe, dass alle Stellen der Arbeit, die wörtlich oder sinngemäß aus anderen Quellen übernommen wurden, als solche kenntlich gemacht sind und dass die Arbeit in gleicher oder ähnlicher Form noch keiner Prüfungsbehörde vorgelegt wurde.

Berlin, den 4. Mai 2018

Danksagungen

Ich möchte mich zunächst bei Prof. John Banhart bedanken, der mir das Vertrauen entgegenbrachte diese Arbeit erfolgreich durchführen zu können und dementsprechend ermöglichte an seinem Fachgebiet an der Technischen Universität Berlin und am Helmholtz-Zentrum Berlin arbeiten und forschen zu dürfen. Mein Dank gilt auch Dr. Olaf Andersen für die Übernahme des Zweitgutachten. Auch dem Vorsitzenden der Prüfungskommission Prof. Dr.-Ing. Dietmar Auhl möchte ich hier danken.

Besonders bedanken möchte ich mich bei Dr. Francisco García Moreno für die intensive Betreuung, für die immer offene Tür in jeder Angelegenheit und für das in mich gesetzte Vertrauen. Ebenfalls danke ich allen Mitgliedern der Metallschaumgruppe an der TU Berlin für das freundschaftliche und entspannte Arbeitsklima, in dem die Jahre dieser Arbeit schnell verfliegen sind. Allen voran sei Dr. Paul Kamm gedankt, der bisher noch sämtliche computerbezogenen Aufgaben und Probleme lösen konnte, aber auch Nadine von der Eltz, Yamine Jouani, Felix Bülk, Mike Noack und auch den ehemaligen Schäumern für die verschiedenen fachlichen und auch außerfachlichen Diskussionen sowie die Bereitschaft, früh Mittagessen zu gehen. Ebenso danke ich Christiane Förster und Dr. Anna Manzoni für ihre Unterstützung bei dieser Arbeit.

Zu guter Letzt möchte ich mich bei meiner Familie und Eltern bedanken, die trotz der Parallelkorrektur der Doktorarbeiten ihrer beiden Söhne hoffentlich noch jeden sprachlichen Fehler gefunden haben, für den Beistand in dieser stressigen Zeit. Für die liebevolle Unterstützung und für die vielen Kleinigkeiten, die ohne Murren ertragen wurden, möchte ich meiner besseren Hälfte Janine danken.

Danke

Inhaltsverzeichnis

1. EINLEITUNG	1
1.1. ZELLULARE MATERIALIEN.....	1
1.2. METALLSCHÄUME	2
1.3. PULVERMETALLURGIE	4
1.4. ZIELSETZUNG.....	6
2. EXPERIMENTELLE METHODEN	7
2.1. MATERIALIEN	7
2.2. KOMPAKTIERUNG	8
2.2.1. <i>Uniaxiales Pressen</i>	8
2.2.2. <i>Strangpressen</i>	10
2.2.3. <i>Walzen</i>	11
2.2.4. <i>Current Activated Pressure Assisted Densification</i>	11
2.3. UNTERSUCHUNGSVERFAHREN.....	13
2.3.1. <i>Dichtebestimmung</i>	13
2.3.2. <i>Messung des spezifischen elektrischen Widerstandes</i>	14
2.3.3. <i>Lichtmikroskopie</i>	15
2.3.4. <i>Rasterelektronenmikroskopie</i>	15
2.3.5. <i>Härtemessung</i>	16
2.4. SCHÄUMEN	16
2.4.1. <i>Röntgen-Radioskopie</i>	16
2.4.2. <i>in situ Röntgen-Tomographie</i>	17
3. ERGEBNISSE	21
3.1. UNIAXIALES PRESSEN.....	21
3.1.1. <i>Pressen unter definierter Atmosphäre</i>	21
3.1.2. <i>Nachfolgende Wärmebehandlung</i>	25
3.1.3. <i>Zusatz von Presshilfsmitteln</i>	30
3.1.4. <i>Zusatz von Zink</i>	34
3.1.5. <i>Verwendung von vorlegiertem Pulver</i>	38
3.1.6. <i>Presskraftvariation</i>	41
3.2. STRANGPRESSEN.....	42
3.3. WALZEN	45
3.4. CURRENT ACTIVATED PRESSURE ASSISTED DENSIFICATION.....	48
3.4.1. <i>Isolierende Pressform</i>	48
3.4.2. <i>Leitende Pressform</i>	59
4. DISKUSSION.....	63
4.1. KONSOLIDIERUNG	63
4.1.1. <i>Einfluss der Kompaktierungsvarianten</i>	63
4.1.2. <i>Einfluss des elektrischen Stroms bei CAPAD</i>	69

4.2. SCHÄUMVERHALTEN	79
4.2.1. <i>Erste Schmelzebildung</i>	79
4.2.2. <i>Nukleation</i>	80
4.2.3. <i>Expansion und Schrumpfung</i>	85
5. ZUSAMMENFASSUNG.....	90
LITERATURVERZEICHNIS	V
ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS	XII
ABBILDUNGSVERZEICHNIS	XII
TABELLENVERZEICHNIS	XV

1. Einleitung

Die Natur hat die Menschheit schon immer inspiriert. Bei der Entwicklung des Leichtbaus kam die Idee aus dem Aufbau natürlicher Materialien, wie zum Beispiel Holz, Knochen oder Kork. Hier sind Hohlräume im Material eingegliedert, so wird weniger Material benötigt, das Gewicht reduziert und dennoch die Stabilität des Werkstoffs gewährleistet. Dieser zelluläre Aufbau von Materialien wird inzwischen in vielen Bereichen genutzt, wie beispielsweise in der Architektur, bei Verpackungen oder im Automobil- und Flugzeugbau.

Diese Arbeit soll ein tieferes Verständnis für den Einfluss der Herstellung auf die Entwicklung der Hohlräume in pulvermetallurgisch produzierten Metallschaumhalbzeugen geben. Dazu seien hier kurz die Metallschäume in den zellulären Materialien eingeordnet und ein Überblick über die Pulvermetallurgie gegeben.

1.1. Zelluläre Materialien

Zelluläre Materialien bestehen aus einer festen Phase und einer darin dispergierten gasförmigen Phase. In dieser Arbeit sollen die Werkstoffe betrachtet werden, deren feste Phase aus Metall besteht, also zelluläre Metalle. Die gasförmige Phase wird in der Regel als Porosität bezeichnet. Je nachdem, ob diese durchgängig miteinander verbunden ist, wird von einer offenen oder geschlossenen Porosität geredet. Diese Unterscheidung ist entscheidend für die Anwendung. So muss bei einem Wärmetauscher das Fluid das Material an einer möglichst großen Fläche passieren können, welches eine offene Porosität ermöglicht. In Abbildung 1-1 sind die Anwendungsfelder von zellulären Materialien dargestellt, die abhängig von der Art der Porosität sind. Außerdem kann unterschieden werden, ob die Anwendung den zellulären Aufbau des Materials eher strukturell oder funktional nutzt.

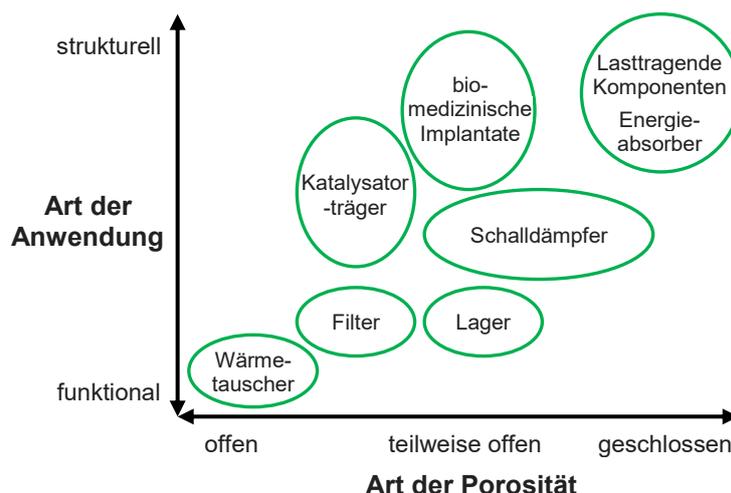


Abbildung 1-1 – Darstellung möglicher Anwendungsbereiche zellulärer Metalle nach der Art der Porosität, nach [1].

Dabei sind die Herstellungsmöglichkeiten ebenso vielfältig wie die Endprodukte. So können Metallpulver oder Fasern gesintert werden, um ein festes aber poröses Material zu erhalten. Im Falle der Fasern kann der Anteil der gasförmigen Phase 90 %

betragen [2]. Metallpulver kann ebenfalls durch additive Herstellungsverfahren wie selektives Laserschmelzen verarbeitet werden. Hier können geordnete zelluläre Strukturen aufgebaut werden, wodurch Gewicht und Ausgangsmaterial gespart werden [3]. Durch das Ummanteln von Platzhalterkugeln mit Metallpulver und das anschließende Entfernen des Platzhalters ist es möglich, Hohlkugeln zu erhalten, welche anschließend zu einer gemeinsamen Struktur gesintert werden können [4]. Es entsteht also eine definierte geschlossene Porosität. Alternativ können auch die Platzhalter (meist ein Salz) direkt mit dem Metallpulver verpresst und gesintert werden. Da die Platzhalter entfernt werden müssen, entsteht hier eine offene Porosität. Durch Abscheidungsvorgänge können auch Abbilder von bestehenden offenporigen Polymerschwämmen hergestellt werden. Dadurch ist es möglich, extrem leichte Materialien herzustellen, beispielsweise mit der Shellular-Struktur mit $1,7 \text{ mg/cm}^3$ [5]. Auch Wabenplatten zählen zu den zellulären Materialien, sie werden aber in der Regel durch Verkleben hergestellt. Diese haben den Vorteil, dass sie senkrecht zur Platte sehr steif sind. Als eine Entwicklungsrichtung der zellulären Materialien sind die metallischen Schäume im nächsten Kapitel genauer behandelt.

1.2. Metallschäume

Banhart [6] präziserte die Definition der zellulären Metalle für die Metallschäume durch den Zusatz, dass die Gasphase isolierte Blasen bildet, während das Metall zusammenhängt und dass die Blasen sich in einer Schmelze gebildet haben, in der sie sich bewegen konnten. Dieses schließt Metallschwämme, die eine verbundene Gasphase besitzen, oder andere zelluläre Strukturen, wie z.B. metallische Hohlkugelstrukturen oder Sandwichplatten mit Wabenkern, aus. In Abbildung 1-2 sind jeweils ein Beispiel für Metallschaum und Metallschwamm dargestellt.



Abbildung 1-2 – Bild zweier zellulärer Metalle, links Metallschaum, rechts Metallschwamm.

In dieser Arbeit wird die Herstellung von Metallschäumen untersucht. Im Laufe der Jahre haben sich verschiedene Produktionsvarianten und -namen etabliert. Dabei wird üblicherweise unterschieden nach der direkten und der indirekten Herstellungsrouten.

Hier seien nur kurz die grundlegenden Prozesse beschrieben. Sie sind in den Quellen genauer ausgeführt [1][7].

Bei der direkten Route wird der Schaum ohne Zwischenschritt in der dafür mit Zusätzen vorbereiteten Schmelze hergestellt. Dafür kann das Gas entweder von außen eingeblasen (Alcan-Prozess) [8], in der Schmelze durch sich zersetzende Chemikalien erzeugt (Alporas-Prozess) [9] oder durch einen Löslichkeitsprung beim Erstarren aus der Schmelze selbst freigesetzt werden (Gasar-Prozess) [10].

Bei der indirekten Route wird in einem ersten Schritt ein Halbzeug produziert, welches dann -zeitlich versetzt- in einem zweiten Schritt aufgeschmolzen und aufgeschäumt wird. Dieses Halbzeug kann aus einer Mischung von Metallpulvern und Treibmittel (pulvermetallurgischer Prozess) [11][12] oder durch das Einrühren eines Treibmittels in eine Schmelze und deren sofortige Erstarrung (Formgrip-Prozess) [13] hergestellt werden.

Diese sind die grundlegenden Varianten, einen Metallschaum herzustellen. Verschiedene Metalle lassen sich über diese Methoden schäumen, so wurden schon Schäume aus Zink [14], Magnesium [15], Blei [16], Gold [17], Titan [18], Stahl [19], Kupfer [20] oder Nickel [21] hergestellt. Hauptsächlich konzentriert sich die Forschung - und auch die industrielle Herstellung - auf Schäume aus Aluminiumlegierungen. Dieses liegt an der unkomplizierten Handhabbarkeit und der geringen Dichte des Aluminiums, welches es in sich schon zu einem Leichtbauwerkstoff macht.

Die Metallschäume werden in verschiedenen industriellen Anwendungen eingesetzt, die *García-Moreno* zusammen getragen hat [22]. Sie werden beispielsweise als bewegliches Maschinenteil eingesetzt, nicht nur, weil sie besonders leicht oder steif sind, sondern weil sie zugleich im selben Bauteil auch Vibrationen besser dämpfen. Diese Kombinationen von Eigenschaften, wie sie in Abbildung 1-3 dargestellt sind, macht die Metallschäume für viele Anwendungen attraktiv [23]. Bis heute sind die Produktionskosten in aller Regel noch zu hoch, um das Dasein eines Nischenproduktes zu beenden.

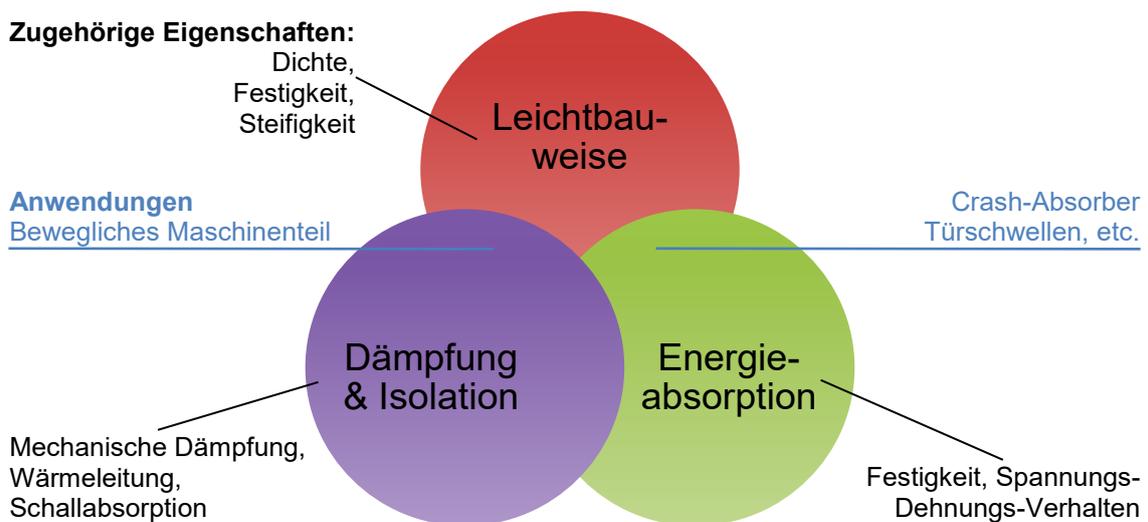


Abbildung 1-3 – Bedeutende Eigenschaftsbereiche von Metallschäumen und daraus resultierende Anwendungen, nach [1][23].

1.3. Pulvermetallurgie

Die Proben dieser Arbeit wurden auf pulvermetallurgischen Weg hergestellt. Dieses Teilgebiet der Metallurgie befasst sich mit der Herstellung von Metallpulvern und der Verdichtung dieser zu einem Werkstück, ohne sie vollständig zu schmelzen. Teilweise ist der Übergang zur Verarbeitung von keramischen Stoffen nicht klar abgegrenzt, da die gleichen Verfahren genutzt werden. Zu Beginn der industriellen Anwendung wurde die Pulvermetallurgie vor allem zur Herstellung von Produkten aus Molybdän und Wolfram genutzt. Diese Metalle schmelzen erst bei Temperaturen von über 2500 °C auf, welche zu Beginn des 20. Jhdts. noch nicht erreichbar waren [24].

Der Begriff Pulvermetallurgie umfasst alle Prozesse von der Herstellung der Pulver über die Formgebung bis zur Konsolidierung zum fertigen Werkstück. Die wichtigsten Gruppen der Verfahren für die einzelnen Schritte sind in Abbildung 1-4 aufgeführt und in [25] näher ausgeführt.



Abbildung 1-4 – Verfahrensschritte in der Pulvermetallurgie, nach [25]

Die Pulvermetallurgie kommt vor allem dann zum Einsatz, wenn bestimmte Eigenschaftsprofile schmelzmetallurgisch nicht oder nur sehr aufwendig erreicht werden können. So können Menge und Partikelgrößen der Bestandteile durch die benutzten Pulver bestimmt werden, jedoch nur in gewissen Grenzen. Eines der Probleme ist die Temperaturführung bei der Vereinigung der einzelnen Pulverpartikel. Diese ist immer ein Abwägen zwischen dem Vergrößern der Körner und dem Verdichten der Partikel [26].

Eine in den letzten Jahrzehnten immer weiter erforschte Technologie ist das Aufheizen der Pulverpresslinge durch einen Stromfluss direkt durch das Pulver oder, wenn dieses nicht elektrisch leitend ist, durch die Pressform. Typischerweise werden Ströme von 1000-10000 A bei 10-15 V genutzt. Häufig werden Systeme beschrieben, die einen gepulsten Gleichstrom mit einer Frequenz von bis zu 40 kHz verwenden [26].

Durch die so erreichbaren hohen Heizraten (bis zu 1000 K/min) kann das Temperaturfenster, in dem die Oberflächendiffusion und somit das Kornwachstum

vorrangig ist, schnell durchschritten werden. So ist es möglich, eine fast vollständige Verdichtung zu erreichen mit einer geringen Vergrößerung der Ausgangskorngröße. Es können beispielsweise nanokristalline Materialien mit nahezu theoretischer Dichte hergestellt werden [27]. Neben kürzeren Prozesszeiten [28] und einem geringeren Energieverbrauch (20-33 % im Vergleich zu Heißpressen) [29] wird über verschiedene Verbesserungen der Eigenschaften durch die strombasierte Kompaktierung berichtet, z.B.: verringerte Ausscheidungen von Verunreinigungen an Korngrenzen [30], verbesserte chemische Beständigkeit [31] sowie bessere magnetische [32] und optische Eigenschaften [33,34].

Die Idee, mit einem Stromfluss eine Probe zu sintern, ist inzwischen über 100 Jahre alt. Das erste bekannte Patent hierzu hat *Johann Lux* von *A.G. Bloxam* in Großbritannien im Jahre 1905 einreichen lassen [35]. Darin wird die Herstellung von Glühfäden aus Wolfram oder Molybdän beschrieben, dessen letzter Schritt das Dichtsintern durch Strom ist. Seitdem wurde auf dem Gebiet viel geforscht, was sich auch in der Anzahl der Veröffentlichungen widerspiegelt: *Grasso et al.* berichtet über 642 Patente zu dieser Technologie bis zum Jahr 2008 [28]. Das Verfahren wurde seit der ersten Idee immer weiter verfeinert und unterschiedliche Variationen und Kombinationen des Stromflusses führten zu verschiedenen Bezeichnungen. So zählt *Orru et al.* über 50 Prozessnamen [36]. Die meistbenutzen bzw. Oberbegriffe davon sind:

- Spark Plasma Sintering (SPS – engl.: Funken-Plasma-Sintern)
- Pulsed Electric Current Sintering (PECS – engl.: Gepulstes elektrisches Sintern)
- Pulse Discharge Sintering (PDS – engl.: Pulsentladungssintern)
- Plasma Activated Sintering (PAS – engl.: Plasmaaktiviertes Sintern)
- Field Activated Sintering Technique (FAST – engl.: Feldaktivierte Sinter-technik)
- Electric Current Activated / Assisted Sintering (ECAS – engl.: Elektrisch aktiviertes / unterstütztes Sintern)
- Current Activated Pressure Assisted Densification (CAPAD – engl.: Stromaktivierte druckunterstützte Verdichtung)

In diesen Bezeichnungen kommt immer wieder das Wort Plasma vor. Man ist davon ausgegangen, dass durch den gepulsten hohen Stromfluss Plasmaentladungen entstehen [37]. Das ist bisher nicht überzeugend nachgewiesen worden [38] und *Hulbert et al.* und *Hitchcock et al.* führten Messungen durch, die gegen eine Plasmaentstehung sprechen [39][40].

Das Kompaktieren von Al-Pulvern mittels Strom ist auch von verschiedenen Gruppen untersucht worden. Sie fanden jeweils leicht unterschiedliche Parameter, die das Pulver zu einem Zustand verdichteten, der dem von verformten und geglühtem Aluminium ähnelten [41][42][43]. *Xie et al.* haben den Einfluss des Pulsierens der Spannung von 0 bis 40 kHz für Aluminiumpulver untersucht. Sie fanden keinen signifikanten Einfluss auf die Dichte, elektrischen Widerstand, Mikrostruktur oder Zugfestigkeit [44].

Es wurden auch bereits zelluläre Materialien aus Aluminium mittels stromunterstützter Kompaktierung hergestellt. Dabei handelt es sich um Metallschwämme, bei denen Salz als Platzhalter diente [45][46][47]. Ebenfalls wurden geschlossenzellige zelluläre Strukturen aus einer Ni-Legierung hergestellt, wobei hier die Zersetzungsreste der formgebenden Polymerkugeln in den Zellen verblieben [48].

1.4. Zielsetzung

Die Nukleation der Metallschäume in einem pulvermetallurgisch hergestellten Halbzeug ist schon verschiedentlich untersucht worden. So stellten *Lázaro et al.* schon eine durch den Herstellungsprozess verursachte Anisotropie in der ersten Expansionsphase fest [49]. Bei der Untersuchung der Bildung von Blasen fanden *Rack et al.* heraus, dass die Nukleation nicht unbedingt an den gasabgebenden TiH_2 -Partikeln stattfindet, sondern, wenn vorhanden, in der zuerst schmelzenden ternären $AlSiCu$ -Phase [50].

Die neusten technischen Errungenschaften ermöglichen inzwischen eine zeitaufgelöste, räumliche Untersuchung der Nukleation. So konnten *Kamm et al.* den Aufschäumprozess in 3D mit einer zeitlichen Auflösung von 0,2 s verfolgen [51]. Mit diesem Verfahren soll nun der Einfluss von unterschiedlichen Kompaktierungsarten der pulvermetallurgisch hergestellten Halbzeuge auf die Entwicklung des Schaumes untersucht werden. Zusätzlich sollen für das uniaxiale Pressen verschiedene Einflussgrößen analysiert werden. Darunter fallen der Einsatz von Presshilfsmitteln, das Hervorrufen einer flüssigen Phase beim Kompaktieren und die Verwendung vorlegierter Pulver. Außerdem soll die Auswirkung einer Erhitzung des Pulvers selbst durch einen elektrischen Strom während der Verdichtung auf das Schäumverhalten untersucht werden. Dazu soll ein entsprechender Aufbau konzipiert und realisiert werden.

2. Experimentelle Methoden

Alle in dieser Arbeit verwendeten Proben wurden auf dem pulvermetallurgischen Weg hergestellt. Die verwendeten Charakterisierungsmethoden und Pulver sind in diesem Kapitel beschrieben.

2.1. Materialien

Die Pulver lagen teilweise vorlegiert und teilweise als Reinelemente vor. Zur Herstellung des Halbzeuges wurden sie zur gewünschten Legierungszusammensetzung abgewogen. So wurden beispielsweise 30 g der Legierung AlSi8Mg4 aus 25,2 g Al- und je 2,4 g Si- und AlMg50-Pulver angesetzt. Zusätzlich wurde ein Gewichtsprozentsatz von 0,25 oder 0,5 des Treibmittels TiH₂ hinzugegeben. In Versuchsreihen wurde darüber hinaus auch Zink oder Amidwachs als Presshilfsmittel (PHM) beigefügt oder ein anderes ternär vorlegiertes Pulver genutzt. Alle verwendeten Metallpulver mit Reinheit und Korngröße sind in Tabelle 2-1 und alle Presshilfsmittel in Tabelle 2-2 aufgelistet.

Pulver	Zulieferer	Reinheit [%]	D ₁₀ [µm]	D ₅₀ [µm]	D ₉₀ [µm]
Al	AMG Alpoco UK Ltd.	99,7	19,49	63,94	152,32
AlMg50	Possehl Erzkontor GmbH	> 99	14,78	63,83	172,37
AlSi7Mg0,6	TLS Technik GmbH & Co. Spezialpulver KG	99,8	60,93	86,56	110,22
Mg	Carl Roth GmbH + Co. KG	98,5	22,96	48,14	80,85
Si	Elkem SAS	97,5	4,42	26,52	59,62
TiH ₂	Chemetall GmbH	98,8	3,17	14,11	33,16
Zn	Grillo-Werke AG	99,995	14,56	24,45	34,13

Tabelle 2-1: Liste der verwendeten Metallpulver und deren Reinheit sowie drei Quantile des Korndurchmessers (10 %, 50 % und 90 %)

Pulver	Zulieferer	Chemischer Name	Summenformel
Deurex A26P	Deurex AG	Erucamid	C ₂₂ H ₄₃ NO
Deurex A27P	Deurex AG	Oleamid	C ₁₈ H ₃₅ NO
Deurex A28P	Deurex AG	Stearamid	C ₁₈ H ₃₇ NO
Licowax C	Clariant Plastics & Coatings GmbH	Distearylethylendiamid	C ₃₈ H ₇₆ N ₂ O ₂

Tabelle 2-2: Liste der verwendeten Amidwachse

Das verwendete TiH₂ war zuvor einer Wärmebehandlung von 3 h bei 480 °C in Luft unterzogen worden [52][53]. Diese Behandlung sorgt dafür, dass sich eine Oxidhaut bildet, welche aus einer äußeren TiO₂ und einer inneren Ti₃O-Schicht besteht. Dadurch wird die Abgabe des Wasserstoffs verzögert und zu höheren Temperaturen verschoben [54][55].

Um eine homogene Verteilung der unterschiedlichen Pulverpartikel untereinander zu erreichen, wurden sie nach dem Abwiegen für 30 Minuten mithilfe eines Rührmischers (RRM MINI 80, J. Engelsmann AG) vermengt.

2.2. Kompaktierung

2.2.1. Uniaxiales Pressen

Das uniaxiale Pressen gehört zu den Standardverfahren, die zur Kompaktierung von Pulvern eingesetzt werden. Dazu wird das Pulver in eine Matrize der gewünschten Form gefüllt, mit einem Stempel verschlossen und dann gepresst. Durch die in der Regel geringen Pulvermengen bzw. kleinen Dimensionen der Matrize können leicht hohe Drücke erreicht werden.

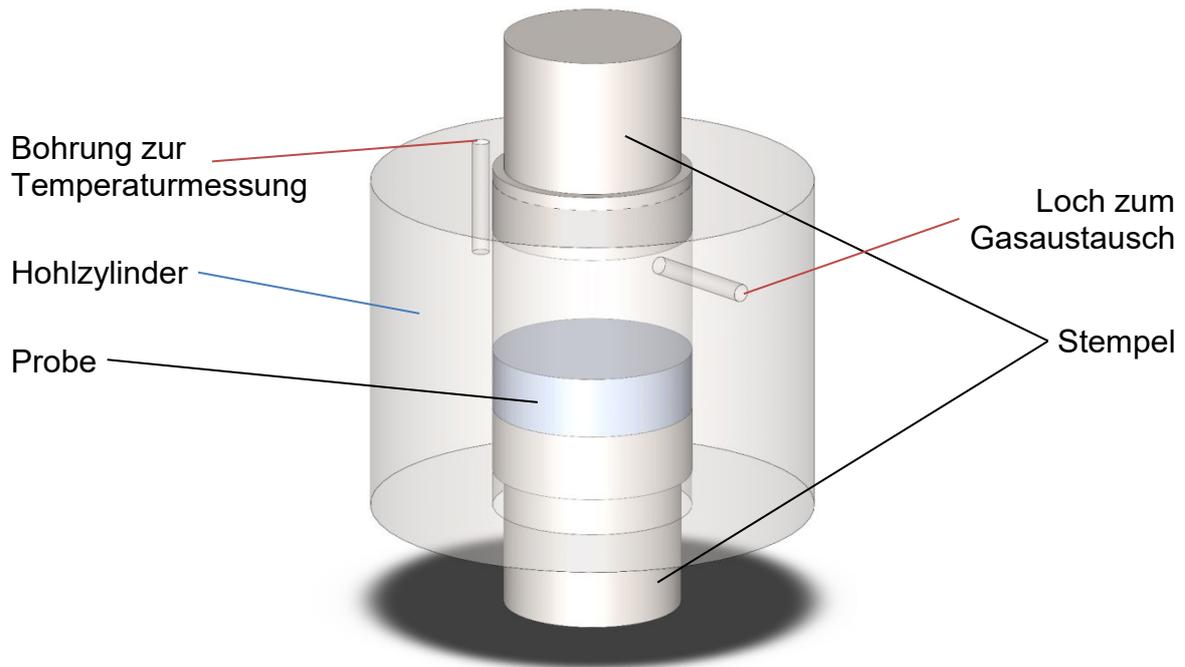


Abbildung 2-1 – Verwendete Form beim uniaxialen Pressen

Für die Versuche wurden in der Regel 30 g der Pulvermischung in einen Hohlzylinder (siehe Abbildung 2-1) aus gehärtetem Warmarbeitsstahl mit einem Innendurchmesser von 36 mm gefüllt und durch zwei Stempel eingeschlossen. Alle Oberflächen waren mit dem MoS₂ basierten Gleitmittel *Molykote D321R* (*Dow Corning Inc.*) geschmiert. Anschließend wurde sie mittels hydraulischer Presse (1000 kN, *MATRA-Werke GmbH*, oder 400 kN, *Dema Vertriebs GmbH*) bei Raumtemperatur vorverdichtet. Dazu wurde für ca. 10 s der Druck gehalten, welcher auch in nachfolgenden Schritten zur Heißkompaktierung genutzt wurde. Nun wurde eine Widerstandsheizmanschette um den Zylinder gelegt und mittels PID-Regelung auf 400 °C aufgeheizt. Sobald die Temperatur erreicht war, konnte erneut der Kompaktierungsdruck aufgebracht und für eine bestimmte Zeit isotherm gehalten werden (sofern nicht anders angegeben für 15 Minuten bei 300 MPa). Danach wurden die Stempel sofort entlastet, die Form aus der Presse entnommen und in Wasser abgeschreckt.

Für die Kompaktierung unter einer bestimmten Atmosphäre wurde eine spezielle Druckkammer (siehe Abbildung 2-2) verwendet. Diese ist so konzipiert, dass sie in die oben genannten Pressen eingebaut werden kann und den Hohlzylinder mitsamt der

Heizmanschette umschließt. Sie stellt so eine definierte Umgebung bei der Kompaktierung sicher.

Zuerst wurde der Hohlzylinder ebenfalls mit Pulver gefüllt und mit den beiden Stempeln verschlossen. Dabei lässt man die radiale Nebenbohrung noch offen, sodass der Gasaustausch im Innenraum beim Pulver möglich ist. Dann konnte der Zylinder in die Kammer eingebaut und diese verschlossen werden. Anschließend wurde die Kammer dreimal evakuiert und mit der gewünschten Atmosphäre gespült. Die verwendeten Gase und deren Drücke sind in der Tabelle 2-1 angegeben.

Atmosphäre	Zulieferer	Spezifikation	Verwendeter Druck
Vakuum	-	-	$\sim 8 \cdot 10^{-5}$ bar
Luft	-	-	~ 1 bar
Stickstoff	<i>Air Liquide Deutschland GmbH</i>	5.0	$\sim 1,25$ bar
Argon + 5% H ₂	<i>Air Liquide Deutschland GmbH</i>	2.1	$\sim 1,25$ bar

Tabelle 2-3: Liste der verwendeten Atmosphären und deren Spezifikationen

Nachdem die Atmosphäre eingestellt war, erfolgte die Kompaktierung wie schon oben beschrieben. Zusätzlich dazu wurde das Pressen auch ohne eine Vorkompaktierung durchgeführt, damit eventuelle Reaktionen zwischen Pulver und Gas erfolgen konnten.

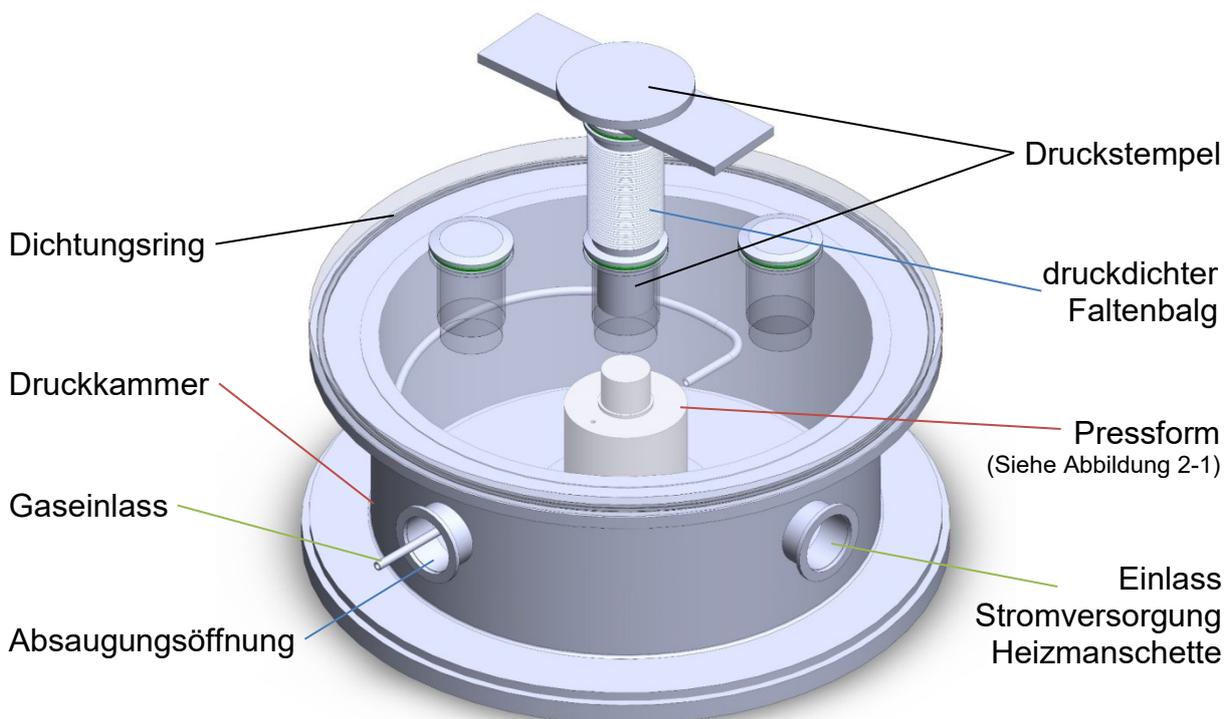


Abbildung 2-2 – Aufbau der Druckkammer

Einige der uniaxial gepressten Halbzeuge wurden noch einer zusätzlichen Wärmebehandlung unterzogen. Dazu wurden sie auf ein mit Bornitrid überzogenes Lochblech gelegt und in die Mitte eines Ofens (S6/S, *Nabertherm GmbH*) gehängt.

Dort blieben sie bei 400 °C unter Luftatmosphäre bis zu acht Stunden. Danach kühlten sie an Luft aus.

2.2.2. Strangpressen

Es handelt sich hierbei um das direkte Strangpressen. Dazu wurde die 1000 kN Presse (*MATRA-Werke GmbH*) so umgebaut, dass der austretende Strang durch die Grundplatte hindurchtreten kann. Der Aufbau (siehe Abbildung 2-3) besteht aus einem Aufnehmer (Bohrung von 30 mm Durchmesser), in den unterschiedliche Matrizen von 36 mm Durchmesser und 11 mm Höhe eingesetzt werden können. Diese werden von einer Verschluss-scheibe in den Aufnehmer gepresst. Durch diese Scheibe ist das pressbare Profil auf einen umschließenden Kreis von 20 mm Durchmesser beschränkt.

Zur Vorbereitung des Strangpressens wurden 100 g der Pulvermischung angesetzt und kalt mit 100 kN zu einem Zylinder von 28 mm Durchmesser gepresst. Dieser Pulverpressling wurde zusammen mit der Pressscheibe und dem Stempel in einem separaten Ofen (*B180, Nabertherm GmbH*) auf Presstemperatur vorgewärmt. Gleichzeitig wurde der Aufnehmer, in den die Matrize (Abmaße in Abbildung 2-3, Pressverhältnis: 7,5) eingesetzt worden ist, mit zwei Heizmanschetten ebenfalls aufgeheizt. Zuvor wurden alle Reibungsflächen mit dem Gleitmittel *Molykote* behandelt.

Nachdem die Presstemperatur im Pressling und dem Aufnehmer erreicht waren, wurde der Pressling transferiert und mit dem Stempel im Aufnehmer eingeschlossen. Dann erfolgte die Kraftaufbringung, die zum Schutz des Aufnehmers auf 300 kN beschränkt wurde. Die Kraft wurde aufrechterhalten bis die Pressscheibe bis auf 6 mm an die Matrize herangekommen war. Der ausgetretene Strang wurde nach der Druckentlastung kurz unter der Verschluss-scheibe abgetrennt und in Wasser abgeschreckt.

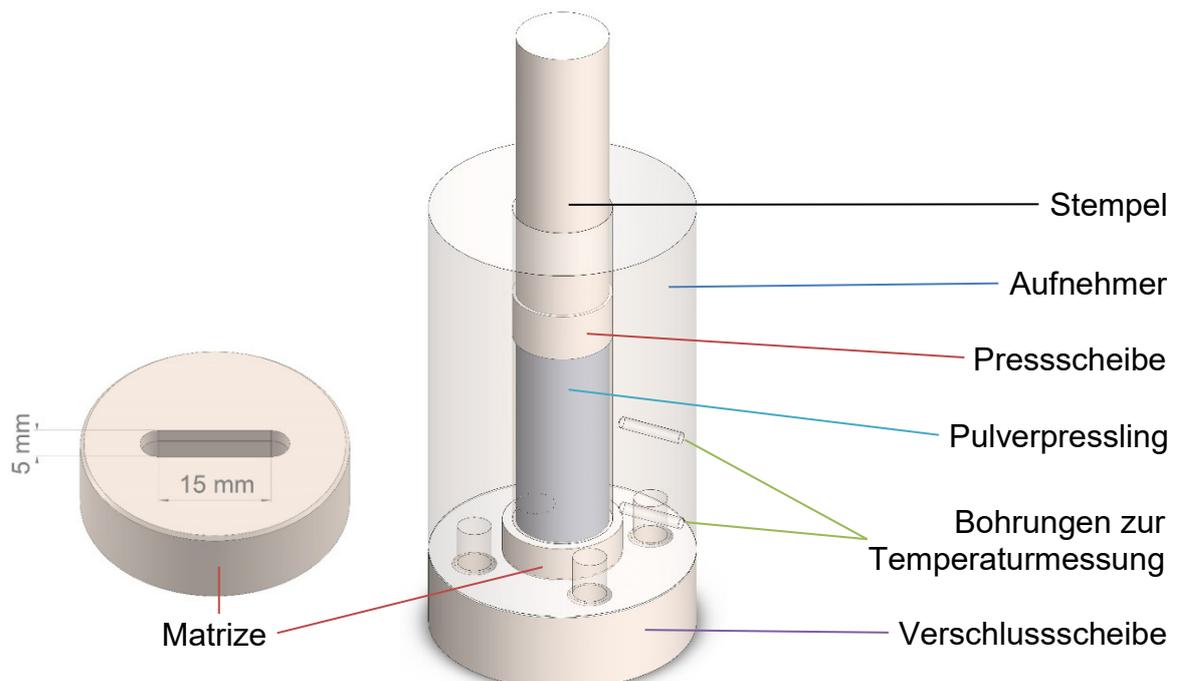


Abbildung 2-3 – Skizze des Strangpressaufnehmers und der verwendeten Matrize

2.2.3. Walzen

In dieser Arbeit wurden nicht eigens gewalzte Proben verwendet, sondern es wurden Proben genutzt, die von der *pohltec metalfoam GmbH* [56] produziert und zur Verfügung gestellt wurden. Das Halbzeug ist für die Herstellung von *Aluminium-Foam-Sandwiches* (AFS[®]) vorgesehen und hat dementsprechend zwei Decklagen. Diese Lagen wurden vor der weiteren Verwendung entfernt, um nur die schäumbare Zwischenschicht zu erhalten. Diese Schicht besteht aus der Legierung *AlSi8Mg4* mit einem im Vergleich zu den anderen Proben leicht erhöhten Treibmittelgehalt (ca. 0,75 Gew.-%).

Das Halbzeug ist nach dem Prozess hergestellt, den *Seeliger* schon 2004 beschrieben hat [57]. Er ist aus dem Englischen übersetzt in Abbildung 2-4 dargestellt. Analog dem oben beschriebenen Vorgang wird in einem größeren Maßstab Pulver zur Legierung vermischt und das Treibmittel dazugegeben. Anschließend wird die Mischung in den dafür gebauten Container gegeben, der später die Decklagen bilden. Dann erfolgt der zweistufige Verdichtungsprozess: Kompaktieren und anschließendes Walzen. Die Proben für diese Arbeit wurden entnommen, bevor das Halbzeug bei *pohltec metalfoam GmbH* geschnitten, in Form gebracht und geschäumt wird.

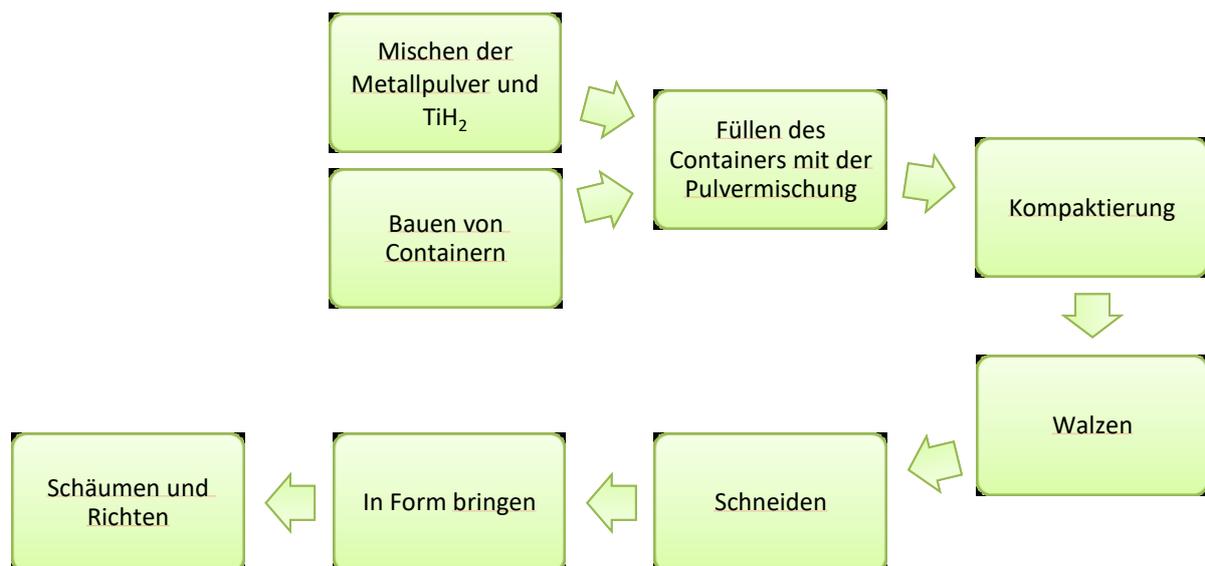


Abbildung 2-4 – Herstellungsprozess von AFS[®] bei der Firma *pohltec metalfoam GmbH*, entwickelt von *alm*, nach [57].

2.2.4. Current Activated Pressure Assisted Densification

Alle bis hierhin beschriebenen Verfahren haben gemeinsam, dass die Wärme vor der Umformung von außen eingebracht werden musste. In diesem Verfahren wird die Wärme direkt im bzw. am Pulver erzeugt, indem der Strom durch das Pulver geführt wird, welches dann selbst als Heizwiderstand wirkt.

Dazu wurde in die Uniaxialpresse ein anderer Aufbau eingesetzt (siehe Abbildung 2-5). Als Form wurde ein Keramikrohr aus Aluminiumoxid von 15 mm Innendurchmesser und 2,5 mm Wandstärke in einem Stahlmantel ($\varnothing = 50$ mm) verwendet. In dieses wurde das Pulver eingefüllt und mit passenden Stempeln aus Edelstahl verschlossen. Die Kontaktierung erfolgte über zwei Kupferplatten, in denen

die Anschlusskabel eingeklemmt sind. Um beim Pressen das weiche Kupfer nicht zu beschädigen, wurde noch ein Untersetzer aus Stahl zwischen Stempel und Kupferplatte gegeben. Abschließend wurde dieser Aufbau von der Presse elektrisch isoliert. Den Strom lieferten zwei parallel geschaltete Netzteile RST-10000 der Firma *Mean Well Enterprises Co. Limited*. So war eine maximale Stromstärke von 720 A möglich, die Spannung war auf 5 V begrenzt. Um den eingebauten Kurzschlussschutz der Netzteile nicht zu aktivieren, wurde noch ein 1,2 k Ω -Widerstand parallel zum Versuchsaufbau geschaltet. Ein Ersatzschaubild des Aufbaus ist in Abbildung 2-6 zu sehen.

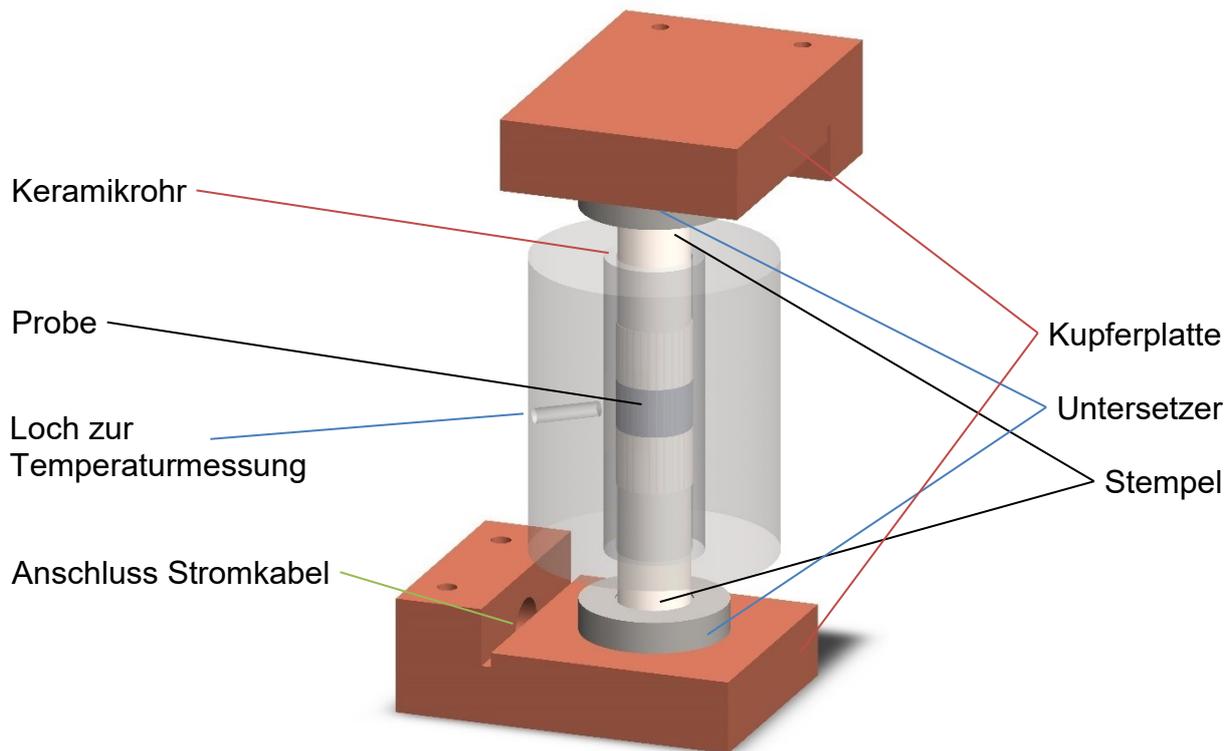


Abbildung 2-5 – Skizze des CAPAD-Aufbaus

Der Kompaktierungsvorgang wurde in den folgenden Schritten durchgeführt: Nachdem das Pulver in der Form gefüllt und der gesamte Aufbau in die Presse eingebaut und in Pressrichtung ausgerichtet war, wurden ca. 80 % des Kompaktierungsdruckes aufgebracht. Anschließend wurde der Stromfluss für eine festgelegte Zeitdauer aktiviert und der Pressdruck auf 100 % erhöht. Die Temperatur des Stahlmantels wurde in einer Bohrung nahe der Probe gemessen, wie auch in Abbildung 2-5 gezeigt ist. Wenn sie 500 °C deutlich überschritt, wurde aus Sicherheitsgründen der Versuch abgebrochen. Die Festigkeit des Stahls sinkt bei diesen Temperaturen und die Gefahr der Verformung der Stempel und ein Ausbrechen aus der Kraftachse steigt. Die Presskraft wurde eingestellt und manuell mit einer Abweichung von etwa ± 2 kN gehalten. Ein Nachregeln ist nötig, da das Verdichten des Pulvers mit einer Verkleinerung des Volumens einhergeht und so der Druck abfällt. Nach der Abschaltung des Stromes wurden die Pressstempel entlastet, die Form entnommen und abgeschreckt.

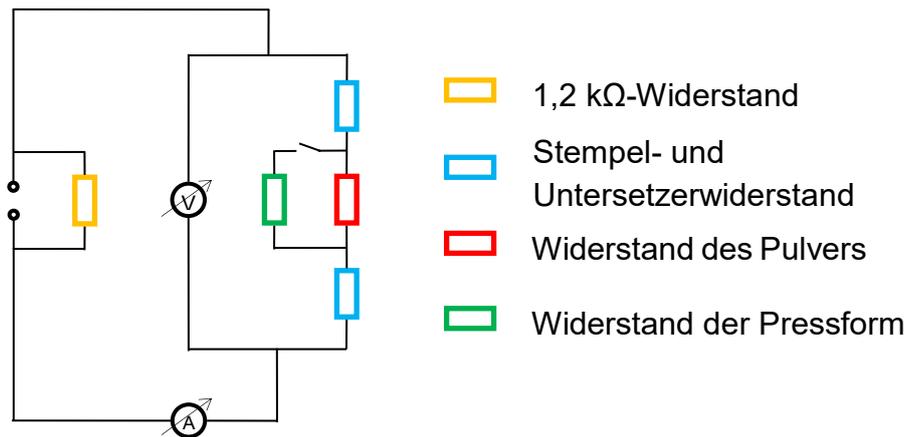


Abbildung 2-6 – Ersatzschaubild des CAPAD-Aufbaus

Zusätzlich wurde auch eine Form ohne Keramik getestet, sie ist also nicht elektrisch vom Pulver isoliert. Die Abmessungen dieser Stahlform sind gleich zu der Form mit eingesetztem Keramikrohr, sodass sonst der Aufbau und die Parameter gleichblieben. Zusätzlich wurden noch Proben durch uniaxiales Pressen mit einem Durchmesser von 15 mm hergestellt. Diese dienen zum direkten Vergleich mit dem uniaxialen Pressen.

2.3. Untersuchungsverfahren

Aus den so hergestellten Halbzeugen wurden nun Proben mit der Größe $10 \times 10 \times 4 \text{ mm}^3$ entnommen. Die kurze Seite ist dabei immer parallel zur Hauptkompaktierungsachse und die Entnahmestelle liegt weitestgehend in der Mitte des Halbzeuges. Ausnahmen sind die CAPAD-Versuche, wo lediglich 3,5 mm dicke Abschnitte des 15 mm Zylinders genommen wurden, um bei diesem Verfahren auch Einflüsse eventueller Randeffekte beobachten zu können. Außerdem wurden auf Grund des geringeren möglichen Beobachtungsfensters für die Untersuchung am Synchrotron $4 \times 4 \times 2 \text{ mm}^3$ große Proben verwendet.

2.3.1. Dichtebestimmung

Die Dichte der Halbzeuge wurde gemessen, um ein Indiz für die Güte der Kompaktierung zu erhalten. Dafür wurden in der Regel mehrere Abschnitte der kompaktierten Probe genommen und angeschliffen. Das Anschleifen dient zur Minimierung der Oxidhaut. Die Dichtebestimmung erfolgte mittels des archimedischen Prinzips.

Genutzt wurde dafür die Analysenwaage CPA225D und das Dichtebestimmungsset YDK01 von der Sartorius AG. Als Flüssigkeit wurde anstatt Wasser Ethanol (Reinheit >99,8%) eingesetzt, um eine Verfälschung der Ergebnisse durch eine Reaktion des im Halbzeug enthaltenen Magnesiums mit dem Wasser zu vermeiden. Die Dichte der Probe wurde nach Gleichung 1 errechnet:

$$\rho = \frac{W_a \cdot [\rho_{\text{Eth}}(T) - \rho_a]}{0,99983 \cdot [W_a - W_{\text{Eth}}]} + \rho_a \quad \text{Gleichung 1}$$

Hierbei ist W_a das Gewicht der Probe in Luft, $\rho_{Eth}(T)$ die Dichte des Ethanols in Abhängigkeit von der Temperatur, ρ_a die Dichte der Luft unter Normalbedingungen und W_{Eth} das Gewicht der Probe in Ethanol. In dieser Formel sind die Temperaturabhängigkeit der Dichte des Ethanols, der Luftauftrieb der Probe und die Eintauchtiefe des Wägestells in das Ethanol (Faktor: 0,99983) berücksichtigt [58].

Die relative Dichte wurde mit dem Verhältnis des erhaltenen Ergebnisses zu der theoretisch maximalen Dichte der Legierung bestimmt. Diese theoretische Dichte ρ_{th} geht von den Dichten der enthaltenen reinen Elemente aus und wurde nach Gleichung 2 berechnet. Hier werden keine Verunreinigungen, Oxide oder intermetallische Phasen berücksichtigt. Es sind also Dichten möglich, die über der theoretischen Dichte liegen.

$$\rho_{th} = \frac{1}{\sum_i \frac{w_i}{\rho_i}} \quad \text{Gleichung 2}$$

Dabei ist w_i der Gewichtsanteil des Elements und ρ_i dessen Dichte. Beispielsweise beträgt die so errechnete theoretischen Dichte für AlSi8Mg4 + 0,5 Gew.-% TiH₂ 2,613 g/cm³. Die relative Dichte berechnet sich dann aus dem Quotienten der gemessenen zur theoretischen Dichte in Prozent (siehe Gleichung 3).

$$\rho_{rel} = \frac{\rho}{\rho_{th}} \cdot 100 \% \quad \text{Gleichung 3}$$

2.3.2. Messung des spezifischen elektrischen Widerstandes

Ein weiteres Indiz für die Güte der Kompaktierung kann der spezifische elektrische Widerstand des Halbzeuges. Dieser reagiert empfindlich auf Änderungen der Beschaffenheit des Halbzeug in Bezug auf Porosität, Oxidgehalt und Verformung [59].

Zur Bestimmung kann die Vierpunktmethode genutzt werden. Der Vorteil liegt darin, dass durch Trennung der Stromversorgung und der Spannungsmessung die Kontakt- und Leitungswiderstände vernachlässigbar sind. Hierbei wird die Probe mittig entlang einer Linie an vier Punkten mit dem Abstand s kontaktiert. Über die äußeren Kontakte wird ein Strom geschaltet, um dann über die inneren die Spannung zu messen. Unter der Annahme einer unendlich ausgedehnten Schicht mit einer konstanten Dicke d erhält man Gleichung 4 zur Berechnung des spezifischen elektrischen Widerstandes ρ_{el} [60]. Dabei ist die Gleichung um die Korrekturfaktoren F_d und F_l erweitert.

$$\rho_{el} = \frac{U}{I} \cdot \frac{\pi}{\ln 2} \cdot d \cdot F_d \cdot F_l \quad \text{Gleichung 4}$$

Dabei behebt F_d den Einfluss zwischen Probendicke und Abstand der Messpunkte und F_l den Einfluss der lateralen Ausdehnung der Probe w . Deren Berechnungen sind in Gleichung 5 und Gleichung 6 gegeben.

$$F_d = \frac{\ln 2}{\ln \left(\frac{\sinh \left(\frac{d}{s} \right)}{\sinh \left(\frac{d}{2s} \right)} \right)} \quad \text{Gleichung 5}$$

$$F_l = \frac{\ln 2}{\ln 2 + \ln \left(\frac{\left(\frac{w}{s}\right)^2 + 3}{\left(\frac{w}{s}\right)^2 - 3} \right)}$$

Gleichung 6

Zur Messung der Spannung wurde ein Keithley 2000 von *Tektronix Inc.* genutzt, welches mit einer Genauigkeit von 0,1 μV messen kann. Der Strom wurde von einem Labor-Netzgerät DPPS-60-15 von *Voltcraft* geliefert. Kontaktiert wurde die Probe - wie in Abbildung 2-7 gezeigt - mittels Federkontaktstiften, die in einem Querträger aus Polycarbonat stecken, um den Abstand s gleichbleibend bei 3 mm zu garantieren. Der nötige Druck für eine gute Kontaktierung wurde über zwei Schrauben und Federn aufgebracht. Für jede Messung wurde die Spannung bei vier Stromstärken von 1,5 A bis 3 A gemessen, der Widerstand nach Gleichung 4 berechnet und der Wert gemittelt.

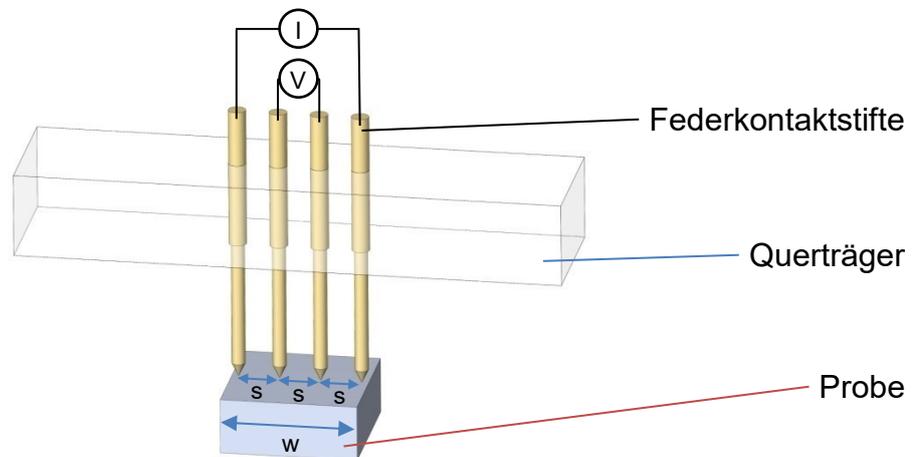


Abbildung 2-7 – Skizze des verwendeten Widerstandsmessungsaufbaus

2.3.3. Lichtmikroskopie

Zur Untersuchung der Mikrostruktur wurden Proben aus dem Halbzeug entnommen, eingebettet (Demotec 70, elektrisch leitend), geschliffen (120er bis 2000er Körnung), mit 3 μm und 1 μm Diamantsuspensionen poliert und schließlich mit der OPU-Endpolitur der *Struers GmbH* behandelt. Die Untersuchungen und Aufnahmen wurden mit dem Lichtmikroskop Axiophot 2, der Kamera Axioacam HRc und der Software Axiovision 4.4 der Firma *Carl Zeiss AG* durchgeführt. Dabei wurde der Differential-Interferenz-Kontrast (DIC) genutzt.

2.3.4. Rasterelektronenmikroskopie

Ein Teil der Proben wurde auch unter dem Rasterelektronenmikroskop (REM) untersucht. Diese Messungen wurden an dem LEO 1530 mit Gemini-Säule (*Carl Zeiss AG*) durchgeführt. Die Beschleunigungsspannung betrug 7 kV und das Bild wurde mit einem Sekundärelektronen-Detektor (SE2) aufgenommen. In Verbindung zu diesen Bildern wurden auch Energiedispersive-Röntgenspektroskopie-Untersuchungen (EDX) durchgeführt, um die Verteilung der Elemente in ausgewählten Bereichen zu bestimmen.

2.3.5. Härtemessung

Für die Härteprüfung nach Vickers wurde das Prüfgerät MHT-10 der *Anton Paar GmbH* genutzt zusammen mit dem Mikroskop Polyvar MET der Firma *Reichert Jung*. Dabei wurde eine Mikrohärteprüfung durchgeführt, bei der eine Prüfkraft F von 0,1 Kilopond (0,98 N) eine gleichseitige Diamantpyramide mit einem Öffnungswinkel von 136° für 20 s auf das Werkstück drückt. Das Verhältnis der Prüfkraft zur Eindrucksfläche (errechnet aus den durch das Mikroskop ermittelten Diagonalen) ergibt nach Gleichung 7 die Vickershärte.

$$HV = \frac{F \cdot 2 \cdot \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} \quad \text{Gleichung 7}$$

Es wurden für jede Angabe einer Härte mindestens zehn Messungen durchgeführt.

2.4. Schäumen

Bei den bildgebenden Verfahren mit Röntgenstrahlung während des Aufschmelzens eines Metalls ist es nicht immer klar definiert, ob ein entstehender Hohlraum von einer flüssigen oder einer festen Phase umgeben ist. Deswegen werden die jeweiligen Begriffe Blase und Pore in dieser Arbeit auswechselbar benutzt.

2.4.1. Röntgen-Radioskopie

Zur *in situ*-Betrachtung der Entwicklung des Schaumes wurde die Röntgen-Radioskopie-Anlage genutzt, die *García-Moreno et al.* in [61] beschreibt. Sie besteht aus einer Mikrofokus-Röntgenröhre (betrieben mit Brennfleckgröße: $7 \mu\text{m}$; Spannung: 100 kV; Stromstärke: $100 \mu\text{A}$) und einem Flachbilddetektor (Detektorfläche: $112 \text{ mm} \times 117 \text{ mm}$, Auflösung: 2240×2368 Pixel, Pixelgröße: $50 \mu\text{m}$), beides von *Hamamatsu Photonics K.K., Japan*.

Röntgenquelle und Detektor stehen in einem Abstand von 600 mm, dazwischen im Abstand von 150 mm von der Quelle befindet sich das Widerstandsheizelement, auf dem das Halbzeug geschäumt wird. Durch die kegelförmige Ausbreitung der Röntgenstrahlen und dem Abstand zwischen der Quelle und der Probe respektive dem Detektor wird nach Gleichung 8 mit einer Vergrößerung M von 4 gearbeitet. Dadurch ergibt sich für den Detektor eine effektive Pixelgröße von $12,5 \mu\text{m}$.

$$M = \frac{SDD}{SSD} \quad \text{Gleichung 8}$$

Mit *SDD*: source detector distance (engl. für Abstand zwischen Quelle und Detektor) und *SSD*: source sample distance (engl. für Abstand zwischen Quelle und Probe).

Das Widerstandsheizelement der Firma *Bach Resistor Ceramics GmbH* besteht aus einer 5 mm dicken Platte aus Si_3N_4 , in welche Bahnen eines dotierter Halbleiters eingelassen sind. Die Temperatur der Platte wurde über ein Thermoelement gemessen, über welches dann ein PID-Regler die Temperatur steuerte. Durch das Aufheizen über die Solidustemperatur schäumte die Probe auf. Als einheitliche Schäumtemperatur wurde 650°C verwendet, die Heizplatte erreicht sie in ca. 40 s und

wurde danach für 180 s dort gehalten. Im Anschluss erfolgte die natürliche Abkühlung der Probe nach dem Abschalten der Heizplatte.

Die Software HiPic (*Hamamatsu*, Version 9.3) nimmt mit einer Frequenz von 0,5 Hz Bilder auf. Aufgrund des Energiespektrums des Röntgenstrahls ist für den Kontrast auf dem Bild hauptsächlich die Absorption durch das Material nach dem Lambert-Beer'schen Gesetz (siehe Gleichung 9) verantwortlich. Die Formel ist strenggenommen nur für eine Wellenlänge gültig, da der Absorptionskoeffizient μ sich mit der Wellenlänge ändert. Die Schwächung des Röntgenstrahls wird jedoch stärker durch die durchstrahlte Dicke des Materials d beeinflusst. Das heißt, eine Zellwand parallel zur Strahlrichtung ist gut zu erkennen, eine senkrecht dazu nicht.

$$I = I_0 e^{-\mu d} \quad \text{Gleichung 9}$$

Zur Bestimmung der Expansion aus der projizierten Fläche des Schaumes (Flächenexpansion) wurden die Bilder zunächst korrigiert. Um das korrigierte Bild I_{corr} zu erhalten, wurde vom aufgenommenen Bild I_1 zunächst das Bild des Blindstroms des Detektors I_D subtrahiert und danach durch das Bild des Strahls ohne Probe I_H , von dem ebenfalls das Blindstrombild abgezogen ist, dividiert (siehe auch Gleichung 10).

$$I_{corr} = \frac{I_1 - I_D}{I_H - I_D} \quad \text{Gleichung 10}$$

Anschließend wurde es binarisiert. So erhielt man die projizierte Fläche des Schaumes (in Pixeln) für jedes Bild. Diese Fläche A_t zum Zeitpunkt t wird dann durch die Fläche des ersten Bildes A_0 geteilt, um die Flächenexpansion E_t zu jedem Zeitpunkt t zu erhalten (Gleichung 11).

$$E_t = \frac{A_t - A_0}{A_0} \cdot 100\% \quad \text{Gleichung 11}$$

Die Schäume verändern sich im flüssigen Zustand ständig, da gravitationsbedingt Flüssigkeit nach unten fließt, Gas durch die Zellwände diffundiert und Zellwände platzen. Dadurch kann der Schaum in sich zusammenfallen. Zusätzlich kommt wegen der Abkühlung die thermische Schrumpfung hinzu. Um die Schrumpfung insgesamt zu quantifizieren, wird die Differenz der Werte der maximalen und endgültigen Expansion durch den der maximalen geteilt (Gleichung 12).

$$\text{Schrumpfung} = \frac{E_{\max} - E_{\text{end}}}{E_{\max}} \cdot 100\% \quad \text{Gleichung 12}$$

2.4.2. in situ Röntgen-Tomographie

Zur Analyse der Struktur der Blasen im frühen Stadium der Nukleation wurden einige ausgewählte Proben an der Beamline TOMographic Microscopy and Coherent rAdiology experimenTs (TOMCAT) [62] der Synchrotron Lichtquelle Schweiz geschäumt und dabei tomographiert. Dazu wurde die am Paul Scherrer Institut

entwickelte Kamera GigaFRoST (Gigabyte Fast Readout System for Tomography) [63] genutzt. Der Drehtisch (Sonderanfertigung von der Firma *Aerotech, Inc.*) hat eine maximale Geschwindigkeit von 10 Umdrehungen/s. Das ermöglicht eine Aufnahme von 20 Tomographien/s (tps). In dieser Arbeit wurden aufgrund des besseren Kontrastes Aufnahmen mit maximal 10 Tomographien/s getätigt.

Beim Experiment befand sich die Probe in einem sich drehenden Tiegel aus Bornitrid (*HeBoSint® C100* der Firma *Henze BNP AG*) mit einer Wandstärke von 0,45 mm und einem Innendurchmesser von 8 mm, der mittels zweier auf ihn gerichteten 150 W Infrarotlaser erhitzt wurde ($\lambda = 980 \text{ nm}$; $6 \times 4 \text{ mm}^2$ Brennfleck; *Apollo Instruments, Inc.*). Die Temperatur wurde kontaktlos über ein Pyrometer CTLaser 3M der Firma *Optris GmbH* gemessen. Der gesamte Aufbau ist in Abbildung 2-8 zu sehen.

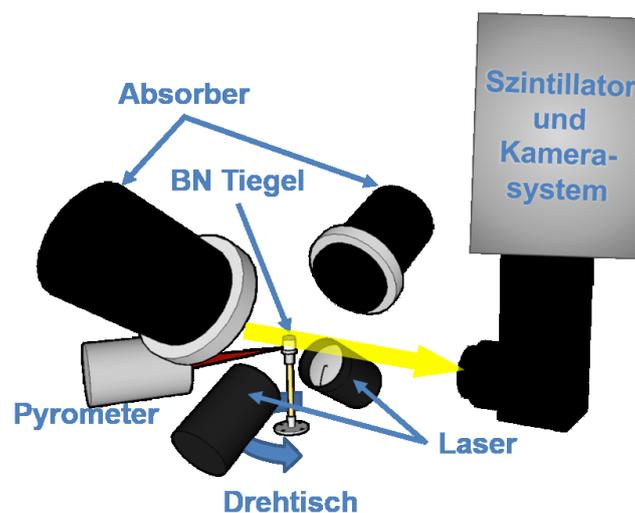


Abbildung 2-8 – Skizze des Tomographie-Aufbaus an der TOMCAT-Beamline (nach [51]). Der gelbe Pfeil symbolisiert den Röntgenstrahl.

Es wurde die maximale Rotationsgeschwindigkeit des Drehtisches von 10 Hz gewählt, um auch bei der schnellablaufenden Schaumentstehung eine möglichst geringe Veränderung des Zustandes während der Aufnahme der für die Rekonstruktion benötigten 400 Bilder/180° eines Tomogramms zu erhalten. Dadurch ergab sich eine Aufnahmegeschwindigkeit von 8000 Bildern pro Sekunde, wodurch sich die Bildgröße auf maximal 768 x 428 Pixel (Pixelgröße 2,9 μm) beschränkte. Die Bildaufnahme erfolgte sequenziell. Nach dem Start wurden zuerst Korrekturbilder aufgenommen und anschließend begann die eigentliche Sequenz. Diese beinhaltete den Start des Drehtisches und, nachdem die Rotation ihre volle Geschwindigkeit erreicht hatte, die Aktivierung der Laser. Das Aufheizen erfolgte mit einer Rate von ungefähr 2 K/s und die Akquirierung der Bilder wurde bei ca. 400 °C gestartet. Die maximale Länge der Aufzeichnung ist durch den Speicherplatz der Kamera und das Auslesens desselben begrenzt. Um Aufnahmezeiten von mehr als 2 min zu erhalten, wurde die Aufnahme unterteilt in Bereiche schneller Aufnahme von 10 tps und langsamer von nur 1 tps, je nach der aus Vorexperimenten erwarteten Änderungen beim Schäumen.

Die Temperaturmessung konnte aufgrund der hohen Drehgeschwindigkeiten nur kontaktlos auf der Tiegeloberfläche erfolgen, ebenso wie das Aufheizen. Die Wärmeleitung ist in Bornitrid mit $34 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ [64] für eine Keramik hoch, aber trotzdem besteht eine Diskrepanz zwischen der gemessenen und der tatsächlichen Temperatur in der Probe. Zusätzlich handelt es sich bei Bornitrid nicht um einen perfekten schwarzen Strahler. Letzteres lässt sich über die Einstellung des Emissionsgrades korrigieren. Hierzu wurde eine Kalibrierungsmessung mit einer Probe aus reinem Aluminium durchgeführt, deren Aufschmelzen durch das Abrunden der Probekanten erkennbar ist. Diese Kalibrierung ist für die betrachteten Experimente ausreichend, da für die Zeitpunkte nach dem Aufheizen das Betrachtungsfenster zu klein ist bzw. die entstandenen Blasen zu groß sind.

Die Verarbeitung der so erhaltenen Aufnahmen erfolgte mit den von *Kamm* entwickelten Skripten, die er in seiner Arbeit genauer beschreibt [65]. Die Bilder wurden (wie in Kapitel 2.4.1 beschrieben) korrigiert, um die Helligkeitsunterschiede zu entfernen, die durch Unterschiede in der Röntgenstrahlintensität und beim Auslesen der Kamera entstehen. Aus diesen korrigierten Bildern wurden mittels der vom PSI bereitgestellten Software rekonstruiert, die auf dem Gridrec-Algorithmus [66] basiert. Diese Datensätze wurden dann mit einem Medianfilter bearbeitet, um geringe Veränderungen der Helligkeit (sog. Rauschen) in eigentlich homogenen Bereichen zu unterdrücken. Über einen geeigneten Schwellenwert werden dann die Poren bzw. Blasen vom Material separiert. Da die Blasen häufig nur durch dünne Filme / Wände voneinander getrennt sind, die nicht immer aufgelöst werden können, wird zusätzlich noch eine Wasserscheidentransformation durchgeführt.

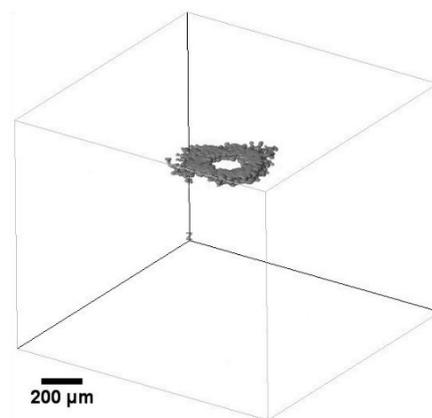


Abbildung 2-9 – Fehlerhaft erkannte Pore bei der Analyse , verursacht durch einen Kamerafehler.

Nachdem die Hohlräume jetzt einzeln erkannt werden, können sie für jedes Tomogramm und somit jeden Zeitabschnitt einzeln analysiert werden. So wird die Porosität bestimmt, indem die Voxelanzahl der Hohlräume durch die Gesamtvoxelzahl des betrachteten Volumens geteilt wird. Für die Blasendichte wird die Anzahl der separierten Blasen gezählt und zur Vergleichbarkeit durch das betrachtete Probenvolumen geteilt. In einzelnen Fällen wurde auch die Form der einzelnen Blasen zu jedem Zeitpunkt untersucht. Hierbei werden allerdings nur die Blasen analysiert, die komplett im Beobachtungsraum liegen. Dazu wird die Hauptkomponentenanalyse

genutzt. Die daraus gewonnenen Eigenvektoren geben im Verhältnis zueinander Aufschluss über die Form einer Pore. Ebenfalls wird aus ihnen die Sphärizität oder Ähnlichkeit zu einer Kugel berechnet.

Durch einen Kamerafehler verursacht, wurde in jeder Probe auch eine torusförmige Pore erkannt, die in Abbildung 2-9 gezeigt ist. Der Fehler in der Auswertung dadurch ist aber gering: Die Blasenanzahl wird um 3-7 und die Porosität wird um ~0,3% erhöht. Der Fehler hätte maskiert werden können, aber die Information, die in dem eingenommenen Volumen enthalten war, ist verloren. Der Fehler wäre immer noch enthalten nur in die entgegengesetzte Richtung.

3. Ergebnisse

Die Ergebnisse der verschiedenen Untersuchungsmethoden werden in diesem Kapitel vorgestellt. Sie sind dabei nach den unterschiedlichen Kompaktierungsvarianten unterteilt.

3.1. Uniaxiales Pressen

3.1.1. Pressen unter definierter Atmosphäre

Das Pressen unter einer definierten Atmosphäre kann verschiedene Vorteile bringen. Beim Sintern von Aluminium ist es gängig, Stickstoff zu verwenden, um den Sintervorgang zu verbessern [24]. *Dobecki* untersuchte in seiner Bachelorarbeit [67], ob die Atmosphäre beim Kompaktieren von pulvermetallurgischen Halbzeug einen Einfluss auf deren Schäumbarkeit hat. In Abbildung 3-1 sind die relativen Dichten und der elektrische Widerstand der Halbzeuge aufgetragen, die unter Luft, Stickstoff, Argon-Wasserstoff und Vakuum gepresst wurden.

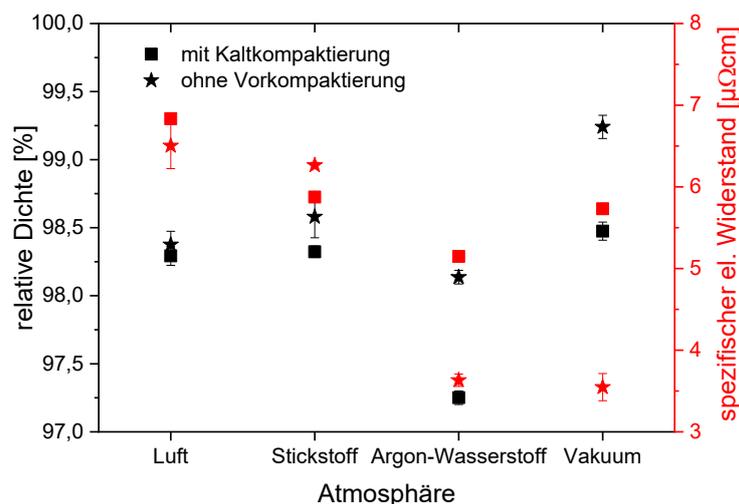


Abbildung 3-1 – Relative Dichte und spezifischer elektrischer Widerstand des AlSi8Mg4 + 0,5 Gew.-% TiH₂- Halbzeuges kompaktiert unter Luft, Stickstoff, Argon-Wasserstoff und Vakuum sowohl mKK als auch oVK.

Die unter Luft gepressten Halbzeuge zeigen hierbei den geringsten Unterschied in der relative Dichte mit 98,3% mit einer vorhergehenden Kaltkompaktierung (mKK) und 98,4 % ohne einer Vorkompaktierung (oVK). Der Trend, dass ein Halbzeug ohne Vorkompaktierung eine höhere Dichte erreicht, zeigt sich bei allen Proben. Unter Stickstoff beträgt die resultierende Dichte 98,3 % mKK und 98,6% oVK. Für die jeweilige Vorkompaktierungsart ergeben die unter Argon-Wasserstoff gepressten Proben mit 97,3 % mKK und 98,1 % oVK die niedrigsten und die unter Vakuum gepressten mit 98,5 % mKK und 99,2 % oVK die höchsten Dichten. Der elektrische Widerstand ist für die unter Luft gepressten Proben mit ~6,8 µΩcm am höchsten. Die Kompaktierung unter Stickstoff senkt ihn leicht auf ~6,0 µΩcm. Die unter Vakuum oder Argon-Wasserstoff oVK verdichteten Proben haben den geringsten spezifischen Widerstand mit ~3,6 µΩcm.

Ausgewählte Gefüge sind in Abbildung 3-2 dargestellt. Es ist zu erkennen, dass die Halbzeuge, die unter Stickstoff (b) und Argon-Wasserstoff (c) hergestellt wurden, mehr Ausscheidungen enthalten als die unter Luft gepresste Probe (a). Herrscht bei der Herstellung oVK ein Vakuum (d) oder eine Argon-Wasserstoff-Atmosphäre (c), sind auf der abgebildeten lichtmikroskopischen Aufnahme die AlMg-Partikel nicht mehr zu erkennen. Es sind aber in diesen beiden Proben Bereiche auszumachen, in denen verstärkt dunkle Ausscheidungen zu finden sind. Es scheint so, als ob sich beim Halbzeug, das unter Stickstoff ohne Vorkompaktierung gepresst wurde (b), im Inneren der AlMg-Partikel kleine Poren gebildet haben (roter Pfeil).

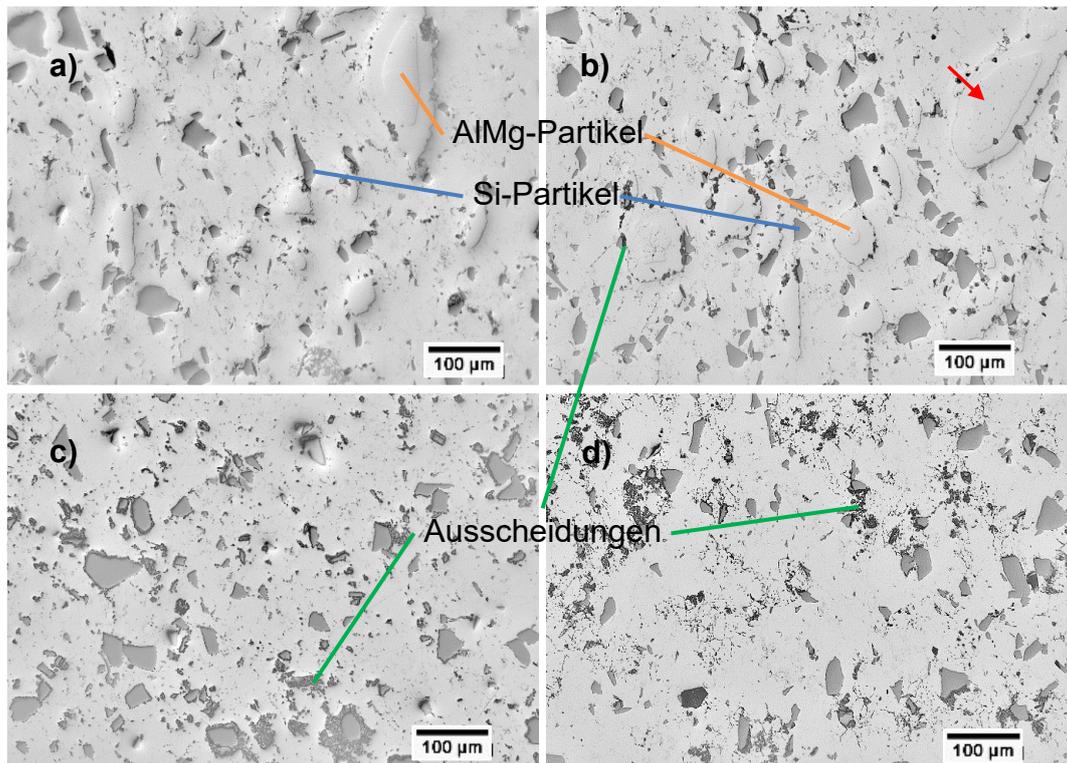


Abbildung 3-2 – Mikroskopische Aufnahmen der Gefüge der Halbzeuge kompaktiert unter verschiedenen Atmosphären: a) unter Luft mKK, b) unter Stickstoff oVK, c) unter Argon-Wasserstoff oVK und d) unter Vakuum oVK.

Beim Schäumen dieser Halbzeuge zeigt sich, dass die Vorkompaktierung einen erheblichen Einfluss hat. Die Ergebnisse sind in Abbildung 3-3 dargestellt. Für die bei Umgebungsatmosphäre gepressten Halbzeuge erhöht eine vorhergehende Kaltkompaktierung die Flächenexpansion des Schaumes von 110 % oVK auf 220%. Im Gegensatz hierzu erreichen die Expansionen für die unter Stickstoff- und Argon-Wasserstoff-Atmosphäre oVK hergestellten Proben höhere Werte von durchschnittlich 320 % bzw. 350 %. Die höchste Expansion mit 380 % erreicht die unter Vakuum gepresste Probe mit vorheriger Kaltkompaktierung. Beim Halten auf der Schäumtemperatur und der darauffolgenden Abkühlung schrumpft sie um 35 % und die Probe oVK um 29%. Etwas erhöht ist mit 12 % die Schrumpfung der Probe, die unter Ar-H verdichtet wurde. Alle anderen Schäume verringern ihre Expansion maximal um 8 %.

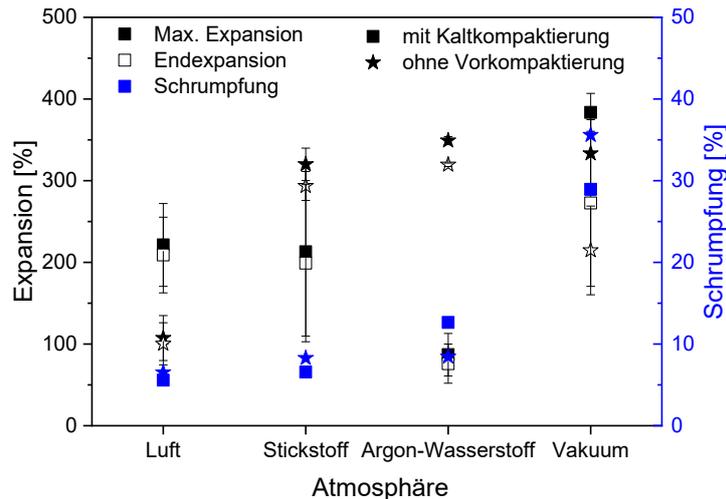


Abbildung 3-3 – Maximale und endgültige Expansion (aus [67]) sowie Schrumpfung der bei 650 °C geschäumten Halbzeuge kompaktiert unter Luft, Stickstoff, Argon-Wasserstoff und Vakuum sowohl mit Kaltkompaktierung als auch ohne Vorkompaktierung.

Von den hier dargestellten Halbzeugen ist für jede Atmosphärenvariante ein Halbzeug ausgewählt und an der TOMCAT-Beamline mit in-situ Tomographie auf das Nukleationsverhalten untersucht worden. Die Verläufe der Blasendichte und Porosität sind in Abbildung 3-4 dargestellt. Dort sind ebenfalls die aus den Rekonstruktionen segmentierten Poren zu verschiedenen Zeitpunkten der Entwicklung abgebildet. Wie schon in Kapitel 2.4.2 erwähnt, ist die zentrale torusförmige Pore ein Artefakt.

Es zeigen sich deutlich zwei verschiedene Nukleationsverhalten. So zeigen die Halbzeuge, die unter Luft mKK und unter Stickstoff oVK gepresst wurden, eine zweistufige Nukleation. Dabei bilden sich in der ersten Stufe deutlich früher Blasen aus, deren Anzahl im gegebenen Volumen über die Zeit auch weiter ansteigt. Nach ca. 75 s nach Experimentbeginn, also ungefähr bei 510 °C, nukleieren in der 2. Stufe deutlich mehr Blasen und auch die Porosität, die vorher bei unter 2 % liegt, wächst nun deutlich an.

In den abgebildeten Rekonstruktionen zeigt sich, dass sich in der Probe, die unter Luft kompaktiert wurde, die Blasen nicht gleichmäßig im Volumen verteilen, sondern bestimmte Bereiche bevorzugen. Es sind zudem blasenfreie Bereiche zu erkennen, während sich in anderen Regionen bereits fast millimeterlange Risse gebildet haben. Die Blasendichte steigt auf maximal $\sim 1200 \text{ mm}^{-3}$, bevor sie sich durch die Expansion der einzelnen Blasen wieder verringert. Da ein definiertes Volumen betrachtet wird, sind bei immer größer werdenden Volumina der einzelnen Blasen immer weniger dieser im besagten Volumen auszumachen.

Für die unter Stickstoff kompaktierte Probe sieht die erste Nukleation der Blasen im Volumen gleichmäßiger verteilt aus. Im weiteren Verlauf bilden sich allerdings Blasen entlang eines verästelten Weges aus (vergleiche Abbildung 3-4 drittes Bild der roten Reihe). Diese sind keine rissartigen, miteinander verbundenen Blasen, sondern, soweit zu erkennen, einzelne Blasen, die sich lokalisiert gebildet haben. Die Blasendichte steigt steil auf 1960 mm^{-3} an.

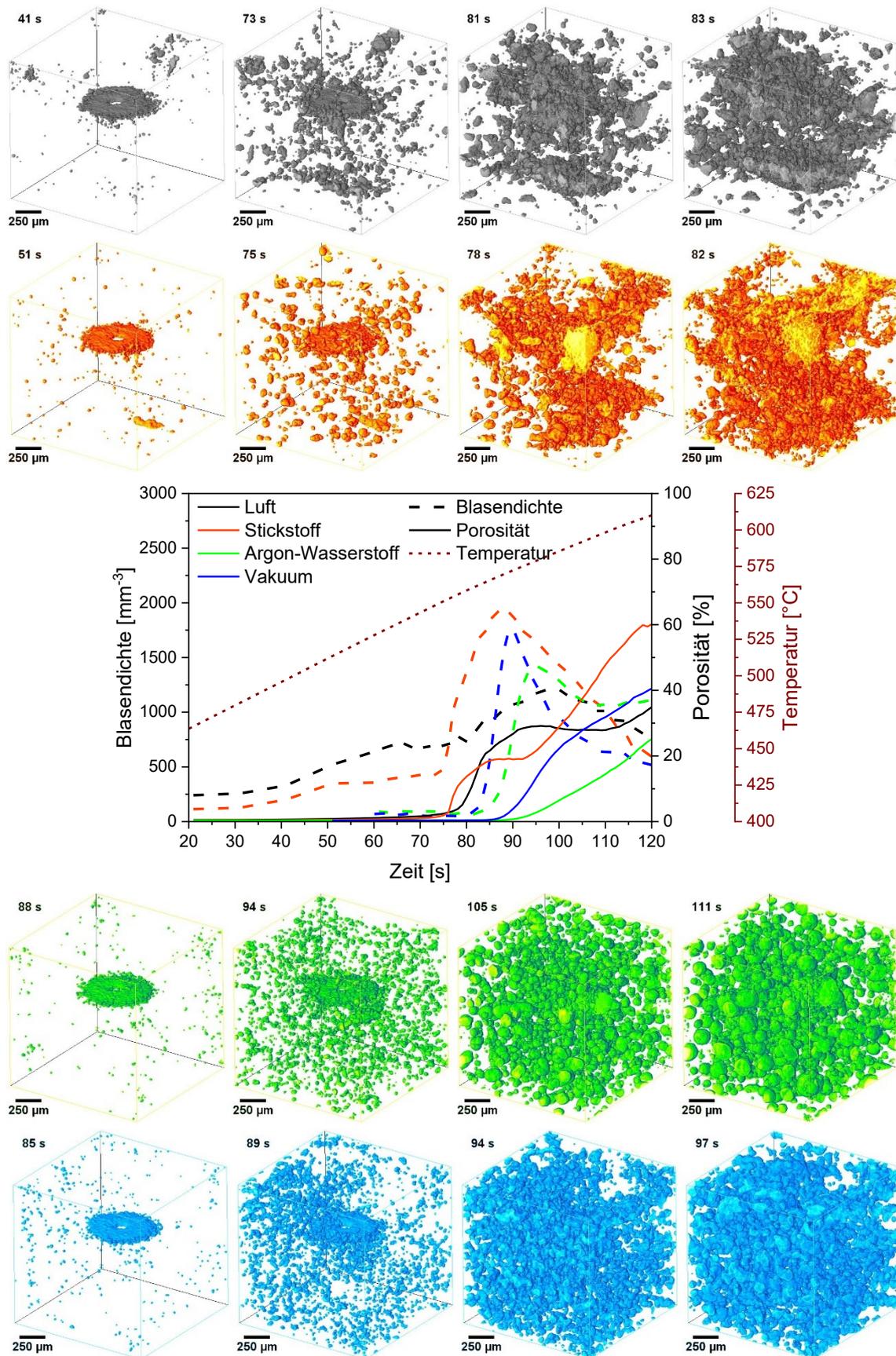


Abbildung 3-4 – Verlauf der Porosität und Blasendichte für die Halbzeuge, die unter Luft mKK (grau) und unter Stickstoff (orange), Argon-Wasserstoff (grün) und Vakuum oVK (blau) kompaktiert wurden. Zusätzlich sind aus den Rekonstruktionen die segmentierten Poren für eine Porosität von 0,5, 2, 10 bzw. 15 % dargestellt. Aufgenommen mit max. 10 tps.

Ein anderes Nukleationsverhalten zeigt sich bei den Proben, die unter Vakuum oVK und Argon-Wasserstoff oVK gepresst wurden. Dort steigt die Anzahl der Blasen nicht in zwei unterschiedlichen Phasen an, sondern in einem steilen Anstieg. Dieser ähnelt vor allem der zweiten Stufe und ist im Vergleich zu ihr zeitlich leicht nach hinten verschoben (ca. nach 85 s). Der Verlauf der Porosität weist auch kein zwischenzeitliches Plateau auf, sondern steigt relativ konstant an.

Bei der Probe, die unter Argon-Wasserstoff-Atmosphäre verdichtet wurde, nukleieren die Blasen innerhalb einer kurzen Zeitspanne und sind im Volumen gleichmäßig verteilt. Auch im späteren Wachstum haben die Blasen annähernd die gleiche Ausdehnung. Ein Riss – und somit eine etwas größere Blase – ist zu beobachten, die Länge des Risses ist allerdings mit ca. 200 μm sehr gering, da er sich auch nicht weiter ausbreitet und nur zu einer Blase verrundet. Alle anderen Blasen sind annähernd kugelförmig. Die maximal gemessene Blasendichte beträgt $\sim 1400 \text{ mm}^{-3}$.

Die unter Vakuum gepresste Probe zeigt ein dazu ähnliches Verhalten, jedoch sind auch hier wieder Bereiche in Abbildung 3-4 zu erkennen, in denen weniger Blasen entstehen. Diejenigen Blasen, die entstehen, wachsen gleichmäßig und füllen schnell das ganze Volumen aus. Maximal werden 1750 Blasen in einem Kubikmillimeter gezählt.

3.1.2. Nachfolgende Wärmebehandlung

Wie auf den in Abbildung 3-2 dargestellten mikroskopischen Aufnahmen zu sehen ist, hat sich nach dem Pressen für 15 min kein Gleichgewichtszustand im Gefüge eingestellt. Durch eine zusätzliche Wärmebehandlung (WB) bei 400 °C für mehrere Stunden soll überprüft werden, ob sich eine Annäherung an diesen positiv auf das Schäumverhalten auswirkt.

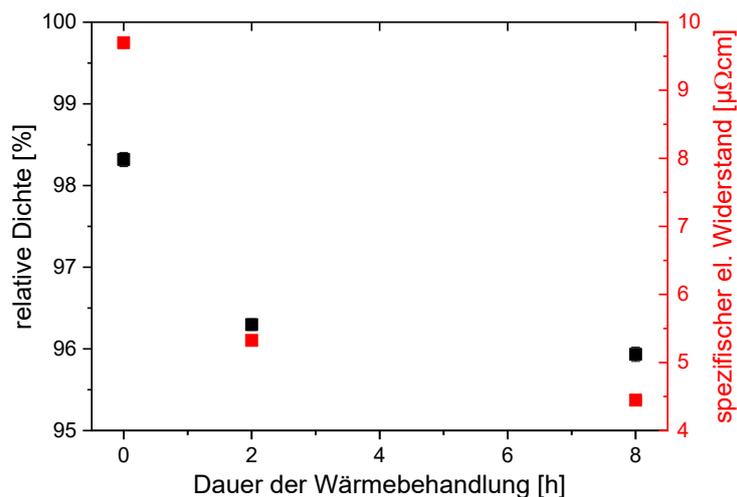


Abbildung 3-5 – Relative Dichte und elektrischer Widerstand des Halbzeugs aufgetragen über der Dauer der Wärmebehandlung

Durch eine Behandlungsdauer von 2 h verringert sich die Dichte des Halbzeugs von 98,3 % auf 96,3 % (siehe Abbildung 3-5). Wenn die Wärmebehandlung 8 h lang durchgeführt wurde, beträgt die Dichte nur noch 95,9 %. Auch der elektrische

Widerstand verringert sich von $9,7 \mu\Omega\text{cm}$ (ohne WB) auf $5,3 \mu\Omega\text{cm}$ (2 h WB) bzw. $4,4 \mu\Omega\text{cm}$ (8h WB).

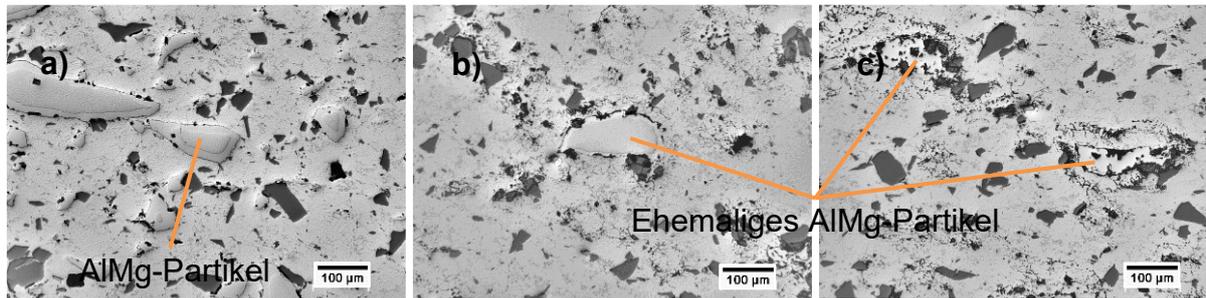


Abbildung 3-6 – Mikroskopische Aufnahmen des Gefüges des Halbzeuges mit einer Dauer der Wärmebehandlung von a) 0 h, b) 2 h und c) 8 h.

Auf den Gefügebildern in Abbildung 3-6 ist zu sehen, dass das Halbzeug mit zunehmender Zeit auf $400 \text{ }^\circ\text{C}$ verstärkt mit netzartigen Strukturen durchzogen ist, diese sind örtlich auf ca. $300 \mu\text{m}$ im Durchmesser beschränkt (b & c). Die Strukturen haben sich ebenfalls um die noch vorhandenen magnesiumhaltigen Partikel gebildet, deren Zahl sich stark vermindert hat. Während sich bei den Proben ohne und mit 2 h Wärmebehandlung (a & b) noch zwei verschiedene Bereiche in den ehemaligen AlMg50-Partikeln unterscheiden lassen, ist in der Probe, die für 8 h im Ofen war (c), nur noch ein Bereich in den Partikeln zu erkennen.

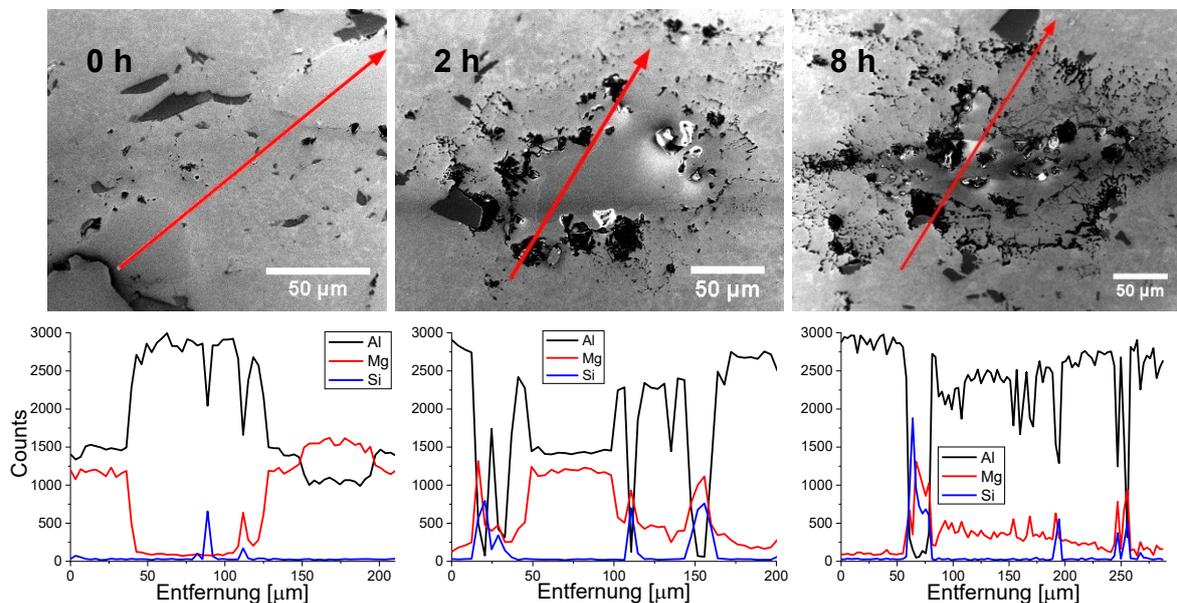


Abbildung 3-7 – REM-Aufnahmen der unterschiedlich wärmebehandelten Proben sind in der oberen Reihe zu sehen. Mit rot ist der Weg und Richtung des EDX-Linienscans eingezeichnet, dessen Ergebnis in der unteren Reihe gezeigt ist.

Untersuchungen am Rasterelektronenmikroskop mit EDX-Messung haben ergeben, dass sich die Zusammensetzung des ehemaligen AlMg50-Partikels grundlegend ändert. So zeigt sich, dass die in den lichtmikroskopischen Aufnahmen gesehene Unterteilung Phasen unterschiedlicher Zusammensetzung sind. Dabei ist im Kern das errechnete Atomprozentverhältnis zwischen Aluminium und Magnesium ungefähr 50:50. Im Randbereich verhält es sich dann schon 60:40. Wenn man nun die

Probe betrachtet, die für 2 h auf 400 °C gelagert wurde, zeigt der Linienscan im Inneren nun eine Zusammensetzung im Verhältnis 60:40. Im jetzigen Randbereich hat das Aluminium einen deutlich höheren Anteil mit 85 Atom-%. Auch in der Al-Matrix ist jetzt ein Anteil von bis zu 3 % Magnesium enthalten. In den Übergangszonen sind auch immer Partikel mit einem hohen Mg- und Si-Gehalt zu finden. Die EDX-Analyse berechnet einen Anteil von ca. 55 zu 42 Atom-%, da auch immer noch der Aluminiumpeak vorhanden ist. Bei der für 8 h wärmebehandelten Probe ist ein Magnesiumanteil von maximal 15 Atom-% im Bereich eines ehemaligen Partikels festzustellen. Dieser geht dann zum Ende des Linienscans hin graduell in die Aluminiummatrix über.

Bei der Härtemessung am Grundwerkstoff ist die gemessene Härte von 37 HV 0,1/20 für das Halbzeug ohne Wärmebehandlung und steigt auf ca. 43 HV 0,1/20 für die Halbzeuge mit Behandlung an. In dieser Darstellung sind nur die Werte der Al-Matrix enthalten. Die Messungen an den Si-Partikeln waren nicht normgerecht und es konnten in der 8 h-wärmebehandelten Probe keine ausreichend großen magnesiumreichen Partikel gefunden werden, um sie normgerecht zu messen. In den anderen Proben ergeben die Messungen an diesen Partikeln Härtewerte von über 200 HV 0,1/20.

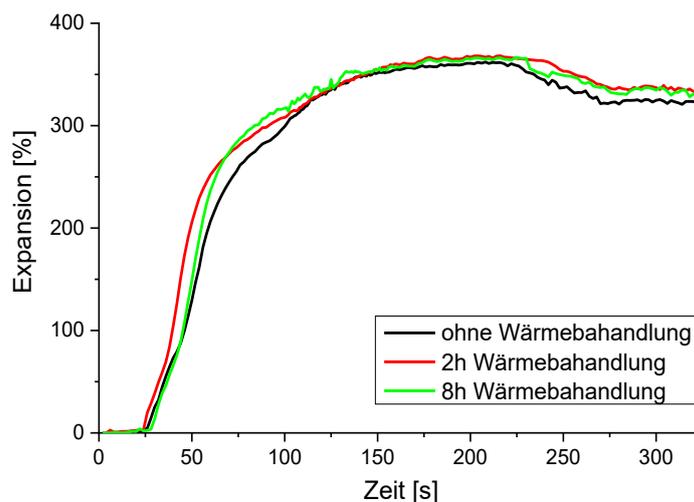


Abbildung 3-8 – Exemplarische Verläufe der Expansion über der Zeit beim Schäumen bei 650 °C Heizplattentemperatur für Proben mit unterschiedlich langer Wärmebehandlung.

Durch die Wärmebehandlung ist das Expansionsverhalten der Proben unverändert und eine maximale Expansion von 370 % wird erreicht (siehe Abbildung 3-8), jedoch kann auf den Radioskopiebildern (Abbildung 3-9) gesehen werden, dass sich das Nukleationsverhalten geändert hat. Ohne zusätzlich Wärmebehandlung treten vor der ersten Blasenbildung in der Probe kleine Schmelzetröpfchen aus der Oberfläche. Dieses Phänomen tritt bei den Proben mit Wärmebehandlung später ein und fast zeitgleich zur ersten Blasenbildung. Sie verschwinden jedoch innerhalb weniger Sekunden wieder. Zusätzlich kann durch die Wärmebehandlung von 8 h die Rissbildung weitestgehend vermieden werden, sodass sich Blasen gleichmäßig über die Probe ausbilden. In diesen Proben sind deutlich mehr Zellwandrupturen erkennbar.

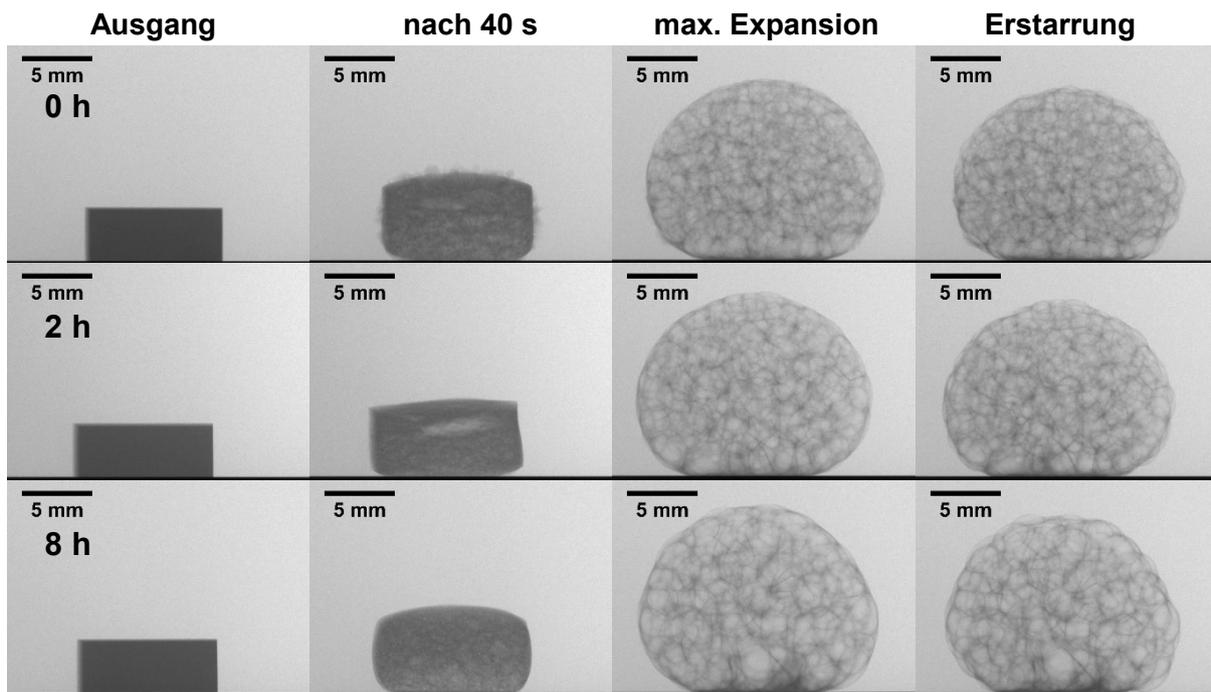


Abbildung 3-9 – Radiographien zu verschiedenen Stadien während des Schäumens der Proben, die für 0, 2 oder 8 h wärmebehandelt wurden.

Eine Vergrößerung belegt die Porengrößenverteilung in Abbildung 3-10, die aus Tomogrammen der erstarrten Proben errechnet ist. Ohne Wärmebehandlung ergibt sich bei der gefitteten Normalverteilung ein Mittelwert von 2,1 mm beim äquivalenten Durchmesser (Durchmesser eine Kugel mit demselben Volumen) mit einer Standardabweichung von 0,42 mm. Bei einer Wärmebehandlung von 2 Stunden liegt der Mittelwert bei $2,9 \text{ mm} \pm 0,46 \text{ mm}$. Dieser verringert sich wieder bei der Probe, die 8 h im Ofen war, zu $2,4 \text{ mm} \pm 0,50 \text{ mm}$.

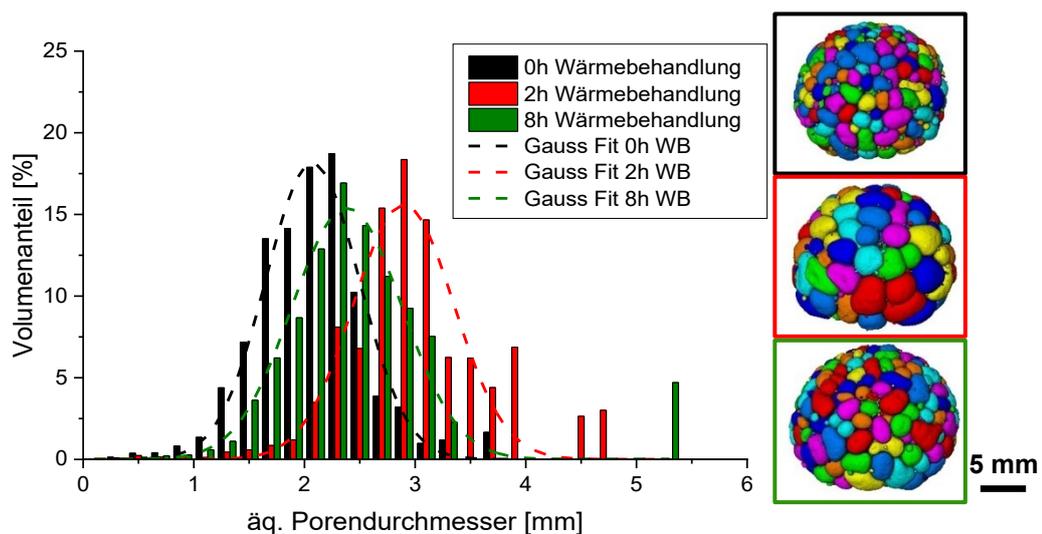


Abbildung 3-10 – Volumengewichtete Porengrößenverteilung in den erstarrten Proben aus Abbildung 3-9

In den Untersuchungen an der TOMCAT-Beamline zeigt sich, dass die Probe, die für 8 h wärmebehandelt wurde, von Anfang an eine hohe Blasendichte von ca. 1300 mm^{-3} besitzt. Diese Blasen nehmen aber weniger als 1% des Volumens ein. Für

die Probe ohne Wärmebehandlung sind es unter 200 mm^{-3} . Es kommt zu einem Anstieg der Porendichte bis zu einem Plateau bei einer nur geringfügigen Erhöhung der Porosität. Erst nach 110 s beginnt die makroskopisch bemerkbare Expansion, zunächst auch noch einhergehend mit einer Zunahme der Blasendichte. Für die 8 h wärmebehandelte Probe ist nur ein Anstieg der Blasendichte zu bemerken. Es werden dabei knapp 3700 Blasen in einem Kubikmillimeter gezählt.

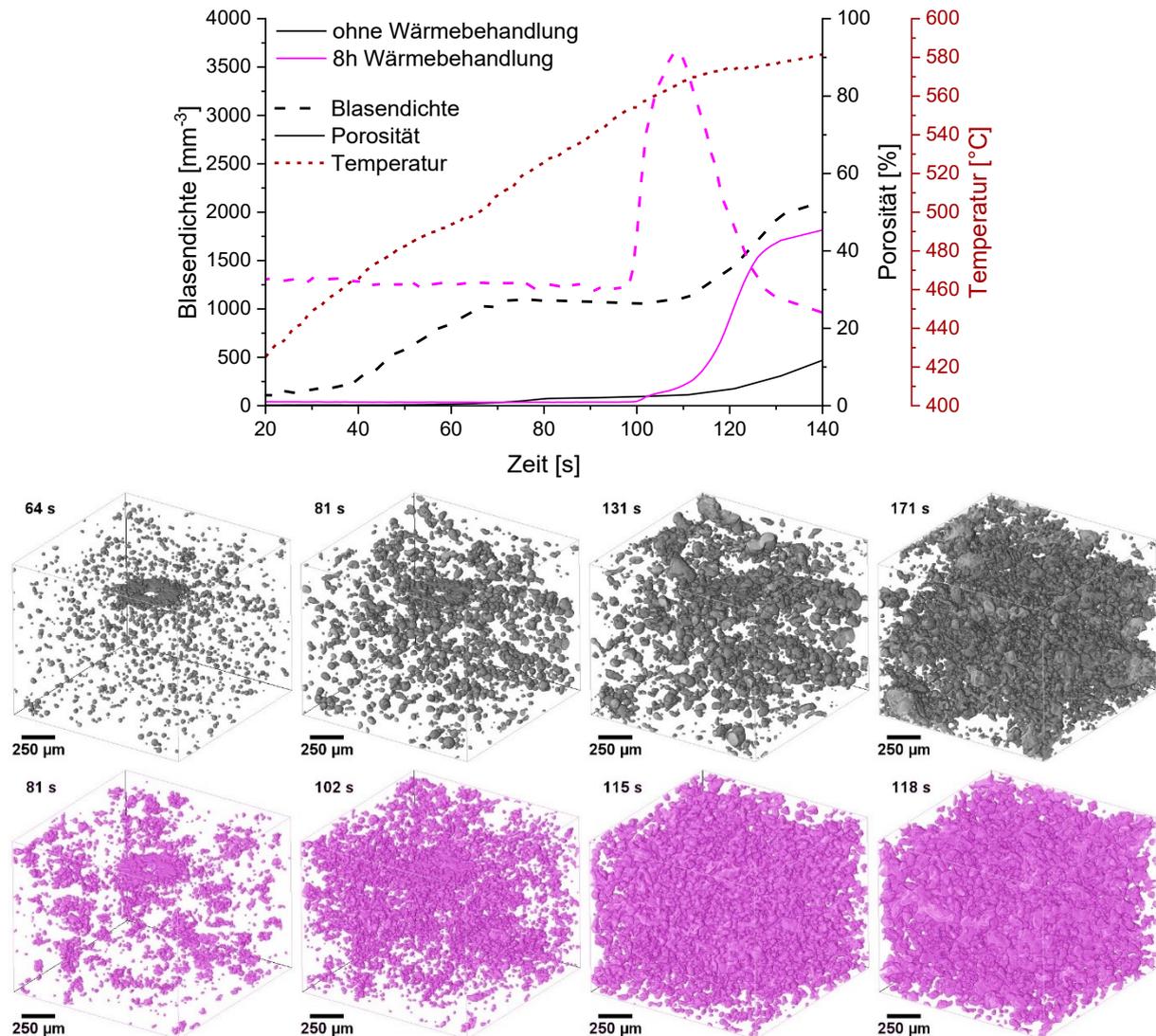


Abbildung 3-11 – Verlauf der Porosität und Blasendichte für die Proben, ohne (grau) und mit 8 h Wärmebehandlung (magenta) der Halbzeuge. Zusätzlich sind aus den Rekonstruktionen die segmentierten Poren für eine Porosität von 0,5, 2, 10 bzw. 15 % dargestellt. Aufgenommen mit max. 10 tps.

In den abgebildeten Rekonstruktionen (Abbildung 3-11 in grau) ist für die Probe ohne Wärmebehandlung zu sehen, dass die Blasen relativ gleichmäßig über das Volumen verteilt entstehen und wachsen. Zum Zeitpunkt des erneuten Anwachsens der Blasendichte, bei dem auch die Porosität merklich ansteigt, entstehen die neuen Blasen in bevorzugten Gebieten. Es bilden sich auch Blasen mit deutlich größerem Durchmesser.

Bei den Rekonstruktionen der für 8 h wärmebehandelten Probe (Abbildung 3-11 in magenta) sind bereits im ersten Bild Agglomerate der Poren zu erkennen. Im Moment

des Anstieges (bei ca. 100 s) werden die Zwischenräume innerhalb weniger Sekunden durch Blasen gefüllt. Im späteren Verlauf sind deutlich mehrere längliche Blasen zu erkennen.

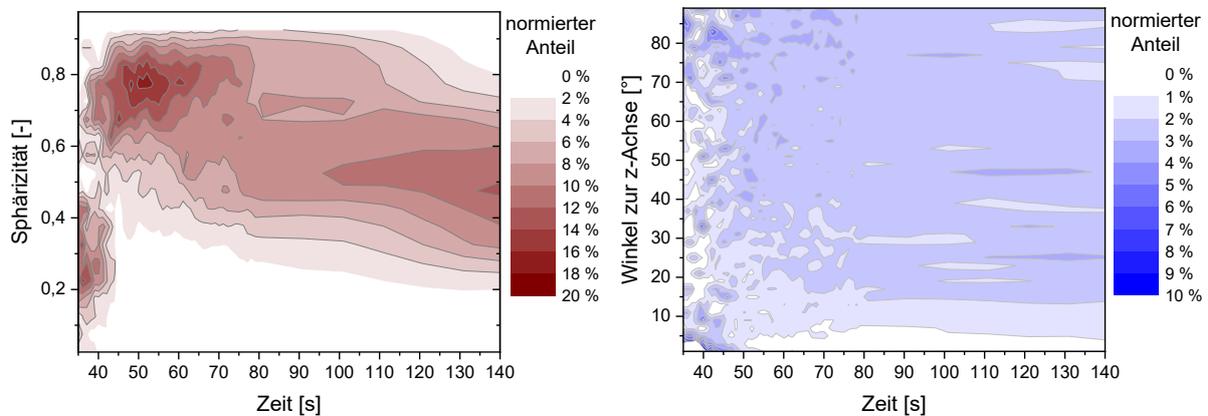


Abbildung 3-12 – Analyse der Blasenform für die nicht wärmebehandelte Probe: links in rot die Häufigkeitsverteilungen der Sphärizität und rechts in blau die Häufigkeitsverteilungen des Winkels der kürzesten Achse der Blase zur z-Achse, jeweils über die Zeit.

Bei der Analyse der Form der Blasen für die Probe ohne WB zeigt sich, dass die nukleierenden Blasen hauptsächlich eine Sphärizität von 0,8 haben. Das Maximum der Verteilung fällt über die Zeit auf eine Sphärizität von 0,47 ab. Dabei verschiebt sich nicht die gesamte Verteilung. Bis zum Zeitpunkt des Maximums der Blasendichte (100 s) verbleibt ein deutlicher Anteil der Verteilung bei einer Sphärizität über 0,8. Die Verteilung der Winkel der kürzesten Achse der Blasen zur z-Achse ist von 15 bis 90 ° fast gleichverteilt. Lediglich in nahezu der Richtung der z-Achse und somit in der Richtung der Hauptkompaktierungsachse der Probe zeigen die Achsen nicht.

3.1.3. Zusatz von Presshilfsmitteln

Eine weitere gängige Variante beim Sintern von Aluminium ist die Zugabe von Amidwachsen als Presshilfsmittel [59]. Diese verbessern das Gleiten der Pulverpartikel aneinander und erhöhen die erreichbare Gründichte. Beim späteren Sintern werden sie wieder ausgetrieben.

Der Effekt von verschiedenen Amidwachsen unterschiedlicher Hersteller wurde getestet. Zunächst wurde ein Anteil von 1,5 Gew.-% hinzugegeben, wie er in der Pulvermetallurgie üblich ist [59]. Wie in Abbildung 3-13 dargestellt ist, verschlechterte sich die relative Dichte geringfügig von 98,4 % für die Probe ohne Zusatz auf 98,3 % für die Probe mit Deurex A28P. Die minimale Dichte von ~97,5 % ist durch den Zusatz von Deurex A26P ebenso wie Licowax C erreicht. Der elektrische Widerstand der Proben steigt durch die Zugabe von Licowax C von 10 $\mu\Omega\text{cm}$ auf 166 $\mu\Omega\text{cm}$. Dieser Anstieg fällt geringer für die Zugaben von Amidwachsen der Firma *Deurex* aus: 44 $\mu\Omega\text{cm}$ (A26P), 41 $\mu\Omega\text{cm}$ (A27P) und 23 $\mu\Omega\text{cm}$ (A28P).

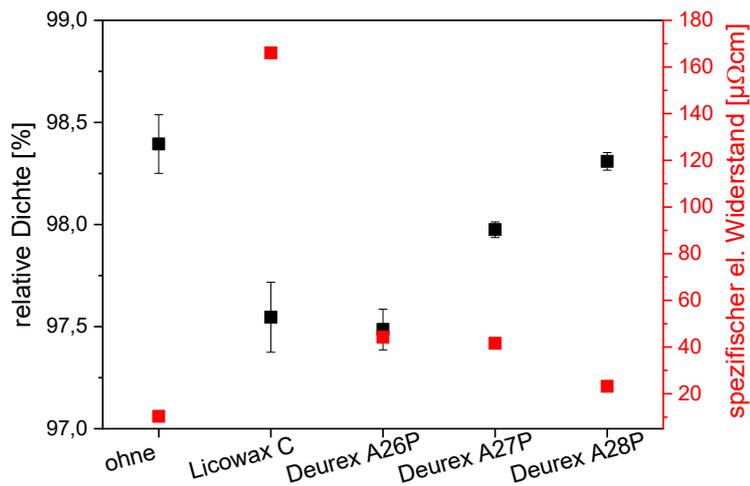
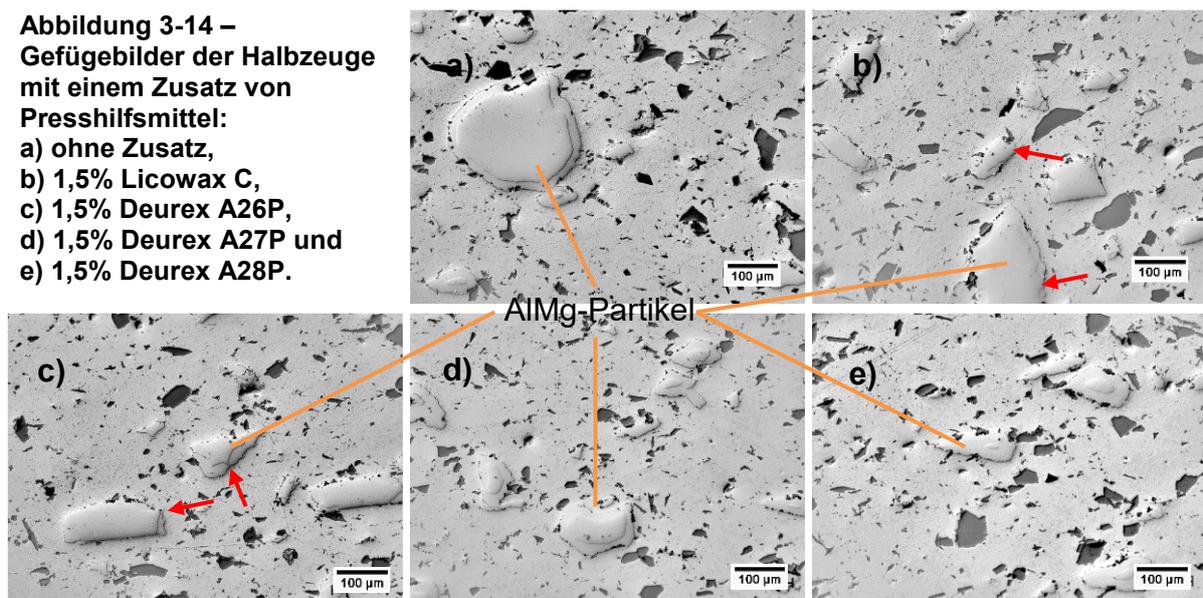


Abbildung 3-13 – Relative Dichte und spezifischer elektrischer Widerstand des Halbzeuges aus der Legierung AlSi8Mg4 mit zusätzlich 1,5 Gew.-% verschiedener Amidwachse im Vergleich zur genannten Legierung ohne Wachs. Kompaktierung bei 400 °C für 15 min.

Auf den lichtmikroskopischen Aufnahmen der Querschliffe (Abbildung 3-14) ist eine Restporosität nicht klar auszumachen. Poren, die als solche zu identifizieren sind, können auch von herausgebrochenen Partikeln hinterlassen worden sein. Erneut tritt ein deutlicher Unterschied bei den AlMg-Partikeln auf: Diese sind, wie schon erwähnt, in zwei Phasen unterteilt. In den ohne Zusätze heißgepressten Proben umschließt die äußere Phase die innere mit einer annähernd konstanten Dicke. Das ist sowohl in den Proben mit Zusätzen von Licowax C als auch von Deurex A26P nicht der Fall. Dort bildet sich nach den Schliffbildern zwar auch eine zweite Phase am Rand des Partikels, sie ist aber nur unregelmäßig ausgeprägt. So reicht die innere Phase in diesen Proben teilweise bis an die Al-Matrix heran (mit roten Pfeilen beispielhaft markiert).

Abbildung 3-14 – Gefügebilder der Halbzeuge mit einem Zusatz von Presshilfsmittel:

- a) ohne Zusatz,
- b) 1,5% Licowax C,
- c) 1,5% Deurex A26P,
- d) 1,5% Deurex A27P und
- e) 1,5% Deurex A28P.



Im Expansionsverlauf (Abbildung 3-15) während des Schäumvorgangs ist ein deutlicher Unterschied zu bemerken. Während die Probe ohne Zusatz eines Amidwachses ein Expansionsplateau erreicht, wachsen die Proben mit Zusatz bis zum

Ende der Haltezeit weiter an. Dabei erreicht die Probe mit 1,5 Gew.-% Licowax C die höchste Expansion von 326 %, gefolgt von der Probe mit Deurex A26P mit 300 %. Beide Expansionen sind höher als die der Vergleichsprobe ohne Zusatz, die 280 % Zuwachs bereits nach 146 s erreicht. Die Probe, die 1,5 Gew.-% Deurex A27P als Zusatz enthält, besitzt ihre größte Ausdehnung (260 %) zu dem Zeitpunkt, an dem die Probe erstarrt. Der Expansionsverlauf der Probe mit Deurex A28P zeigt keine Schrumpfung durch das Abkühlen bis zum Ende der Aufzeichnung (400 °C). Nachdem bei 180 s das Maximum von 160 % erreicht ist, ändert sich die Flächenexpansion nur geringfügig.

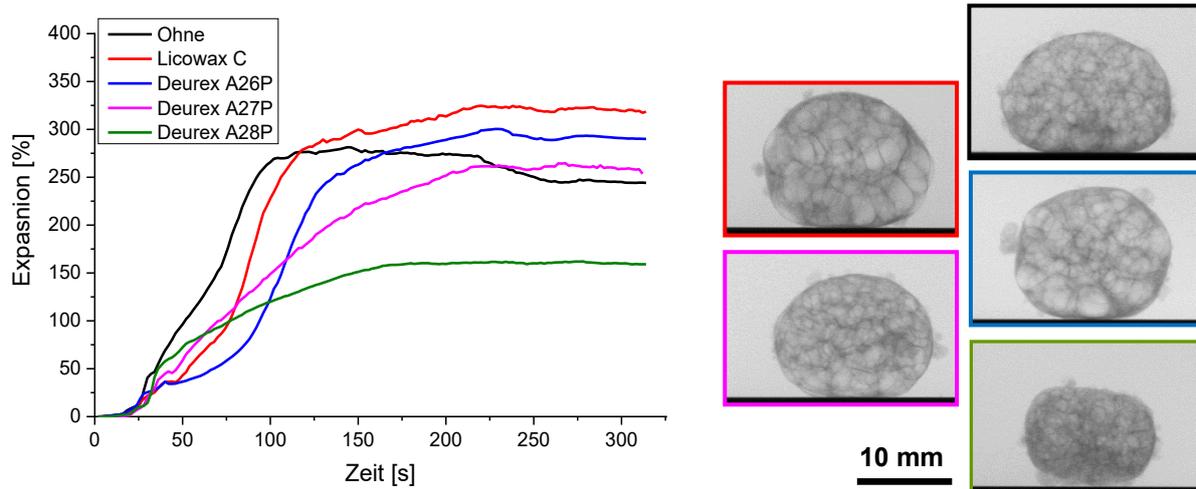


Abbildung 3-15 – Verlauf der Flächenexpansion beim Schäumvorgang über der Zeit (Schäumtemperatur 650 °C). Dargestellt sind Proben mit einem Zusatz von 1,5 Gew.-% verschiedener Amidwaxse im Vergleich zur Probe ohne Wachs. Rechts die Radiographie zum Zeitpunkt der Maximalerweiterung, die Rahmenfarbe entspricht der Linienfarbe der Proben im Diagramm.

Wenn man die Röntgenaufnahmen rechts in Abbildung 3-15 betrachtet, ist zu erkennen, dass die Blasen zum Zeitpunkt der Maximalerweiterung der beiden Proben mit den höheren Expansionen auch deutlich größer sind als die der Probe ohne Zusatz. Die Probe mit Deurex A28P hat eine deutliche Ansammlung von Material am Boden und die Poren sind nicht klar definiert zu erkennen. Auch sind auf den Bildern noch Überreste der Schmelzetropfen zu sehen, die zu Beginn der Expansion aus der Probe austreten. Bei den Proben mit den Zusätzen von Amidwachsen ist dieses Phänomen stärker als ohne Zusatz, besonders prägnant ist es bei der Probe mit der Beigabe von Deurex A26P.

Nach diesen Ergebnissen hat der Zusatz von Licowax C einen positiven Einfluss auf die Expansion. Dementsprechend wird im Nachfolgenden untersucht, ob es sich bei geringeren Dosierungen ebenso verhält.

Wie in Abbildung 3-16 zu sehen ist, fällt die Dichte bei einem Zusatz von 0,75 Gew.-% Licowax C bereits von 99,1 % auf 98,3 % des theoretischen Wertes für die Legierung AlSi8Mg4. Danach ist nur noch ein marginaler Abfall festzustellen. Der Verlauf des elektrischen Widerstandes der Proben über der Beimengung des Amidwachses zeigt ebenfalls eine Abschwächung an dem Punkt. So stieg er von 10 $\mu\Omega\text{cm}$ (ohne Zusatz) auf 119 $\mu\Omega\text{cm}$ (0,75 Gew.-%) und 166 $\mu\Omega\text{cm}$ (1,5 Gew.-%).

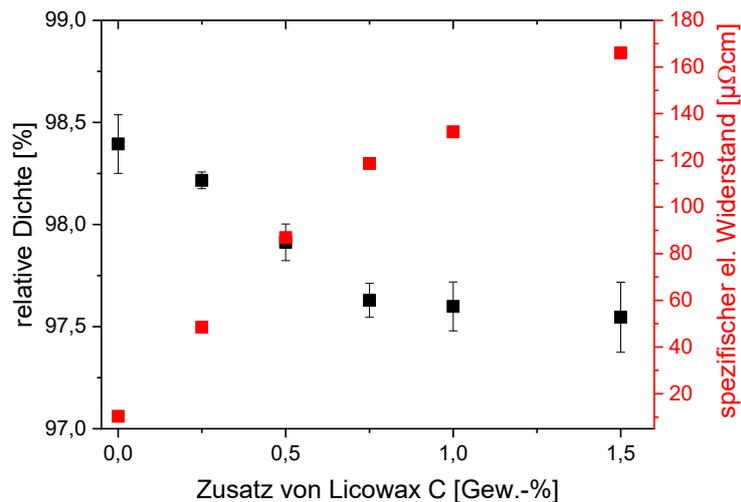


Abbildung 3-16 – Verlauf der relativen Dichte und des spezifischen elektrischen Widerstandes des Halbzeuges aus der Legierung AlSi8Mg4 mit zusätzlich x Gew.-% Licowax C.

Auf den lichtmikroskopischen Aufnahmen ist durch den zunehmenden Gehalt an Licowax C eine signifikante Änderung zu sehen. Die oben beschriebene Beeinflussung der äußeren Phase des AlMg-Partikels ist ab einem Zusatz von 0,5 Gew.-% festzustellen.

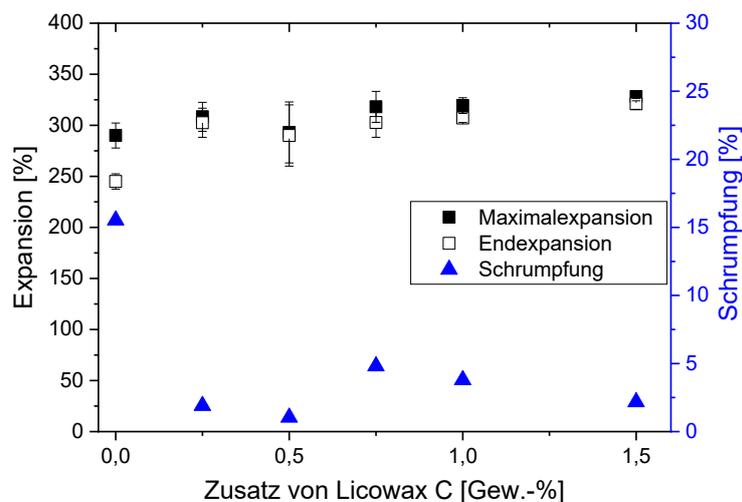


Abbildung 3-17 – Maximale und endgültige Expansion sowie Schrumpfung der bei 650 °C geschäumten Proben mit unterschiedlichen Gehalten an Licowax C.

Beim Expansionsverhalten zeigt sich ein leichter Einfluss des Zusatzes von Licowax C. In Abbildung 3-17 sind die Expansionswerte aufgetragen. Insgesamt steigert sich die Flächenzunahme der Proben durch die Zugabe des Presshilfsmittels leicht von 290 % ohne Zusatz bis hin zu 330 % bei einem Zusatz von 1,5 Gew.-%. Eine Ausnahme bildet die Probe mit 0,5 Gew.-% Licowax C, die auch lediglich eine Expansion von 290 % erreicht. Zu bemerken ist, dass die Proben mit Licowax C eine maximale Schrumpfung von 5 % zeigen, wohingegen die Proben ohne Zusatz im Mittel um 15 % zusammenfallen. Der Verlauf der Expansion für die Proben mit 0,5 Gew.-% oder mehr Licowax C ist durch den roten Graphen in Abbildung 3-15 grundlegend beschrieben. Die Probe mit 0,25 Gew.-% Amidwachs Zusatz beginnt hingegen wie die

Probe ohne Zusatz zu expandieren. Sie zeigt nach 70 s jedoch keine Beschleunigung der Expansion (vgl. schwarzer Graph in Abbildung 3-15), sondern expandiert stetig weiter. Ab 120 s ist das Expansionsverhalten der Probe gleich den anderen Proben mit Zusatz von Licowax C.

Die schon angesprochene Vergrößerung der Poren durch Amidwachs ist in Abbildung 3-18 quantifiziert. Der durch Anpassung einer Normalverteilung ermittelte mittlere äquivalente Porendurchmesser in der Probe ohne Zusatz beträgt 2,1 mm, mit einem Zusatz von 0,25 Gew.-% Wachs erhöht er sich auf 2,9 mm und bei 0,75 % auf 3,8 mm. In der Probe mit 1,5 Gew.-% sinkt er geringfügig auf 3,7 mm. Die Proben mit Amidwachs sind mit einer Standardabweichung von $\pm 0,7$ mm breiter verteilt die Probe als ohne Zusatz ($\pm 0,4$ mm). Sie enthalten auch meist mehrere Poren mit einem Durchmesser von mehr als 5 mm, wohingegen die größte Pore in der Probe ohne Zusatz 3,7 mm misst. Bei den Rekonstruktionen rechts in der Abbildung fallen die vielen kleinen Poren auf, sogenannte Satellitenporen [68], die in den Proben mit Zusatz von Licowax C (unteren drei) enthalten sind. Bei der Blasenanzahl befinden sich alle untersuchten Proben auf dem gleichen Niveau von ungefähr 800 Poren, von denen jeweils ungefähr die Hälfte einen geringeren äquivalenten Porendurchmesser als 0,2 mm haben.

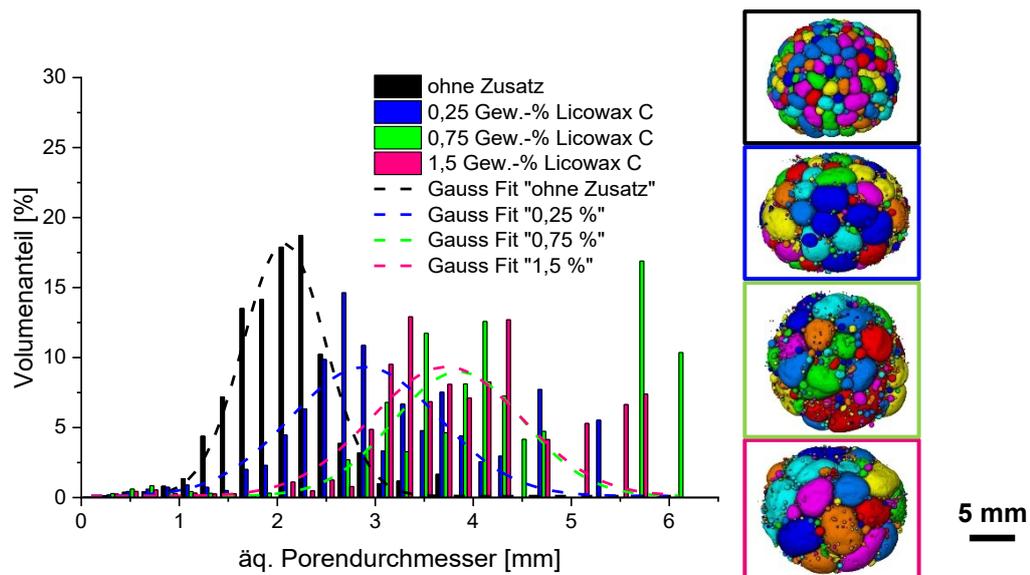


Abbildung 3-18 – Volumengewichtete Porengrößenverteilung in ausgewählten erstarrten Proben aus Abbildung 3-17.

3.1.4. Zusatz von Zink

Zink ist ein Element, aus welchem man auch als Hauptlegierungselement Metallschäume mit einer homogenen Porenstruktur herstellen kann [69][70]. Es ist relativ weich und hat einen niedrigen Schmelzpunkt. Diese Eigenschaften könnten helfen die Kompaktierung zu verbessern, in dem sich durch das Zink eine flüssige Phase bilden kann, wie es auch für Reinaluminiumschäume schon versucht wurde [71].

Heßmann verfolgte diesen Ansatz in ihrer Arbeit [72]. Sie fügte der Grundlegierung AlSi8Mg4 mit 0,5 Gew.-% TiH₂ einen Zusatz von bis zu 5 Gew.-% Zink bei. Wie in Abbildung 3-19 zu sehen ist, steigt die relative Dichte dadurch geringfügig an: Von

98,2 % ohne zusätzliches Zink, über 98,5 % beim Zusatz von 1 Gew.-% zu 98,7 % beim Zusatz von 5 Gew.-% Zink. Die Mittelwerte des elektrischen Widerstandes fallen leicht durch die Zugabe von Zink. Die Probe ohne Beimengung von Zink hat 7,3 $\mu\Omega\text{cm}$, mit 1 Gew.-% Zn 6,9 $\mu\Omega\text{cm}$ und bei 5 Gew.-% Zn 6,3 $\mu\Omega\text{cm}$.

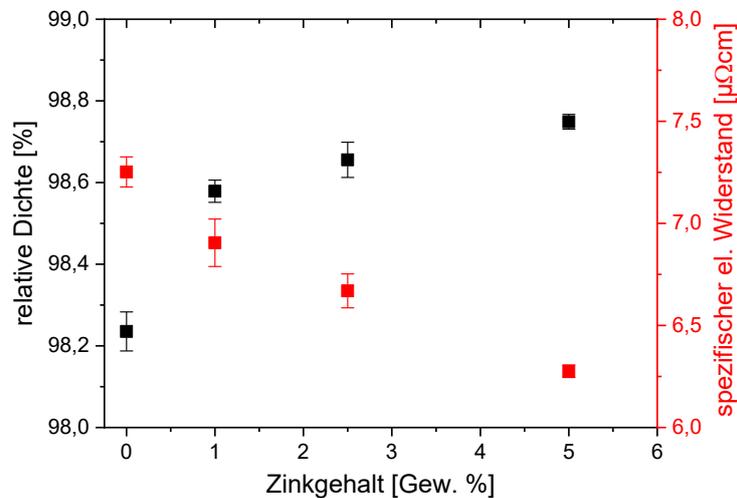


Abbildung 3-19 – Verlauf der relativen Dichte und des elektrischen Widerstandes des Halbzeuges aus der Legierung AlSi8Mg4 über den Zinkgehalt.

Anhand von verschiedenen Schliffbildern konnte *Heßmann* keine Partikel im Gefüge identifizieren, die einer Zinkphase zugeordnet werden konnten. Jedoch war die Restporosität durch das Zink feiner verteilt [72].

Die Expansionen der Schäume wird durch den Zusatz von 1-2,5 Gew.-% Zink von 290 % auf 325 % leicht verbessert. Durch die Beigabe von 5 Gew.-% Zink sinkt die Expansion der Proben wieder auf 300 % und auch deren Streubreite ist geringer mit ± 48 . Die Abweichungen der anderen Zusammensetzungen sind mit über ± 78 relativ groß. Die Schrumpfung ist bei allen Proben mit unter 5 % gering.

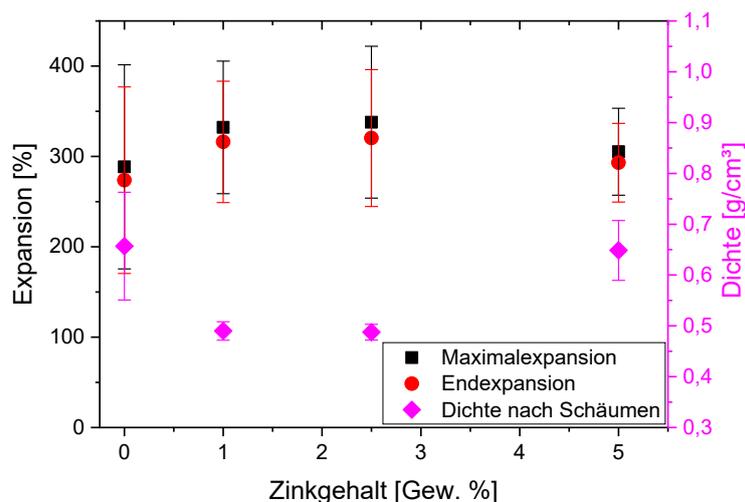


Abbildung 3-20 – Maximale und endgültige Expansion, sowie die Dichte nach dem Schäumen der bei 650 °C geschäumten Proben aus der Legierung AlSi8Mg4 über den Zinkgehalt [72].

Bei den resultierenden Schäumen ergeben die Proben sowohl mit 1 als auch mit 2,5 Gew.-% Zink eine Dichte von 0,49 g/cm^3 . Mit 5 Gew.-% Zink und ohne Zugabe

ergibt sich eine Dichte von $0,65 \text{ g/cm}^3$. Die tomographische Untersuchung zeigt, dass die Poren der Probe mit 2,5 Gew.-% Zink einen volumengewichteten mittleren Durchmesser von 2,1 mm haben. Ohne Beigabe von Zink beträgt er 1,8 mm. Die Abweichung beträgt bei beiden $\pm 0,4 \text{ mm}$.

In Abbildung 3-21 sind die Verläufe der Blasendichte und der Porosität zu sehen. Dabei ist zu bemerken, dass die Zunahme der Blasen bei der Probe mit Zusatz von Zink ungefähr bei $445 \text{ }^\circ\text{C}$ beginnt. Bei dem Halbzeug mit Zinkzusatz ist das Plateau zwischen erster und zweiter Nukleationsstufe nicht ausgeprägt, sondern nur als zeitweilige Abflachung der Blasen Zunahme zu erkennen. Die Blasenverteilung im Volumen ist im Vergleich zur Probe ohne Zink gleichmäßiger. Dieses gilt auch für den Beginn der Expansion. Allerdings kommt es im weiteren Verlauf zu einer Rissbildung, die das ganze betrachtete Volumen durchzieht und in der Folge zu einer großen Blase führt.

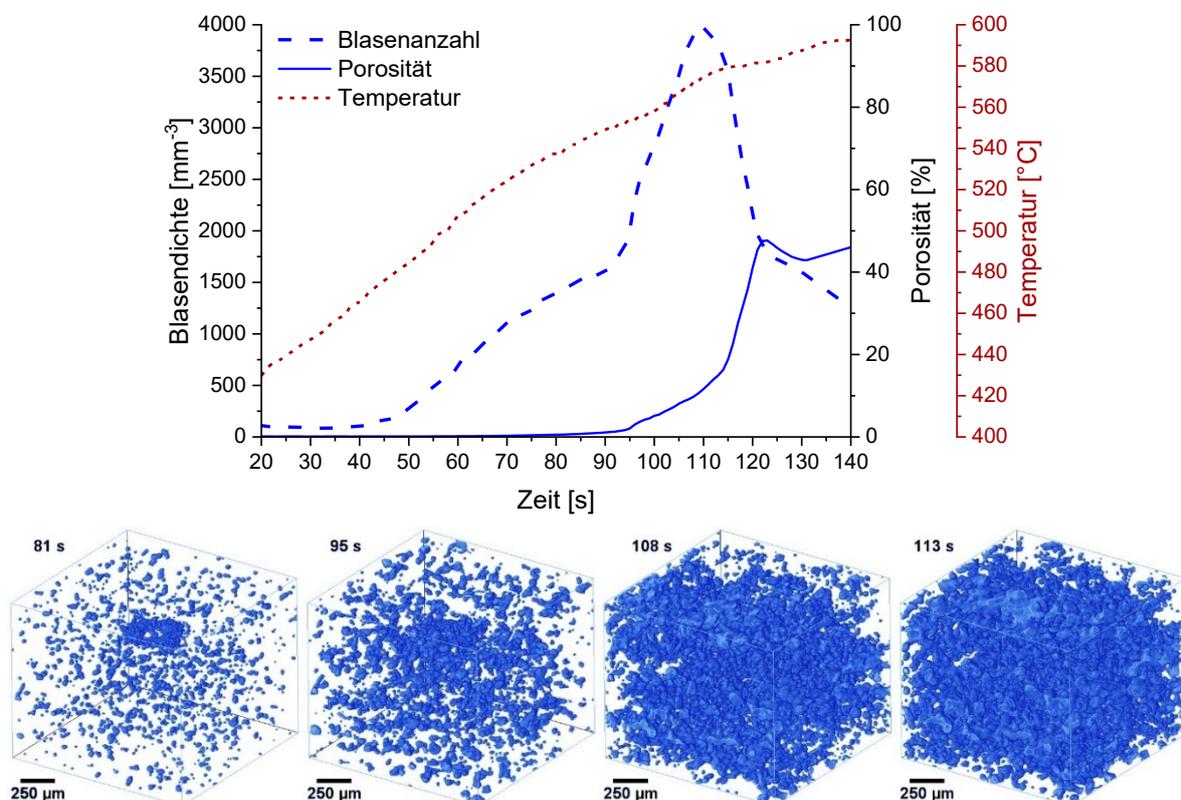


Abbildung 3-21 – Verlauf der Porosität und Blasendichte für die Probe mit dem Zusatz von 1 % Zink zur Legierung. Unten sind die rekonstruierten Poren für eine Porosität von 0,5, 2, 10 bzw. 15 % dargestellt. Aufgenommen mit max. 10 tps.

Von diesen Ergebnissen wird die Legierung AlSi8Mg4Zn1 ausgewählt: sowohl für die Untersuchung der Nukleation, als auch zu einer weiteren Studie zum Effekt einer Wärmebehandlung.

Bei der Wärmebehandlung sinkt, wie bereits in Kapitel 3.1.2, die Dichte der Halbzeuge deutlich durch das Verweilen bei $400 \text{ }^\circ\text{C}$ (siehe auch Abbildung 3-22). Ohne diese liegt sie bei 98,2 % und nach zwei Stunden fällt sie auf 96,8 %. Die Dichte der Proben, die vier bzw. acht Stunden im Ofen waren, ist annähernd gleich mit 96,5 %. Der Widerstand fällt von $6,9 \text{ } \mu\Omega\text{cm}$ bei der Probe ohne Wärmebehandlung auf $4,9 \text{ } \mu\Omega\text{cm}$ für die Probe mit 2 h Behandlung bei $400 \text{ }^\circ\text{C}$ und $4,3 \text{ } \mu\Omega\text{cm}$ nach 8 h.

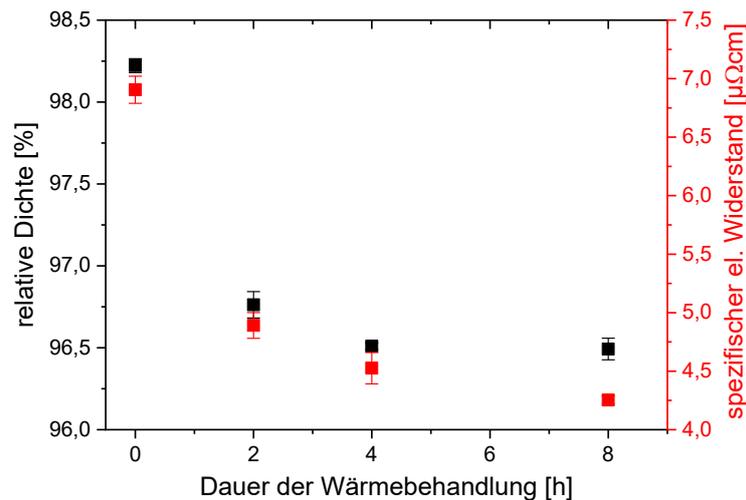


Abbildung 3-22 – Verlauf der relativen Dichte und des elektrischen Widerstandes des Halbzeuges der Legierung AlSi8Mg4Zn1 mit einer zusätzlichen Wärmebehandlung unterschiedlicher Dauer.

Auf den Gefügebildern sieht man, dass bei der Probe ohne Wärmebehandlung (Abbildung 3-23 a)) keine besonderen Ausprägungen gibt. Es konnten keine Partikel der Zinkphase zugeordnet werden. Mit zunehmender Zeit im Ofen bildet sich um die AlMg-Partikel immer mehr die netzartige Struktur aus. Diese Bereiche erscheinen auf den Aufnahmen auch heller als die sonstige Matrix. Das ist in c) und d) zu erkennen. Nach 8 h auf 400 °C sind die ehemaligen AlMg50-Partikel vollständig verschwunden.

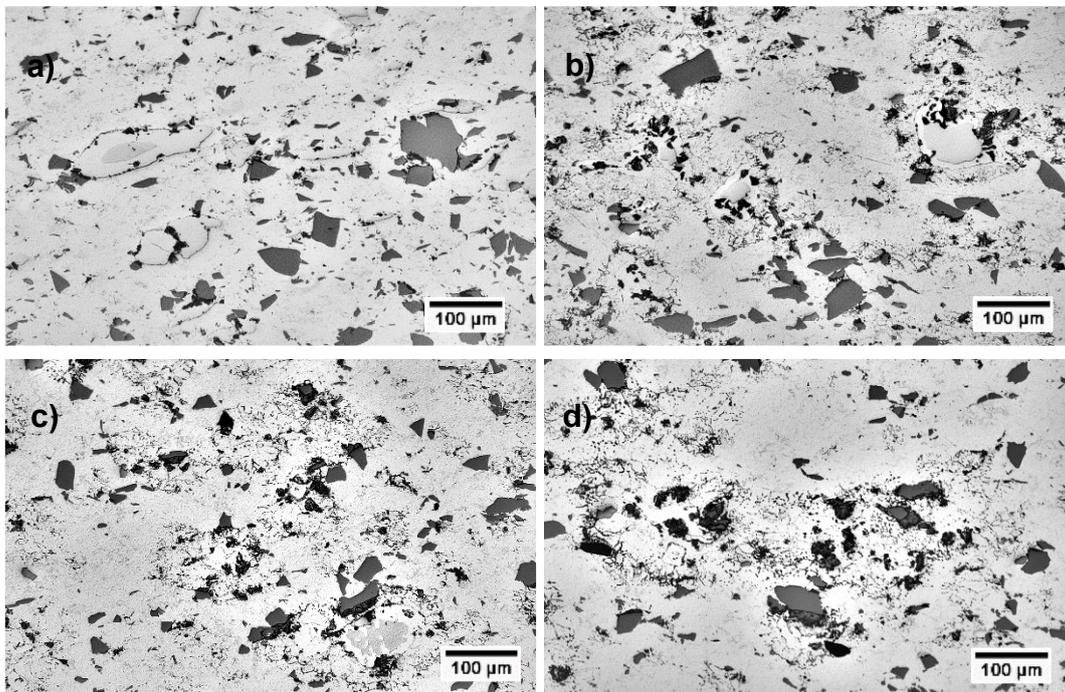


Abbildung 3-23 – Mikroskopische Aufnahmen des Gefüges des Halbzeuges der Legierung AlSi8Mg4Zn mit einer Dauer der Wärmebehandlung von a) 0 h, b) 2 h, c) 4 h und d) 8h.

In dieser Reihe erreicht die Probe ohne Wärmebehandlung eine Expansion von ~220%. Die Probe, die für 2 bzw. 4 h wärmebehandelt wurden, zeigen eine ähnliche Expansion. Nur die Probe mit einer Wärmebehandlung von 8 h erhöht die Expansion

leicht auf 240 %. Dabei zeigen die Proben mit Wärmebehandlung wenig Änderung der Expansion während der isothermen Haltezeit, während die Probe ohne Wärmebehandlung schon leicht zusammenfällt. Dies spiegelt sich auch in der Schrumpfung von 20 % wider. Die Proben mit Wärmebehandlung zeigen hingegen nur eine Schrumpfung von nur 11 %, wie auch Abbildung 3-24 zu sehen ist.

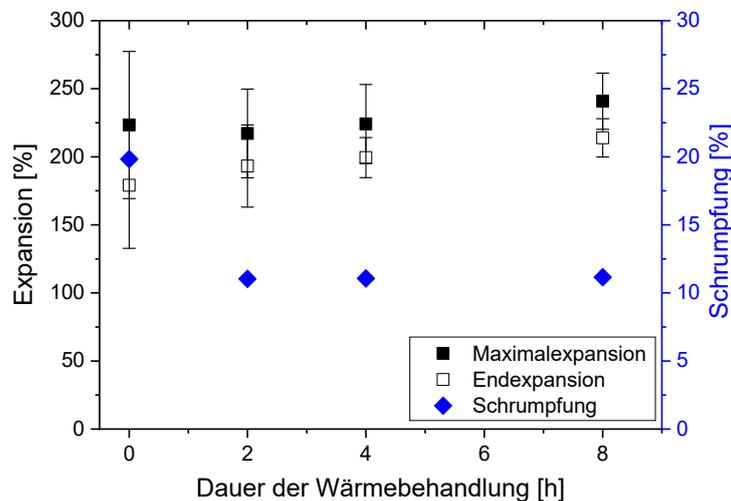


Abbildung 3-24 – Verlauf der Expansion beim Schäumvorgang über der Zeit (Schäumtemperatur 650 °C). Dargestellt sind Proben der Legierung AlSi8Mg4Zn1 mit Wärmebehandlungen unterschiedlicher Dauer.

3.1.5. Verwendung von vorlegiertem Pulver

In der Metallschaumherstellung wird schon länger aus Kosten und Sicherheitsgründen vorlegiertes Pulver genutzt. Auch in dieser Arbeit ist bisher Magnesium in Form von AlMg50-Pulver genutzt worden. Auf Grund des hohen Magnesiumanteils müsste nur 8 % in dieser Form zugegeben werden. *Von der Eltz* hat stattdessen in ihrer Arbeit [73] die tertiäre Legierung AlSi7Mg0,6 genutzt, welche auch kommerziell verwendet wird und näher an der untersuchten Legierung ist als die anderen verwendeten Pulver.

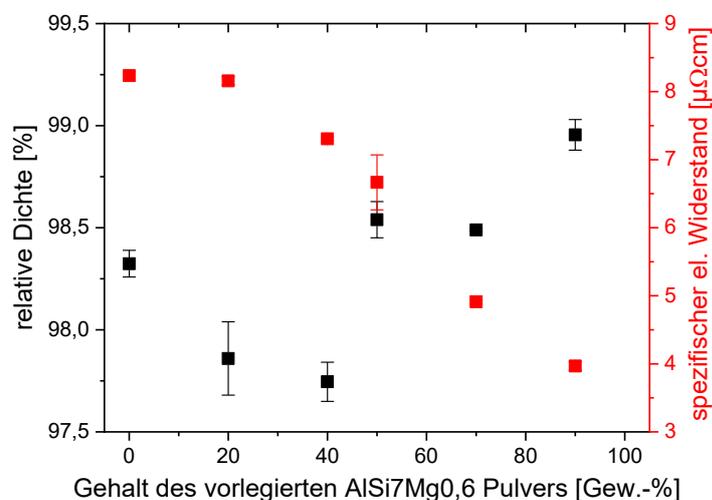


Abbildung 3-25 – Relative Dichte und spezifischer elektrischer Widerstand der Halbzeuge der Legierung AlSi8Mg4 mit unterschiedlichen Gehalten des vorlegierten Pulvers AlSi7Mg0,6.

Die Dichte der erhaltenen Halbzeuge ist in Abbildung 3-25 dargestellt. Es ist ein genereller Trend auszumachen, bei dem mit zunehmenden Gehalt des vorlegierten Pulvers die Dichte fällt und dann wieder ansteigt. Aus den elementaren Pulvern ergibt sich eine Dichte von 98,3 %. Diese fällt bis zu einem Gehalt von 40 % des vorlegierten Pulvers auf 97,7 %. Dann steigt sie wieder bis zu einem Gehalt von 90 %. In dieser Probe beträgt die Dichte 99,0 %. Eine Ausnahme in dem Trend ist die Probe mit 50 % des vorlegierten Pulvers mit einer Dichte von 98,5 %. Der elektrische Widerstand zeigt ab einem Gehalt von 20 % ($8,2 \mu\Omega\text{cm}$) ein stetig fallendes Verhalten. So sind bei 50 % $6,7 \mu\Omega\text{cm}$ und bei 90 % ternär vorlegiertem Pulver $3,85 \mu\Omega\text{cm}$.

Auf den Schlibfbildern in Abbildung 3-26 sind die AlSi7Mg0,6 -Partikel gut an ihrer runden Form und eutektischen Struktur zu erkennen. Diese und die Al-Pulverpartikel sind homogen miteinander vermischt, ebenso wie die Si-Partikel. Auf den Bildern sind auch schwarze Stellen zu erkennen. Besonders auffällig ist dies beim Halbzeug, das mit reinem Mg-Pulver hergestellt wurde (b). Dies können Restporosität, herausgebrochene oder ausgewaschene Partikel sein. Unter anderem an den mit orange gekennzeichneten Stellen umschließt eine geschlossene Phase ein Loch. Dies lässt darauf schließen, dass sich hier vermutlich ein Mg-Partikel befand, dessen innere Phase während des Schleifens entfernt wurde.

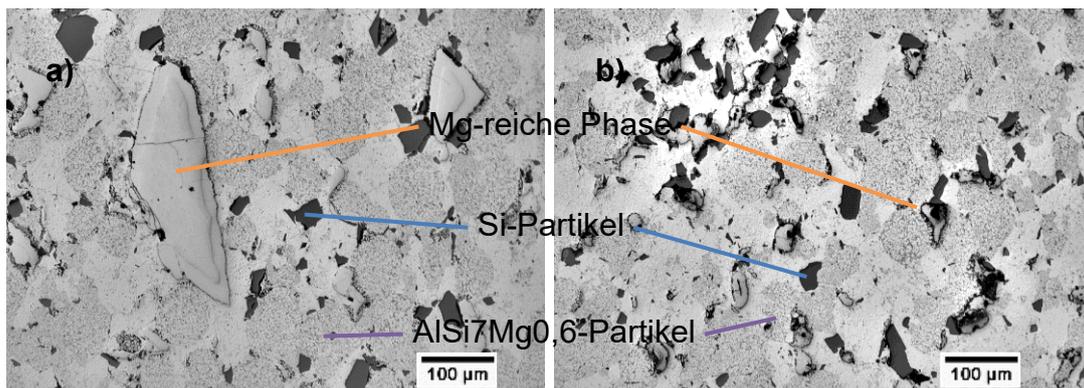


Abbildung 3-26 – Mikroskopische Aufnahmen des Gefüges des Halbzeuges, das mit vorlegiertem AlSi7Mg0,6 hergestellt wurde. Restliche Magnesiumquelle ist a) AlMg50 oder b) reines Mg.

Die Probe, die aus den elementaren Pulver hergestellt wurde, expandiert durchschnittlich um 320 %. Dieses wird von Proben mit 20-70 % vorlegierten Pulvers übertroffen. Die Probe mit 50 % AlSi7Mg0,6 -Pulver erreicht die höchste Expansion von 380 %, während die anderen Proben 360 % bzw. 350 % erzielen. Die Probe mit 90 % Legierungspulver schäumt um 270 % auf. Sie schrumpft anschließend aber wieder um 50 %. Die alle anderen Proben zeigen einen Zusammenfall von 9-13 %. Dieses ist auch in Abbildung 3-27 zu sehen.

Alle diese Proben sind zum Zwecke des Erreichens der gewünschten Legierung aus einem bestimmten Gehalt vorlegierten AlSi7Mg0,6 -Pulvers und der Rest aus elementaren Pulver hergestellt. Alle anderen Proben, die bis hierhin beschrieben sind, wurden mit AlMg50 -Pulver hergestellt. Eine Probe, die sowohl mit vorlegiertem AlSi7Mg0,6 als auch AlMg50 -Pulver gepresst wurde, hat eine relative Dichte von 98,8 %. Beim Schäumen wird aber nur eine Expansion von $2,9 \pm 0,1$ erreicht, die nach dem Erstarren um 24% zusammengeschrumpft ist.

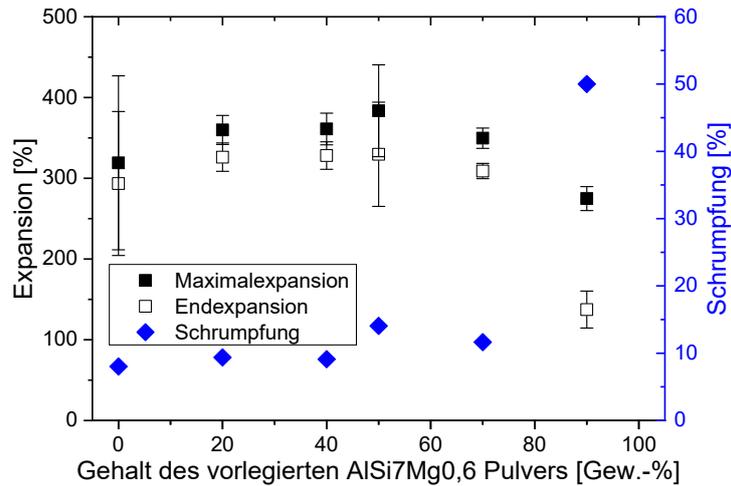


Abbildung 3-27 – Maximale und endgültige Expansion (aus [73]) sowie die Schrumpfung für unterschiedliche Gehalte von vorlegiertem Pulver.

Bei der Nukleationsuntersuchung an der TOMCAT-Beamline zeigt sich, dass wesentlich früher und fast zeitgleich knapp 1000 Blasen/mm³ in der Probe mit dem vorlegierten Pulver entstehen (siehe Abbildung 3-28). Diese Anzahl verringert sich wieder geringfügig durch das Wachsen der Blasen, die Porosität steigt aber schon auf 10 %. In den Rekonstruktionen erkennt man, dass die Probe nun aufreißt und sich flache Poren bilden. Deren Entstehungen bewirken einen starken Anstieg der Porosität auf ca. 22 %. Diese bleibt für ca. 20 s ungefähr gleich, während die Blasendichte von 1000 auf 700 mm⁻³ abnimmt. Nun setzt die Verrundung und das eigentliche Wachstum der Blasen ein.

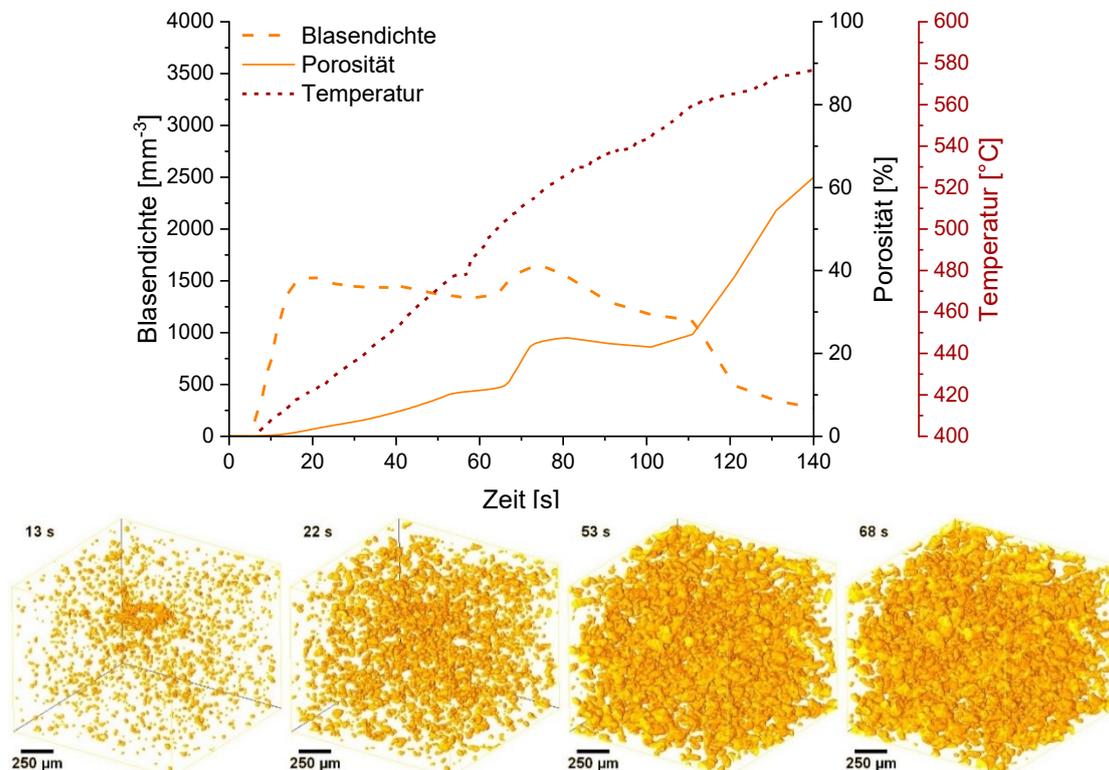


Abbildung 3-28 – Verlauf der Porosität und Blasendichte für die Probe mit einem Gehalt von 50 % AISi7Mg0,6-Pulver mit 0,5 Gew.-% TiH₂. Unten: rekonstruierte Poren für eine Porosität von 0,5, 2, 10 bzw. 15 %. Aufgenommen mit max. 10 tps.

3.1.6. Presskraftvariation

Die Presskraft hat einen wesentlichen Einfluss auf die Verdichtung. Deren Einfluss auf die Schäumbarkeit haben *Helwig et al.* untersucht [74]. Eine kurze Versuchsreihe wurde hier noch einmal durchgeführt, um die direkte Vergleichbarkeit der Ergebnisse zu gewährleisten. Dazu wurde in eine Form mit 15 mm Innendurchmesser 5 g Pulvermischung der Legierung AlSi8Mg4 + 0,25 Gew.-% TiH₂ gefüllt und für 15 min uniaxial heißgepresst.

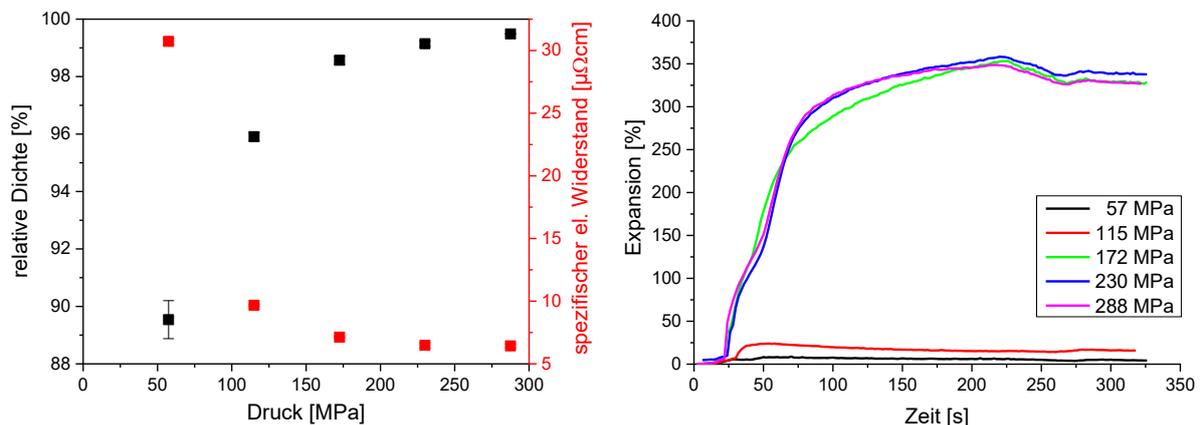


Abbildung 3-29 – Relative Dichten und elektrischer Widerstand (links) sowie die Expansionskurven beim Schäumen (650 °C) (rechts) der uniaxial gepressten und mit der Manschette geheizten Proben, die mit verschiedenen Presskräften kompaktiert wurden.

Die relative Dichte und der elektrische Widerstand der so kompaktierten Proben sind in Abbildung 3-29 links dargestellt. Die Dichte steigt mit zunehmender Kraft. So resultiert die Pressung mit 57 MPa in einer Dichte des Halbzeuges von 89 %, bei 172 MPa von 98 % und bei 288 MPa von 98,9 %. Der elektrische Widerstand hat ein ähnliches, fallendes Verhalten. Die Probe, die mit 57 MPa verdichtet wurde, hat 30,7 $\mu\Omega\text{cm}$, die mit 172 MPa gepresste Probe 7,1 $\mu\Omega\text{cm}$ und die mit 288 MPa kompaktierte 6,4 $\mu\Omega\text{cm}$.

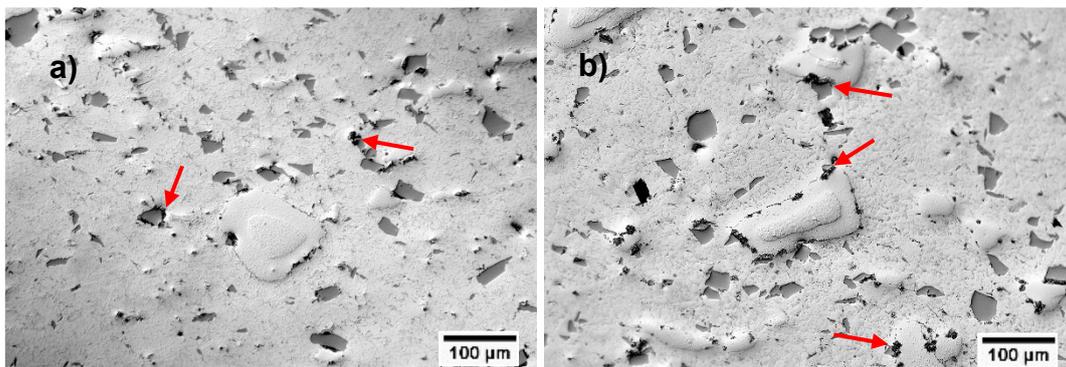


Abbildung 3-30 – Mikroskopische Aufnahmen der Halbzeuge bei unterschiedlichen Pressdrücken: a) 115 MPa und b) 230 MPa.

Auf den lichtmikroskopischen Aufnahmen in Abbildung 3-30 ist das Gefüge der Halbzeuge, die mit 115 MPa (links) und 230 MPa (rechts) gepresst wurden, dargestellt. Beide zeigen gleichmäßig verteilte Si- und AlMg-Partikel. An den

Berührungsstellen dieser beiden kann in beiden Bildern eine Ausscheidung gefunden werden (rote Pfeile), wobei sie auf dem rechten Bild etwas ausgeprägter ist. Eine offensichtliche Restporosität ist nur in der Probe, die mit 115 MPa gepresst wurde, gefunden worden

Beim Schäumen verhalten sich die Proben, die mit 172 MPa, 230 MPa und 288 MPa kompaktiert wurden, annähernd gleich und erreichen eine Maximal-expansion von ~350 %. Die mit 57 MPa bzw. 115 MPa gepressten Proben zeigen zwar eine minimale Expansion, die aber nicht mit einer erkennbaren Blasenbildung einhergeht. In Abbildung 3-31 ist zu erkennen, dass sich aus entstandenen Rissen größere Blasen bilden, die über die Maximalexpansion bis zur Erstarrung bestehen bleiben. Eine ist in jeder Reihe exemplarisch durch rote Pfeile kenntlich gemacht.

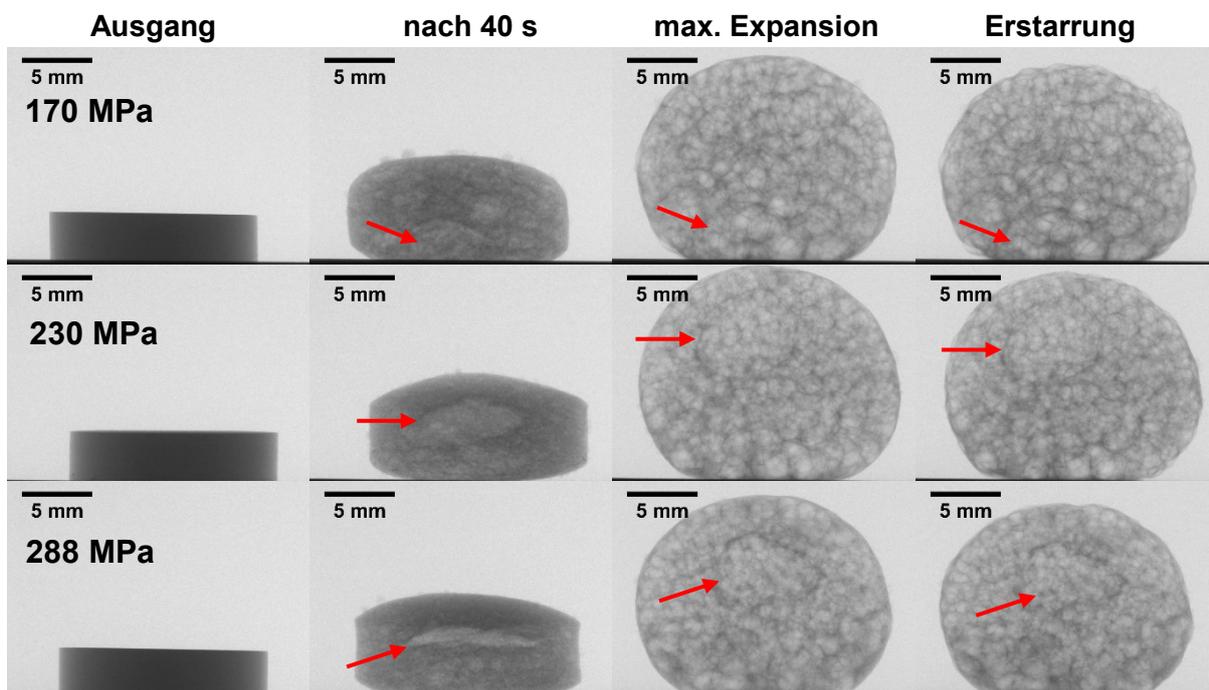


Abbildung 3-31 – Radiographien zu verschiedenen Stadien während des Schäumens der Proben, die uniaxial gepresst und mit der Manschette geheizt wurden, die 172 MPa, 230 MPa und 288 MPa kompaktiert wurden: Ausgang, nach 40 s, max. Expansion (222 s) und nach Erstarrung.

3.2. Strangpressen

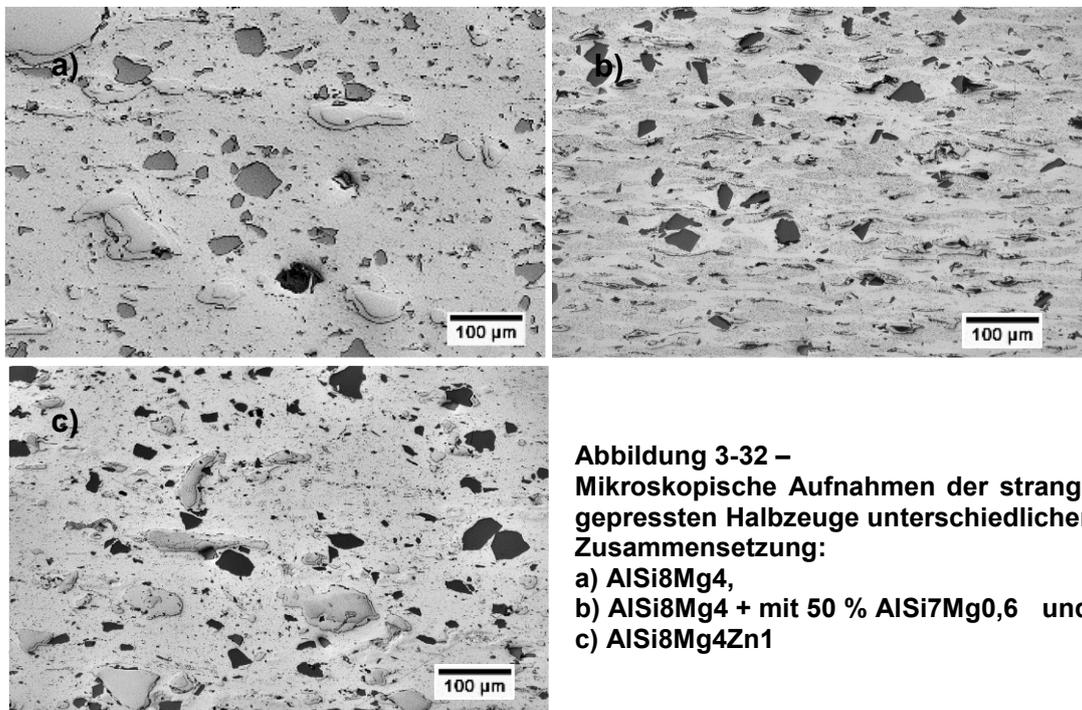
Das Strangpressen ist im Gegensatz zum uniaxialem Pressen geeignet, wesentlich größere Mengen an Halbzeug zu produzieren. Durch die eingebrachten hohen Scherkräfte wird die Verbindung zwischen den Partikeln durch das Zerbrechen der Oxidhäute gefördert, es wird aber auch Wärme produziert, die eventuell zu einer frühzeitigen Gasfreisetzung beim TiH_2 führen kann. Außerdem wird dem Halbzeug eine Orientierung aufgeprägt [59].

Für die Untersuchungen an der TOMCAT-Beamline sind drei Proben aus verschiedenen Halbzeugen präpariert worden. Es handelt sich um die Legierungen $AlSi_8Mg_4$, $AlSi_8Mg_4Zn_1$ und $AlSi_8Mg_4$ mit einem Gehalt von 50% $AlSi_7Mg_{0,6}$ -Pulver.

Die Halbzeuge haben nach dem Strangpressen eine relative Dichte von 98,0 % für die Legierung $AlSi_8Mg_4$ und 97,9 % für $AlSi_8Mg_4Zn_1$. Der Strang, der mit vorlegierten

Pulver hergestellt wurde, ist mit 98,3 % etwas dichter. Beim Widerstand zeigen die Halbzeuge der Legierung AlSi8Mg4 einen Wert von $\sim 3,8 \mu\Omega\text{cm}$ und $4,0 \mu\Omega\text{cm}$ für AlSi8Mg4Zn1. Die Härte der Aluminiummatrix beträgt für das Halbzeug von AlSi8Mg4 $48,0 \pm 4,7 \text{ HV } 0,1/20$. Die der Probe mit der Zulegierung von Zink ist fast unverändert bei $48,5 \pm 3,5 \text{ HV } 0,1/20$ und die der Probe mit vorlegierten Pulver ist etwas höher mit $56,4 \pm 6,8 \text{ HV } 0,1/20$

Die Schlibfbilder der Halbzeuge sind in Abbildung 3-32 dargestellt. Die sichtbare präparierte Ebene ist senkrecht zur Strangpressrichtung gewählt. Es ist im Allgemeinen eine Längung und Orientierung der AlMg-Partikel zu erkennen. In b) ist diese Längung besonders gut im Kontrast der Matrix aus Al- und vorlegiertem Pulver zu sehen, die sich stark um die anderen Partikel verformt hat. In c) ist die Aluminiummatrix mit mehr kleinen dunkleren Flecken durchzogen, bei denen es sich um vermehrte Ausscheidungen handeln könnte. Die Orientierung dieser Probe, obwohl gleich zu den anderen her- und dargestellt, ist nicht deutlich zu erkennen und nur zu erahnen.



**Abbildung 3-32 –
Mikroskopische Aufnahmen der strang-
gepressten Halbzeuge unterschiedlicher
Zusammensetzung:
a) AlSi8Mg4,
b) AlSi8Mg4 + mit 50 % AlSi7Mg0,6 und
c) AlSi8Mg4Zn1**

Beim Schäumen in der Radioskopieanlage erreicht die Probe der AlSi8Mg4 einen gemittelten maximalen Expansionswert von 270 %. Dieser schrumpft dann durch die Erstarrung um knapp 6 %. Bei dem Halbzeug mit dem vorlegierten Pulver wird beim Schäumen 350 % erreicht, dass aber um 23 % schrumpft. Das Halbzeug der Legierung AlSi8Mg4Zn1 erreicht 290 % und fällt um 8 % zusammen.

Bei der Betrachtung der Nukleation erkennt man in Abbildung 3-33, dass sich im Halbzeug mit dem vorlegierten Pulver sehr früh bereits die ersten Blasen bilden. Es bilden sich auch kontinuierlich weitere, so dass sich bereits nach 50 s 1600 Blasen in einem Kubikmillimeter befinden. Die Porosität ist zu dem Zeitpunkt auf 3 % angestiegen. Die Blasendichte steigt aber weiter bis zu einem Maximum von knapp 2200 mm^{-3} , zusammen mit der Porosität, die dort 20 % erreicht. Im Gegensatz dazu verhalten sich die Probe ohne das ternäre vorlegierte Pulver und die Probe mit dem

Zinkzusatz: Sie beginnen erst nach 30 s bei ca. 450 °C rasant Blasen zu bilden. Dabei erreicht die Standardprobe ein Plateau der Blasendichte von ungefähr 1800 mm⁻³. Die Blasen expandieren dann bis zu einer Porosität von knapp 10 %, bevor die Blasendichte wieder abfällt. Ab diesem Zeitpunkt waren die Daten durch einen Fehler leider nicht mehr zu rekonstruieren und somit auszuwerten, aber der Verlauf der ersten Nukleation ist erfasst. Die Probe der Legierung AlSi8Mg4Zn1 verhält sich sehr ähnlich, erreicht allerdings nur eine Plateaublasendichte von 1300 mm⁻³ bei einer Porosität an dessen Ende von 10 %. Das Maximum mit 2600 mm⁻³ ist zusammen mit einer Porosität von 17 % bei einer Temperatur von ca. 560 °C erreicht.

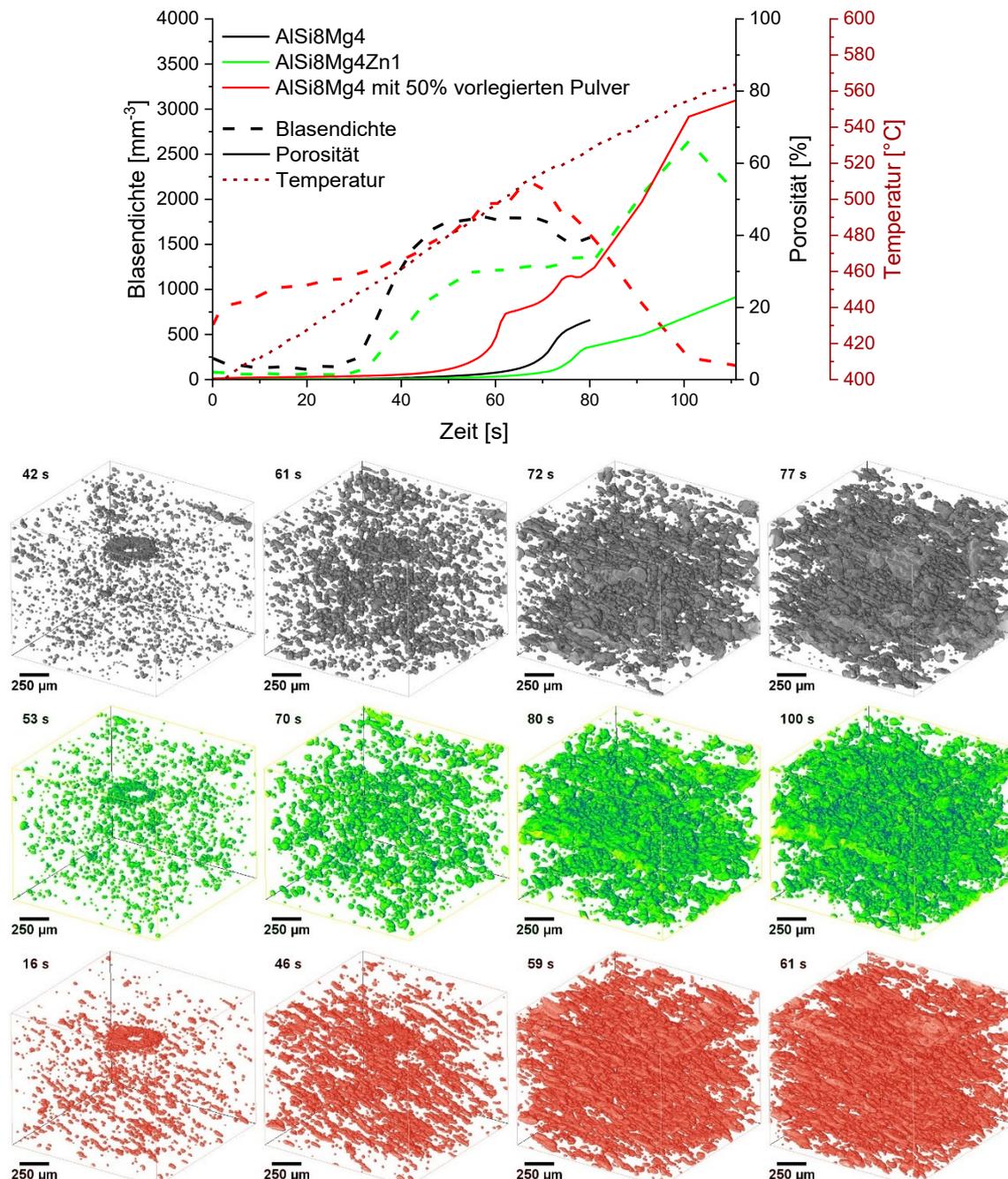


Abbildung 3-33 – Verlauf der Porosität und Blasendichte der stranggepressten Proben. Zusätzlich sind aus den Rekonstruktionen die segmentierten Poren für eine Porosität von 0,5, 2, 10 bzw. 15 % dargestellt. Aufgenommen mit max. 10 tps.

Bei den Proben der Legierung AlSi8Mg4 , sowohl mit vorlegiertem AlSi7Mg0,6 -Pulver als auch ohne, sind die entstanden Blasen in den Rekonstruktionen deutlich orientiert. Sie bilden sich entlang von imaginären Linien. Die Blasen im Halbzeug mit dem vorlegierten Pulver scheinen nur sehr gering radial zu wachsen, bevor sie sich dann mit anderen Blasen auf der imaginären Linie vereinigen. Diese Stäbchenblasen werden im nächsten Schritt zunächst flächig, indem sie sich mit danebenliegenden vereinigen. Das geschieht aber nicht schrittweise, sondern über mehrere Sekunden. Diese Blasen können einen Durchmesser von $500\ \mu\text{m}$ bei einer Höhe von $70\ \mu\text{m}$ erreichen.

In der Probe ohne ternäres Legierungspulver wachsen die entstanden Blasen zuerst weiter. Einige verbinden sich auch miteinander, diese 'Stäbe' haben aber einen größeren und uneinheitlicheren Durchmesser. Das passiert im Vergleich zur Probe mit vorlegiertem Pulver später und teilweise entstehen auch Risse zwischen den Blasen.

Bei der Probe der AlSi8Mg4Zn1 ist die Orientierung nicht sofort erkennbar. Die Blasen entstehen gleichmäßig im Raum. Im weiteren Verlauf vereinigen sich dann einige, wodurch die Orientierung erkennbar wird. Auch in dieser Probe ist ein teilweises Aufreißen erkennbar.

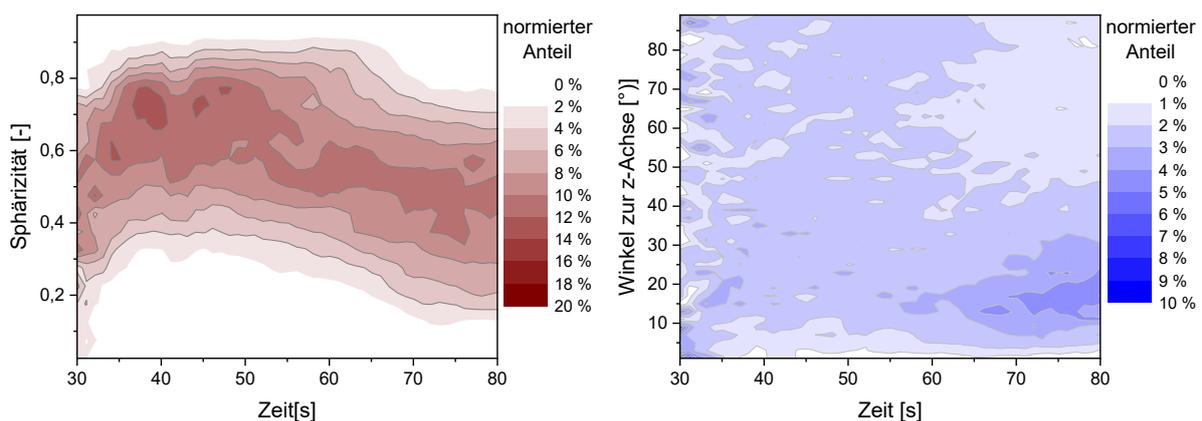


Abbildung 3-34 – Analyse der Porenform für die Probe des stranggepressten Halbzeuges: links in rot die Häufigkeitsverteilungen der Sphärizität und rechts in blau die Häufigkeitsverteilungen des Winkels der kürzesten Achse der Blasen zur z-Achse, jeweils über die Zeit.

Die Blasen, die sich während des drastischen Anstiegs der Blasendichte bilden, haben vorüberwiegend eine Sphärizität von $\sim 0,7$. Dieses Maximum der Verteilung verschiebt sich mit Beginn des Anstiegs der Porosität (55 s) hin zu einer Sphärizität von 0,5. Die Verteilung der kürzesten Achsen der Blasen, die zuvor noch fast eine Gleichverteilung der Winkel zur z-Achse hatten, weisen nun großenteils eher in 15° Winkel in Richtung der z-Achse weg.

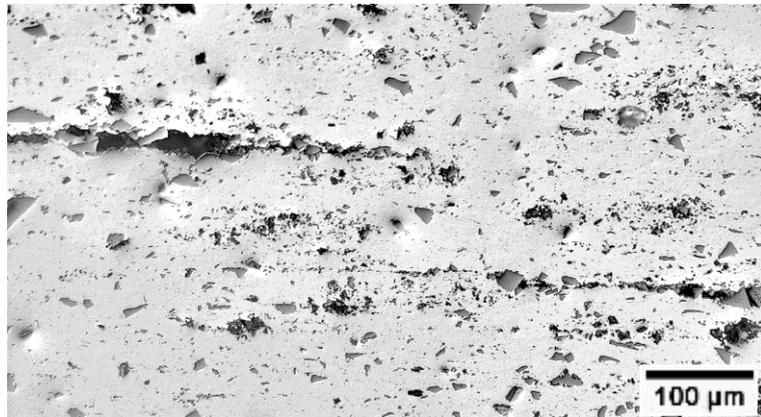
3.3. Walzen

Da die gewalzten Proben von der Firma *pohltec metalfoam GmbH* bereitgestellt worden sind, konnten bei der Herstellung keine Parameter verändert werden. Nachdem die Decklagen entfernt sind, kann die Dichte auf $98,5 \pm 0,1\ \%$ und der

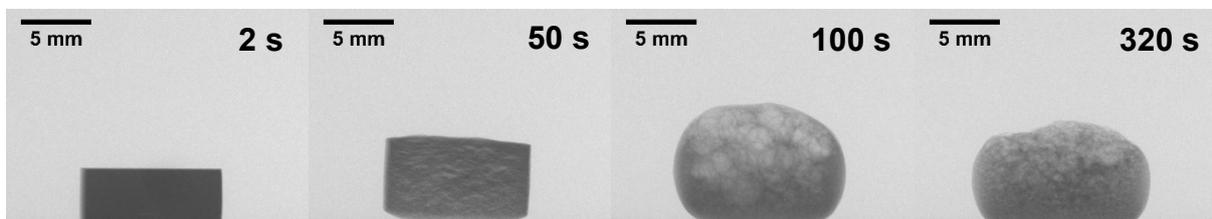
elektrische Widerstand auf $3,7 \mu\Omega\text{cm}$ bestimmt werden. Die Härte der Al-Matrix des Halbzeugs beträgt $47,5 \pm 0,7 \text{ HV } 0,1/20$.

Auf dem Gefügebild in Abbildung 3-35 sieht man die langgestreckte Form der Körner und ehemaligen Partikel. Die Si-Partikel sind davon durch ihre hohe Härte ausgenommen. AlMg-Partikel sind nicht mehr eindeutig zu erkennen, dafür gibt es Bereiche, in denen besonders Ansammlungen von Poren sind.

**Abbildung 3-35 –
Mikroskopische Aufnahme
der schäumbaren Schicht
des Sandwichmaterials von
*pohltec metalfoam GmbH***



Beim Aufheizen in der Radioskopieanlage erreichen die Proben eine maximale Flächenexpansion von nur 115%, die dann durch das Abkühlen um 25 % zusammenschrumpft. In Abbildung 3-36 erkennt man, dass beim Aufschäumen die Probe im gesamten Volumen mit Rissen durchzogen wird und dass diese Risse sich - nicht wie sonst üblich - großteilig zu Blasen verrunden. Nur einige werden zu Blasen, während andere nach dem Aufschmelzen wieder zusammenfallen. Es bildet sich auch viel Drainage am Boden.



**Abbildung 3-36 – Radiographien zu verschiedenen Stadien während des Schäumens
der gewalzten Probe**

Das Aufschäumen bei *pohltec metalfoam GmbH* geht durch die wesentlich größere Masse, die aufgeheizt werden muss, wesentlich langsamer. Deswegen wurden auch Proben mit einer erheblich geringeren Heizrate von 2 K/s geschäumt. Auch diese Proben zeigen nur eine Expansion von 117 % mit einer Schrumpfung von 21 %.



Abbildung 3-37 – Vormaterial (oben) und geschäumte Platte (unten) des Aluminium-Foam-Sandwich (AFS®) der *pohltec metalfoam GmbH*.

Wenn man die geschäumten Platten von *pohltec metalfoam GmbH* begutachtet (Abbildung 3-37), erkennt man, dass dort die schäumbare Schicht eine Expansion in der Höhe von ungefähr 700 % erreichen kann. Da sich die Grundfläche nur vernachlässigbar ändert, kann man das ebenfalls als Flächen- und Volumenexpansion annehmen.

Die Untersuchungen an der TOMCAT zeigen, dass die gewalzte Probe für eine lange Zeit unverändert bleibt, dann steigt die Blasendichte innerhalb von 5 s rasant auf 2500 mm^{-3} an (siehe Abbildung 3-38). Erst zu diesem Zeitpunkt, an dem 563 °C gemessen werden, steigt die Porosität über 2 %. Im Weiteren fällt die Blasendichte wieder ab und die Porosität steigt an. In den Rekonstruktionen ist zu sehen, dass auch hier die Blasenentstehung einer bestimmten Richtung folgt. Zuerst nukleieren die Blasen entlang einer gedachten Linie, um sich dann schlagartig zu einem über das gesamte betrachtete Volumen gehenden Riss zu verbinden. Andere flächige Poren mit nicht so großen Ausmaßen entstehen ebenfalls im restlichen Volumen.

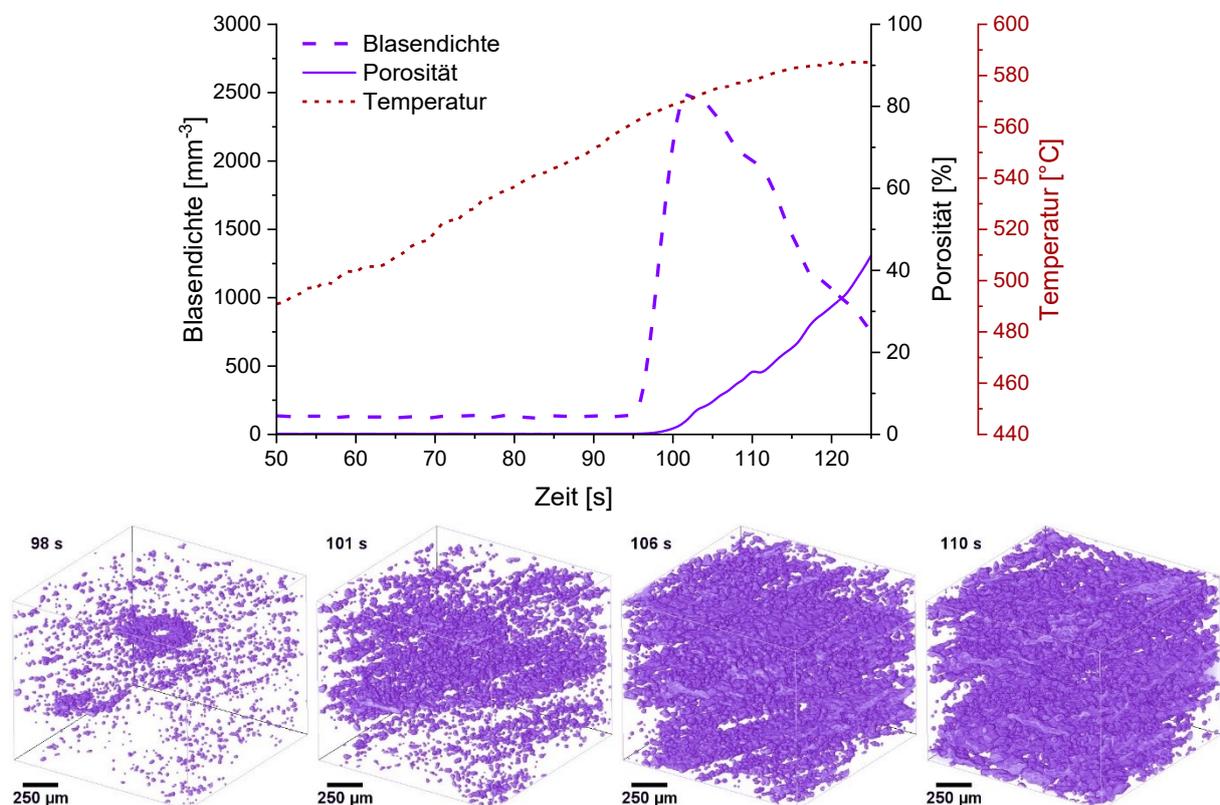


Abbildung 3-38 – Verlauf der Porosität und Blasendichte für die gewalzte Probe. Unten sind für Poren für eine Porosität von 0,5, 2, 10 bzw. 15 % dargestellt. Aufnahme mit max. 10 tps.

Die Häufigkeitsverteilung der Sphärizität sind links in Abbildung 3-39 dargestellt. Darin zeigt sich, dass die gebildeten Blasen hauptsächlich eine Sphärizität von 0,45 haben. Dieses Maximum der Verteilung wird im Zeitraum bis 120 s zu 0,7 verschoben. Die Ausrichtung der Blasen ändert sich bis 120 s annähernd nicht, die kürzesten Achsen der Blasen zeigen vor allem in Richtung der z-Achse. Der kurze Beobachtungszeitraum ist durch das schnelle Wachstum der Blasen begründet, sodass am Ende zu viele Blasen bereits den Rand des Auswertungsraum berühren und nicht mehr analysiert werden.

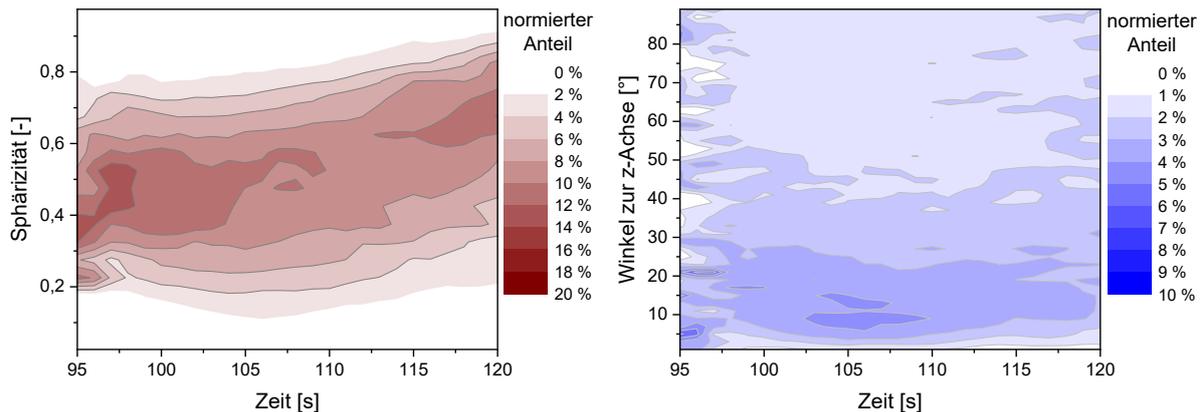


Abbildung 3-39 – Analyse der Porenform für die Probe des gewalzten Halbzeuges: links in rot die Häufigkeitsverteilungen der Sphärizität und rechts in blau die Häufigkeitsverteilungen des Winkels der kürzesten Achse der Blasen zur z-Achse, jeweils über die Zeit.

3.4. Current Activated Pressure Assisted Densification

3.4.1. Isolierende Pressform

3.4.1.1. Pulverhöhenvariation

Für die Wärmeentwicklung durch Strom ist der Widerstand und somit auch die Länge des durchflossenen Leiters ausschlaggebend. Deswegen wurde in einem ersten Schritt der Einfluss der Säulenhöhe des Pulvers getestet.

Zu diesem Zwecke wurden 2,5, 5,0 und 7,5 g abgewogen. Das entspricht einer Höhe im Zylinder vor dem Pressen von ca. 10, 20 bzw. 30 mm. Es ist hier willkürlich ein Pressdruck von 115 MPa und eine Presszeit von 10 min festgelegt worden. Die Verläufe der Temperatur im Stahlmantel, der Spannung zwischen den Kupferplatten und der geflossenen Stromstärke sind in Abbildung 3-40 dargestellt.

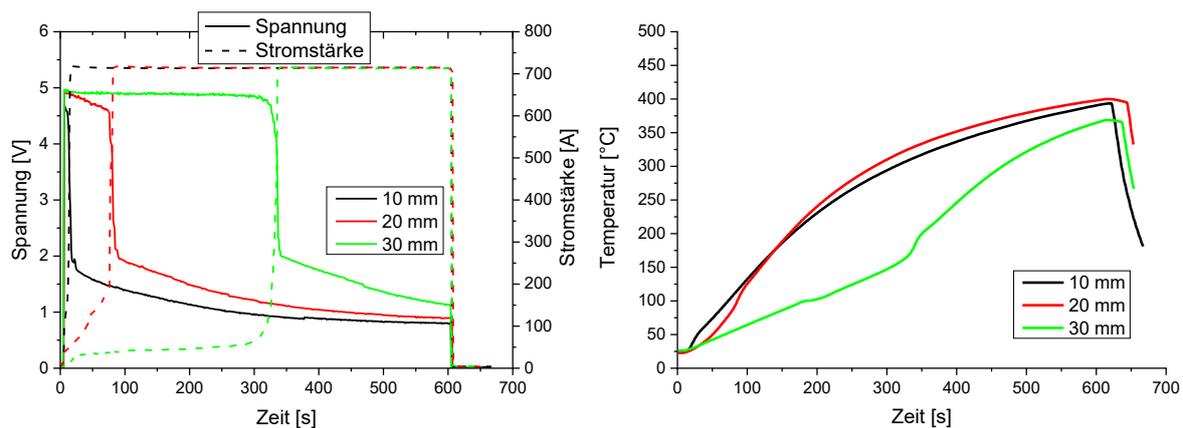


Abbildung 3-40 – Spannungs- und Stromstärke- (links) sowie Temperaturverlauf (rechts) über die Zeit während des Pressvorganges für Ausgangspulverhöhen von 10, 20 und 30 mm

Der Zeitpunkt, an dem die Limitierung des Stromes von Spannung auf Stromstärke wechselt, zeigt eine klare Abhängigkeit von der Pulverhöhe. Während es bei der Probe mit 10 mm Höhe nur 12 s dauert bis die maximale Stromstärke von 720 A erreicht ist,

dauert es schon 77 s für die Probe mit 20 mm bzw. 332 s bei der Probe mit 30 mm. Die Stromstärke steigt dabei je nach Pulvermenge erst langsam an und springt mit mehr als 50 A/s zum Maximum. Dabei fällt die Spannung zwischen den Kupferplatten von ungefähr 5 auf unter 2 V ab. Anschließend sinkt sie stetig weiter bis am Ende, noch 0,8, 0,9 bzw. 1,1 V (10, 20 und 30 mm) gemessen werden. Auch bei den Temperaturkurven (Abbildung 3-40 rechts) ist dieser Übergang als Knick zu erkennen. Insgesamt verhalten sich die Kurven der Proben mit 10 und 20 mm Pulverhöhe sehr ähnlich und erreichen beide knapp 400 °C. Die Temperatur der 30 mm-Probe steigt zu Beginn sehr viel langsamer bis zum Knickpunkt und erreicht bis zum Ende noch 368 °C.

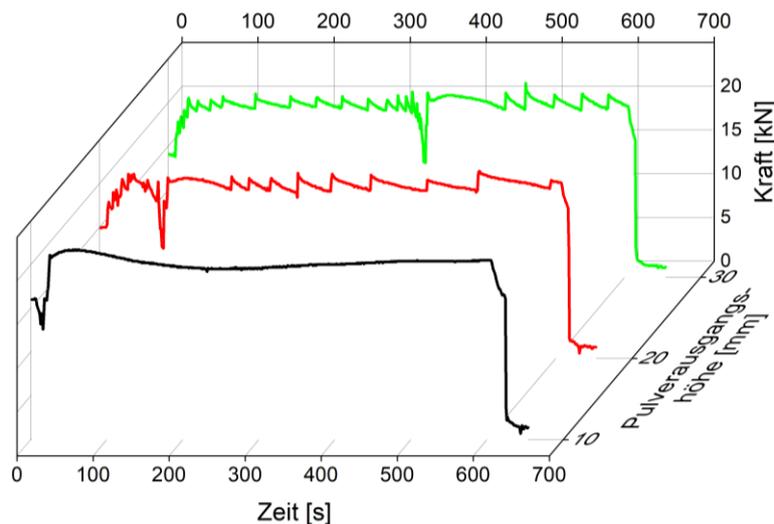


Abbildung 3-41 – Verlauf der aufgebrachten Kraft über die Zeit während des Pressvorganges für Ausgangspulverhöhen von 10, 20 und 30 mm

Dieser Zeitpunkt der drastischen Veränderungen bei Spannung, Stromstärke und Temperatur ist ebenfalls im Verlauf der Presskraft zu bemerken (siehe auch Abbildung 3-41). Die Kraft kann nicht durch die Nachregelung auf dem Niveau um 20 kN gehalten werden und bricht kurzzeitig auf 15 kN ein. Nachdem die Kraft das Sollniveau wieder erreicht hat, steigt sie für jede Probe zeitweilig ohne Nachregelung an. Für die Proben mit einer Pulverhöhe von 20 und 30 mm fällt die Presskraft dann wieder unter die Nachregelungsgrenze. Die 10 mm-Probe muss nach dem Erreichen des Sollniveaus nach dem Abfall nicht nachreguliert werden, da die Kraft nach dem ersten Ansteigen absinkt, aber ohne Einwirkung des Experimentators die letzten 330 s des Experiments wieder leicht ansteigt.

Die beiden Darstellungen der Gefüge in Abbildung 3-42 zeigen, dass die Probe mit 30 mm Ausgangshöhe anscheinend stärker mit Porosität durchzogen ist. Die ist allgemein in der Nähe der Si Partikel zu finden. AlMg-Partikel sind auf den Bildern nicht zu erkennen.

Als Resultat dieser Kompaktierungsvorgänge ergeben sich relative Dichten von 97,8 % bis 95,8 % (10 bzw. 30 mm Probe). Der Widerstand steigt von 8,3 $\mu\Omega\text{cm}$ auf 14,8 $\mu\Omega\text{cm}$ mit zunehmender Pulversäule (vergleiche auch Abbildung 3-43). Auch beim Aufschäumen fällt die Expansion mit steigender Menge des eingewogenen

Pulvers geringer aus: von 165 % auf 75 %. Diese maximalen Expansionen sind erst am Ende der Haltezeit erreicht.

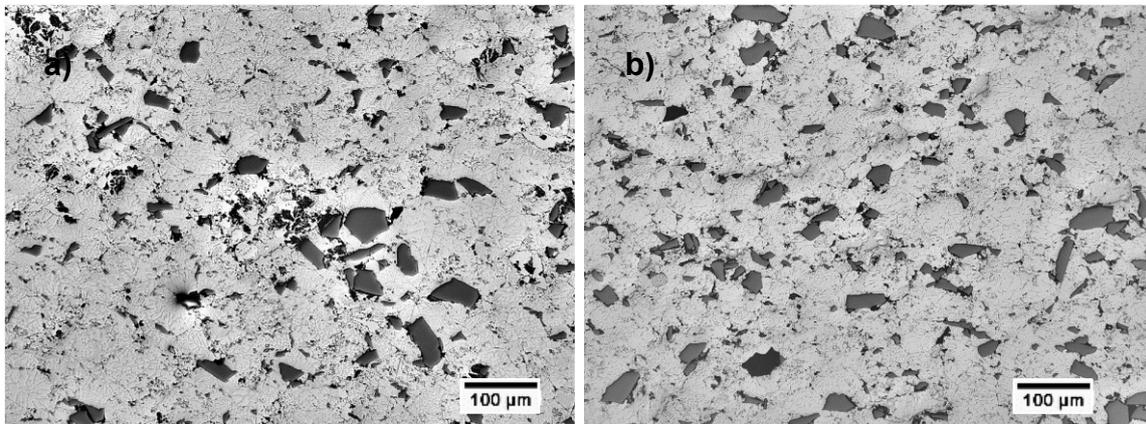


Abbildung 3-42 – Mikroskopische Aufnahmen der Gefüge der Halbzeuge mit einer Ausgangspulverhöhe von a) 10 mm und b) 30 mm

Die Radiographien (in Abbildung 3-43 unten) stellen den Zustand zu Beginn (2 s), erste Blasenbildung (70 s), maximale Expansion (222 s) und nach der Erstarrung (324 s) dar. Es ist zu erkennen, dass neben dem ersten, schon wieder zusammengefallenen Riss, der für den ersten Sprung in der Expansionskurve verantwortlich ist, sich kaum bemerkbare Blasen im oberen und unteren Randbereich bilden. Auf den späteren Bildern ist ein dichterer (dunklerer) Bereich am Boden der Probe zu sehen sowie eine etwas dichtere Hülle um die gesamte Probe. Die Struktur der Blasen ist relativ konstant im Bereich von 1-2 mm Durchmesser.

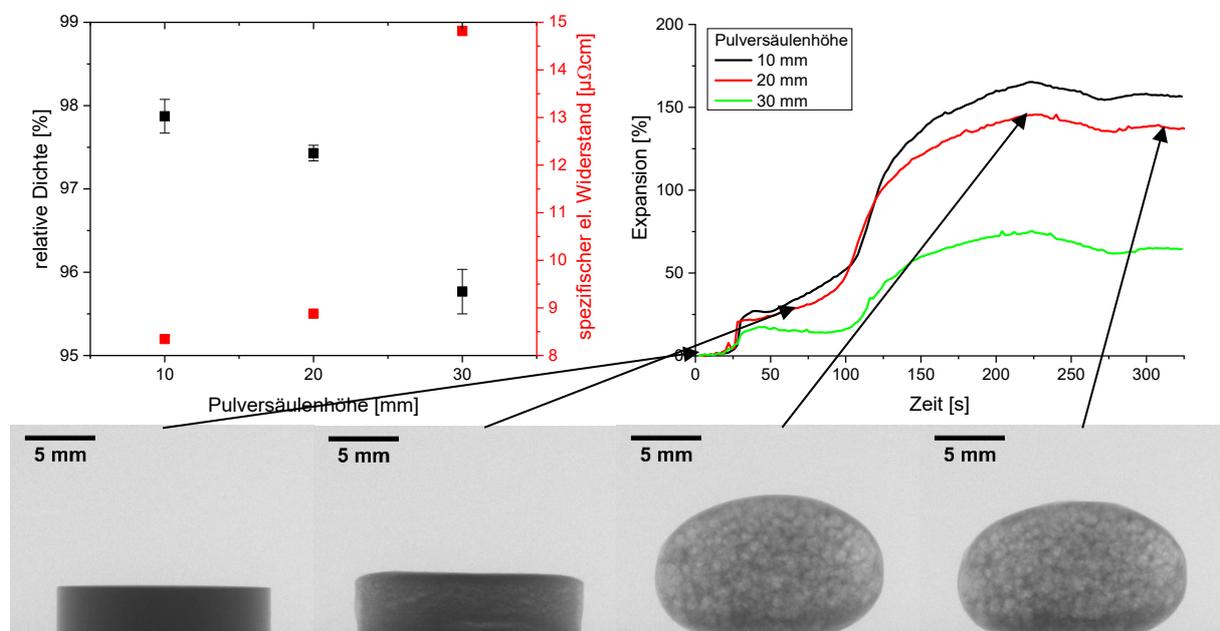


Abbildung 3-43 – Relative Dichten und elektrischer Widerstand (links) sowie die Expansionskurven (rechts) der Proben mit Ausgangspulverhöhen von 10, 20 und 30 mm. Zusätzlich sind im unteren Bereich die Radiographien verschiedener Stadien für die Probe mit 20 mm dargestellt: Ausgang, erste Blasenbildung (70 s), max. Expansion (222 s) und nach Erstarrung.

3.4.1.2. Zeitvariation

Als nächster Schritt ist die Dauer der Kompaktierung variiert worden. Dazu ist von den vorhergehenden Ergebnissen die Menge von 5 g ausgewählt und die Presskraft bei 115 MPa belassen worden.

In Abbildung 3-44 (links) ist der Spannungsverlauf für die Proben zu sehen, die für eine Dauer von 6,3 min bis hin zu 25 min kompaktiert wurden. Der steile Abfall auf ungefähr 1,5 V tritt hier für alle Proben nach ca. 15 s ein. Der Verlauf über die restliche Zeit ist nahezu gleich, lediglich die Probe, die für 6,3 min kompaktiert wurde, ist um -0,1 V verschoben. Die Kompaktierung wurde in aufsteigender Zeit bei diesen Spannungen abgebrochen: 0,89 V, 0,87 V, 0,79 V und 0,76 V.

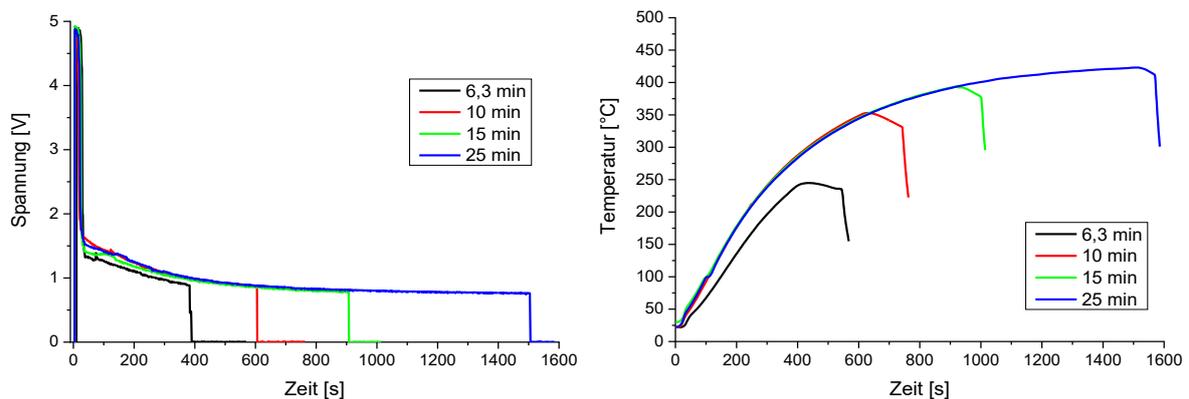


Abbildung 3-44 – Spannungs- (links) und Temperaturverlauf (rechts) über die Zeit während des Pressvorganges von 5 g Pulver und 115 MPa Presskraft mit unterschiedlicher Dauer der Kompaktierung.

Eine Abweichung der 6,3 min-gespressten-Probe ist auch im Temperaturverlauf (Abbildung 3-44 rechts) der Kompaktierung zu erkennen, denn deren Steigung ist etwas flacher und erreicht im Maximum nur 245 °C. Zu diesem Zeitpunkt haben die anderen Proben, deren Temperaturen annähernd gleich ansteigen, 290 °C bereits überschritten. Deren Maximaltemperaturen am jeweiligen Versuchsende sind 353 °C (10 min), 394 °C (15 min) und 423 °C (25 min).

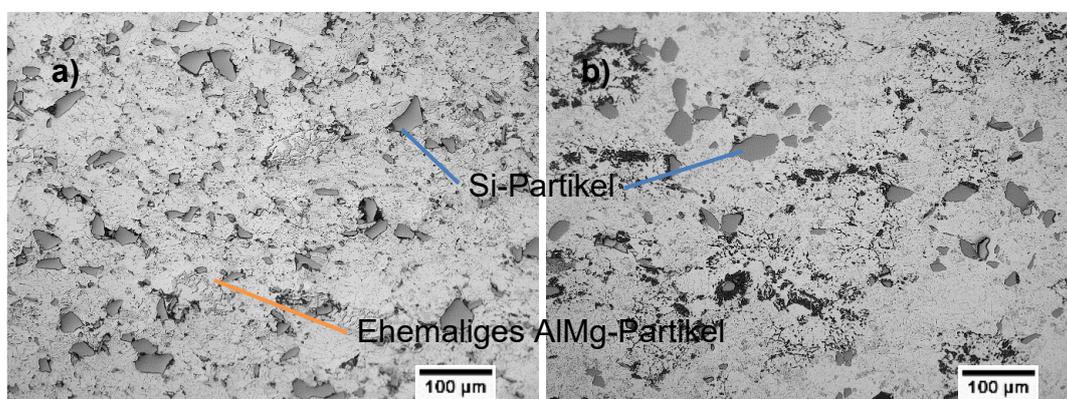


Abbildung 3-45 – Mikroskopische Aufnahmen der Halbzeuge: a) 6,3 min CAPAD mit 115 MPa, b) 25 min CAPAD mit 115 MPa.

Die Verläufe der Presskraft sind einander sehr ähnlich. Die einzige Besonderheit besteht darin, dass für die Probe, die für 25 min gepresst wurde, nach ca. 14 min nicht

mehr nachgeregelt werden musste. Die Kraft steigt ohne äußere Einwirkung um 1,2 kN an, ähnlich wie im vorhergehenden Unterkapitel die Probe mit der Pulverausgangshöhe von 10 mm. Der Ansatz zum Ansteigen der Kraft ist auch im Verlauf der Probe, die 15 min kompaktiert wurde, zu erahnen. Der Verlauf sinkt für die letzten 60 s nicht mehr ab.

Auf den mikroskopischen Aufnahmen in Abbildung 3-45 ist zu erkennen, dass die AlMg50-Partikel lediglich in der 6,3 min kompaktierten Probe zu vermuten sind und in allen länger kompaktierten Proben ihre ehemalige Position nur noch durch die netzartigen Strukturen zu erahnen sind. Die für 25 min mittels CAPAD kompaktierte Probe (b) ist zudem merklich stärker mit Ausscheidungen durchzogen.

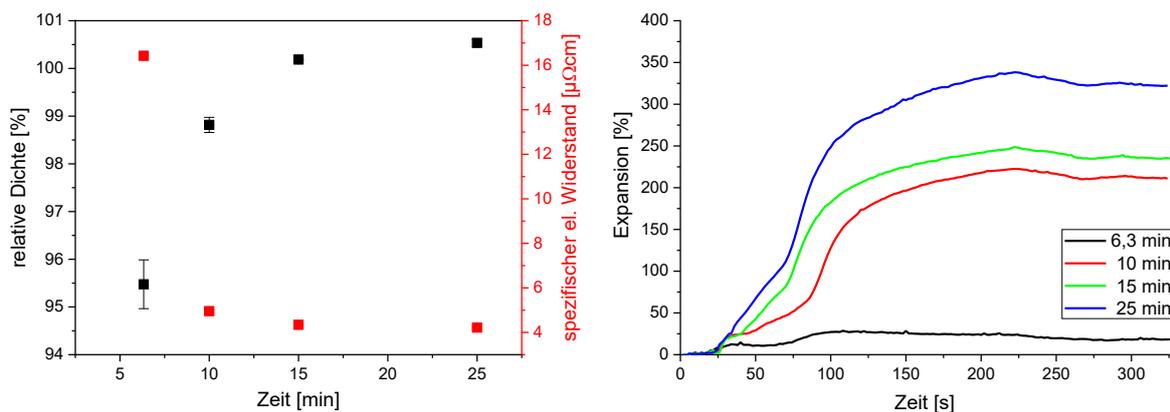


Abbildung 3-46 – Relative Dichte und elektrischer Widerstand (links) sowie die Expansionskurven (rechts) der Proben mit unterschiedlicher Kompaktierungsdauer geschäumt bei 650 °C.

Die Probe, die 25 min kompaktiert wurde, erreichte eine gemessene relative Dichte von 100,5 %. Für kürzere Zeiten sind die Dichten geringer: bei der 10 min-gespressten Probe wird noch 98,8 % erreicht, wohingegen die 6,3 min kompaktierte Probe nur auf 95,4 % kommt (siehe auch Abbildung 3-46 links). Der elektrische Widerstand im Halbzeug fällt mit der Kompaktierungsdauer deutlich ab bis hin zu einem Grenzwert: nach der 6,3 min Pressung sind es 16,4 $\mu\Omega\text{cm}$, nach 10 min nur noch 5,0 $\mu\Omega\text{cm}$ und nach 25 min 4,2 $\mu\Omega\text{cm}$.

Beim Aufschäumen erreicht die am längsten kompaktierte Probe die höchste Expansion von 340%, gefolgt von 250 % und 220 % für die 15 min bzw. 10 min gepresste Probe (vergleiche Abbildung 3-46 rechts). Auch diese maximalen Expansionen sind erst am Ende der Haltezeit erreicht. Das 6,3 min-lang kompaktierte Halbzeug erreicht nur eine Expansion von 29 %. In Abbildung 3-47 ist zu erkennen, dass sich in der Mitte der Probe eine einzelne Reihe an Blasen gebildet hat. Im Randbereich sind keine zu erkennen. Auf den Radiographiebildern ist zudem zu erkennen, dass die Halbzeuge beim ersten Sprung in der Expansionskurve Risse entwickeln, welche später zur größeren Blasen werden. Besonders bei der Probe, die für 25 min gepresst wurde, ist es in Abbildung 3-47 deutlich auf dem Bild nach 60 s und auch noch auf dem Bild der Maximalexpansion zu sehen. Die Abbildung zeigt auch, dass die Proben, die eine größere Expansion als 200 % haben, keinen Bereich einer dichteren Hülle zeigen. Bei ihnen sind aber auch augenscheinlich mit zunehmender Kompaktierungsdauer die Blasen etwas größer.

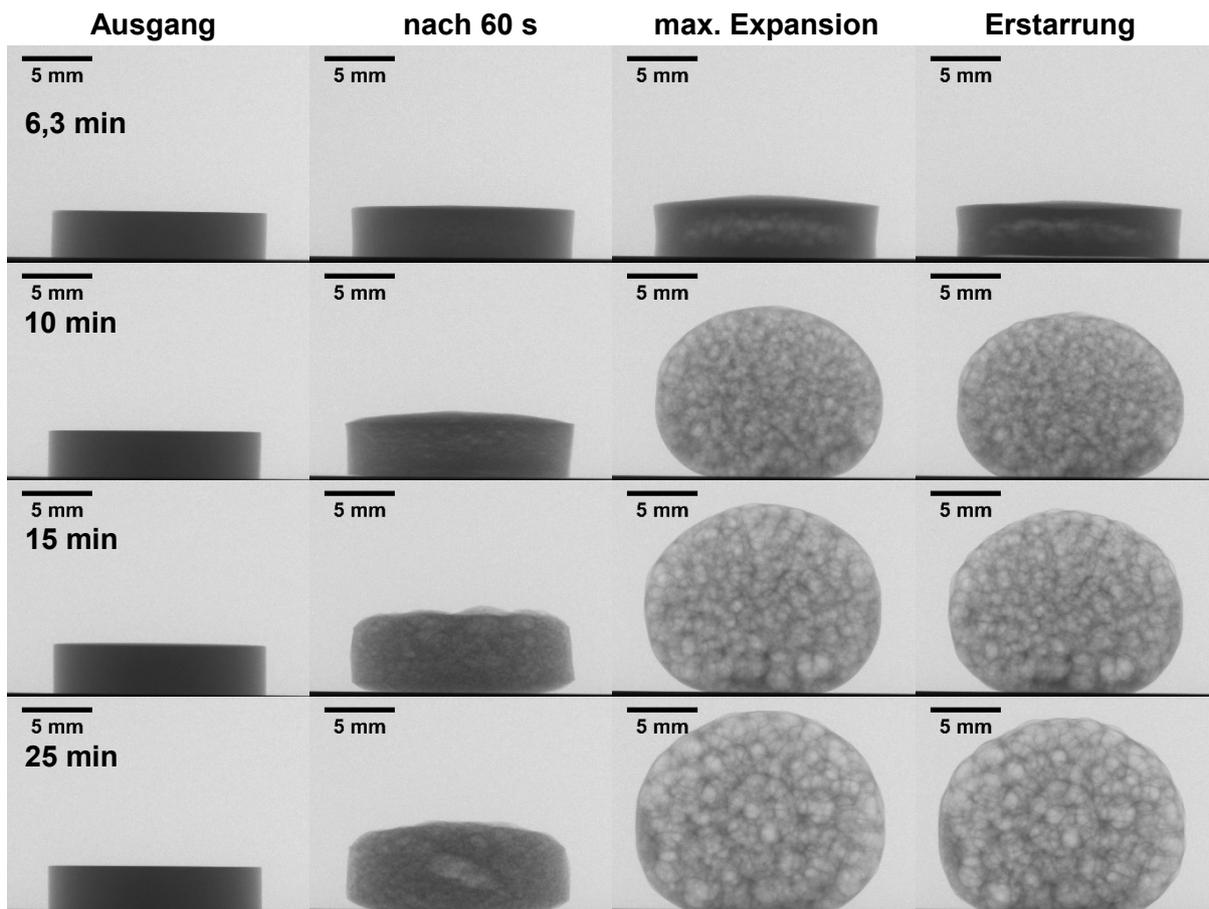


Abbildung 3-47 – Radiographien zu verschiedenen Stadien während des Schäumens der Proben, die unterschiedlich lange bei 115 MPa Presskraft kompaktiert wurden.

In Abbildung 3-48 sind die Verläufe der Porosität und der Blasendichte in dem ersten Entwicklungsstadium für die Proben dargestellt, die für 10, 15 und 25 min mittels CAPAD kompaktiert wurden. Es ist deutlich zu sehen, dass sie alle einen ähnlichen Verlauf haben. Die für 10 min kompaktierte Probe weist aber schon zu Beginn mehr Blasen auf, so sind es hier 250 mm^{-3} im Gegensatz zu 100 mm^{-3} . Nach 80 s, was einer Temperatur von $\sim 510 \text{ }^\circ\text{C}$ an der Tigeloberfläche entspricht, beginnt die Blasendichte um knapp 1600 Blasen/mm^3 zu steigen. Das Einsetzen der Zunahme sowie das Erreichen des Maximums in der Blasendichte ist je nach Kompaktierungsdauer leicht unterschiedlich. So ist bei einer längeren Kompaktierung das Einsetzen der Zunahme jeweils um ca. 1 s verzögert, während das Maximum um jeweils 0,5 s zu früheren Zeiten verschoben ist. Die Porosität verhält sich für die drei Proben bis 105 s vollkommen gleich und variiert dann leicht – je nachdem ob sich eine große Blase im betrachteten Volumen befindet.

In den Darstellungen der Poren ist zu sehen, dass sich zu Beginn die Blasen besonders dicht in bestimmten Gebieten bilden, sowohl in der 10 min als auch in der 25 min kompaktierten Probe. Nach 5 s ist dann aber das gesamte Volumen gefüllt und es bilden sich einige Risse. Diese entspringen in der Regel der Position, an der sich auch die ersten Poren gebildet haben.

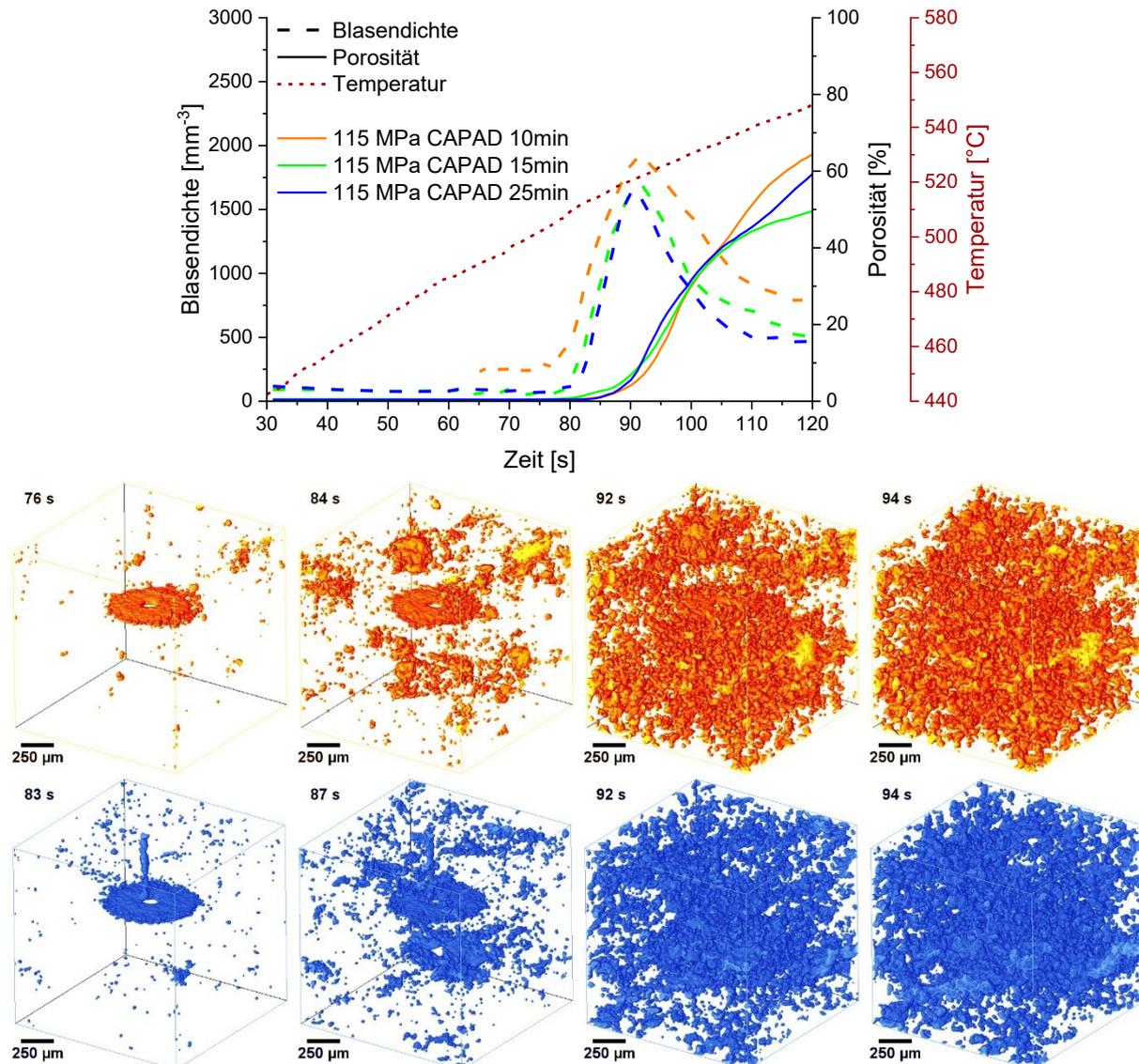


Abbildung 3-48 – Verlauf der Porosität und Blasendichte für die Halbzeuge, die mittels CAPAD mit 115 MPa für unterschiedliche Zeitdauern kompaktiert wurden. Zusätzlich sind aus den Rekonstruktionen die segmentierten Poren für eine Porosität von 0,5, 2, 10 bzw. 15 % für die Pressdauer 10 min (in orange, oben) und 25 min (in blau, unten) dargestellt. Aufgenommen mit max. 10 tps. (15 min Pressdauer ist in Abbildung 3-54 dargestellt)

3.4.1.3. Druckvariation

Als letzter Parameter sind hier nun die Ergebnisse für unterschiedliche Presskräfte beschrieben. Dabei ist die Einwaage von 5 g Pulver und die Kompaktierungsdauer von 15 min nicht verändert worden.

Im Spannungs- und Temperaturdiagramm (Abbildung 3-49 links) fällt besonders auf, dass für die Probe, die mit 28 MPa kompaktiert wurde, der Spannungsabfall und somit das Erreichen der maximalen Stromstärke erst nach 200 s stattfindet. Die dazugehörige Temperatur, die vor dem Sprung eine wesentlich flachere Steigung ($\sim 0,3$ K/s) hat als die anderen drei Proben ($\sim 0,8$ K/s), steigt danach im Vergleich stärker an. So sind die Temperaturen nach den 15 min Pressdauer annähernd gleich: 403 °C (28 MPa), 397 °C (57 MPa), 394 °C (115 MPa) und 393 °C (172 MPa). Im Presskräfteverlauf (Abbildung 3-49 rechts) ist die Kurve der mit 172 MPa

kompaktierten Probe ungewöhnlich, da sie, nachdem sie auf 172 MPa erreicht hat, stetig bis zum Ende weiter steigt.

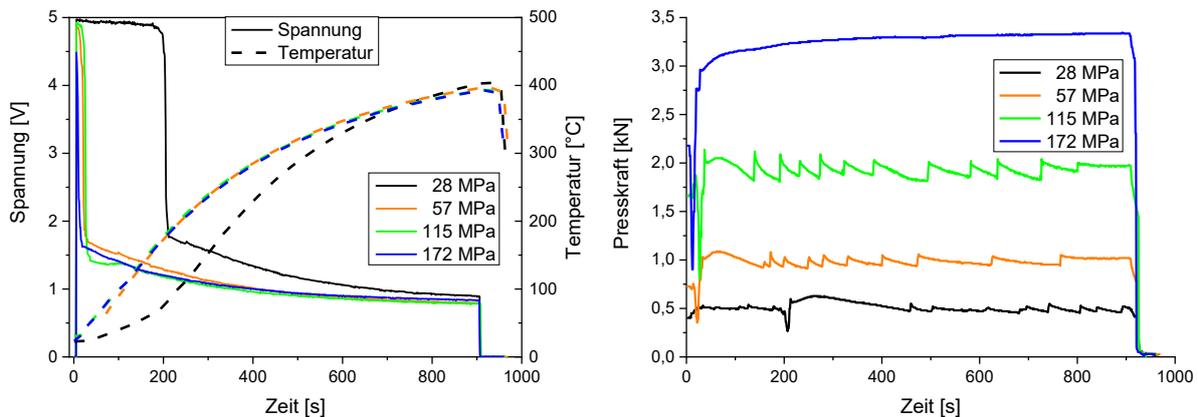


Abbildung 3-49 – Spannungs- und Temperatur- (links) sowie Presskraftverlauf (rechts) über die Zeit während des Pressvorganges mit unterschiedlichen Presskräften, bei einer Einwaage von 5 g und Kompaktierungsdauer von 15 min.

In Abbildung 3-50 sind die Aufnahmen der polierten Schiffe der Halbzeuge dargestellt. Die beiden Mikrostrukturen sind einander sehr ähnlich. Es ist in beiden keine nennenswerte Porosität zu erkennen. Ebenso sind keine AlMg50-Partikel zu erkennen.

In dieser Versuchsreihe erreicht das mit 57 MPa kompaktierte Halbzeug die höchste Dichte von 100,2 %. Bei höheren Pressdrücken fällt diese nur leicht ab auf 100,0 % für die mit 172 MPa gepresste Probe. Die mit 28 MPa kompaktierte Probe erreicht nur 99,1 % der theoretischen Dichte. Der elektrische Widerstand zeigt ein Minimum von 4,3 $\mu\Omega\text{cm}$ bei 57 MPa. Die lokalen Höchstwerte sind bei 172 MPa Presskraft mit 4,6 $\mu\Omega\text{cm}$, bzw. 4,4 $\mu\Omega\text{cm}$ bei 28 MPa. All das ist auch links in Abbildung 3-51 zu sehen.

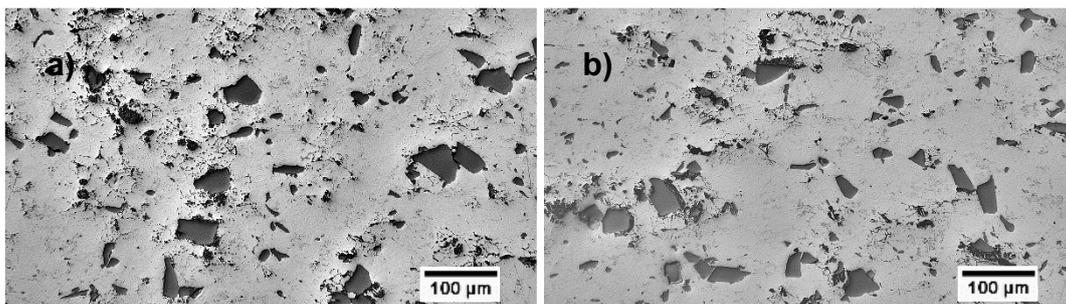


Abbildung 3-50 – Mikroskopische Aufnahmen der Halbzeuge: a) 15 min CAPAD mit 28 MPa, b) 15 min CAPAD mit 170 MPa.

Bei der Härtemessung ergibt sich für das mit 115 MPa kompaktierte Halbzeug eine Härte von 46 HV 0,1/20. Diese steigt dann mit fallenden Kompaktierungsdruck auf 52 HV 0,1/20 für 57 MPa und 62 HV 0,1/20 für 28 MPa.

Rechts in Abbildung 3-51 sind die Expansionskurven der Proben beim Schäumen dargestellt. Die erste Nukleation ist bei allen Schäumen etwas unterschiedlich. Die mit 172 MPa kompaktierte Probe springt in der Expansion auf 30 % um zunächst langsam, dann schneller werdend zu expandieren. Nach 120 s schwächt sich das Wachstum

ab, um dann nahezu linear und parallel zu den anderen Kurven bis zum Maximum von 280 % zu verlaufen. Die Kurve der Probe, die mit 28 MPa gepresst wurde, enthält keinen Sprung, sondern steigt bis 50 s kontinuierlich und danach stärker an. Die Maximalexpansion beträgt 240 %. Die Proben, die mit 57 MPa bzw. 115 MPa kompaktiert wurden, schäumen sehr ähnlich zueinander auf und die Verläufe bilden eine Zwischenform zu den eben beschriebenen: Es ist ein Sprung vorhanden, aber die Expansion verlangsamt daraufhin nicht so stark. Es wird allerdings ebenfalls nur eine Maximalexpansion von 230 % bzw. 250 % erreicht.

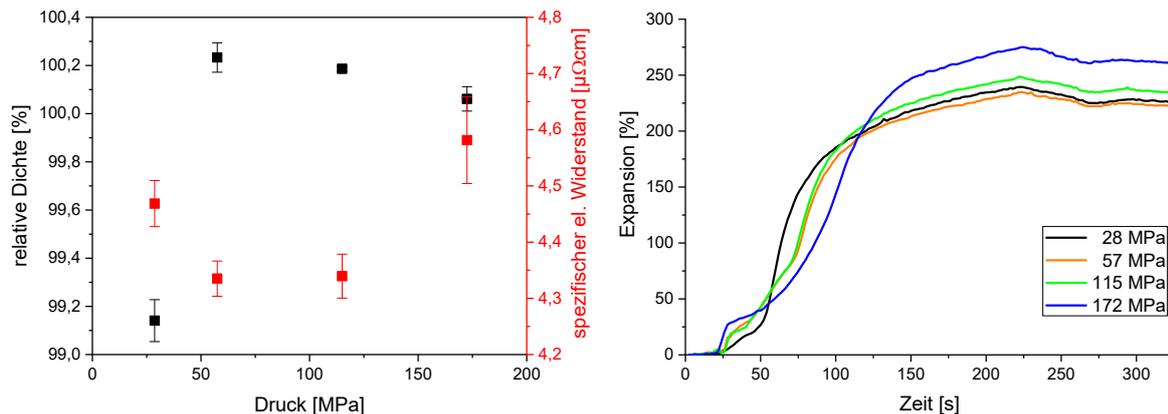


Abbildung 3-51 – Relative Dichten und elektrischer Widerstand (links) sowie die Expansionskurven beim Schäumen (650 °C) (rechts) der Proben, die mit verschiedenen Presskräften kompaktiert wurden.

Auf den Radiographiebildern, die in Abbildung 3-52 dargestellt sind, sind für die Probe, die mit 28 MPa verdichtet wurde, keine merklichen Risse während der Nukleation zu bemerken. Die Nukleation des Halbzeuges, das mit 57 MPa bzw. 115 MPa kompaktiert wurde, verursacht deutlich kleinere Risse, allerdings recht gleichmäßig über das Halbzeug verteilt. Am Boden sammelt sich jeweils etwas Flüssigkeit. Beim Aufschäumen der mit 172 MPa gepressten Probe bilden sich größere Risse verstärkt in einem Bereich.

Da die Poren auf den Radiographien unterschiedlichen groß erscheinen, ist die Porengröße für zwei Proben analysiert worden. Die Verteilung ist in Abbildung 3-53 gezeigt. Die Probe, deren Halbzeug mit 115 MPa kompaktiert wurde, hat einen durchschnittlichen Porendurchmesser von $1,9 \pm 0,3$ mm. Die größte Pore ist kleiner als 3,8 mm im Durchmesser. Durch eine Kompaktierung mit 28 MPa zum Halbzeug haben die Poren der resultierenden Probe einen mittleren Durchmesser von $2,5 \pm 0,4$ mm und keine ist größer als 3,2 mm.

Die Blasenentwicklungsuntersuchungen an der TOMCAT wurden nur an den Proben durchgeführt, die mit 57 MPa bzw. 115 MPa kompaktiert wurden, siehe Abbildung 3-54. Auch hier ist der Verlauf der Blasendichte für beide Proben sehr ähnlich. Die Kurve, der mit 57 MPa verdichteten Probe, ist jedoch um 9 s verschoben. Das macht einen Temperaturunterschied von ca. 5 K aus. Die maximale Blasendichte ist mit 1600 mm^3 auch um 100 Blasen geringer als bei der mit 115 MPa kompaktierten Probe. Der Porositätsverlauf der mit 57 MPa verdichteten Probe, die bis 110 s eine verschobene Kopie, der mit 115 MPa kompaktierten Probe ist, flacht an diesem Punkt wesentlich stärker ab.

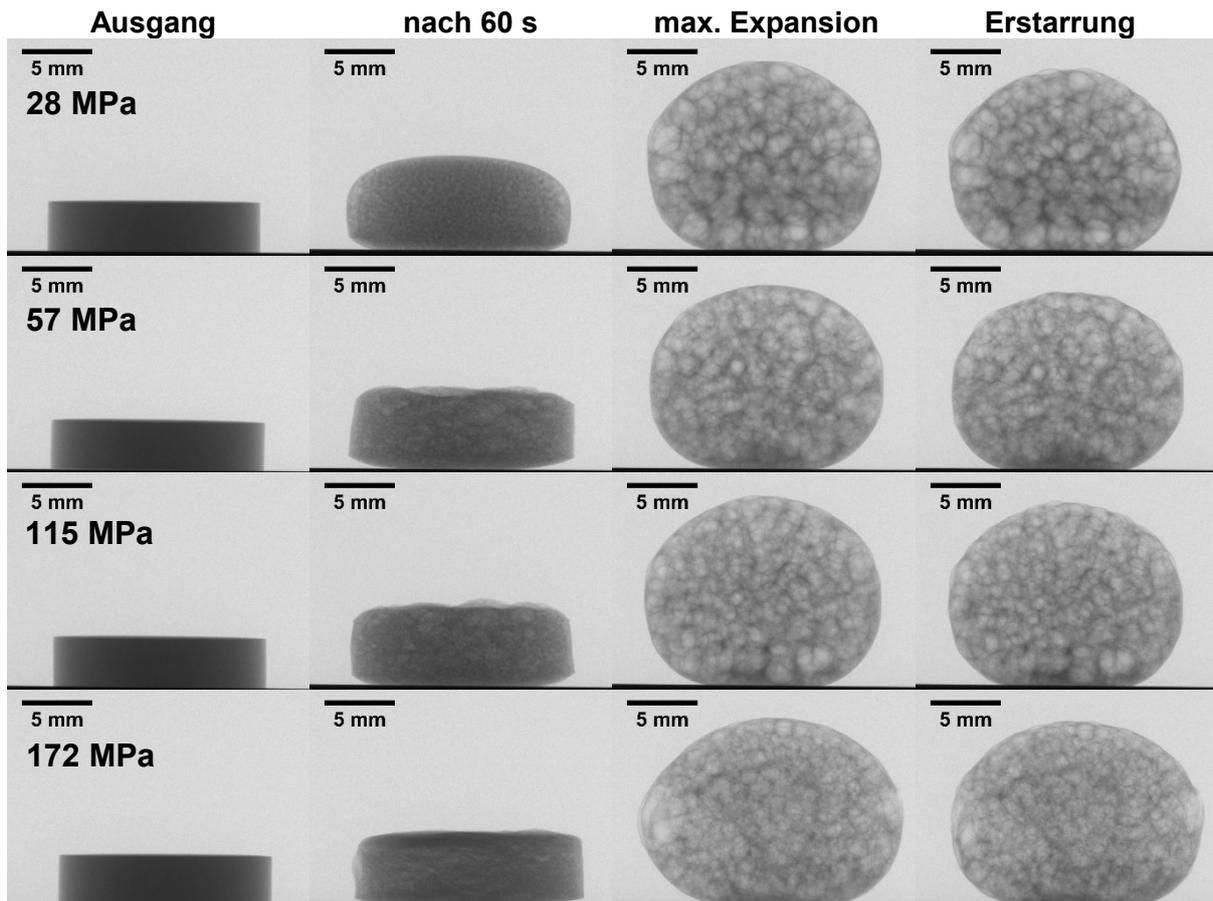


Abbildung 3-52 – Radiographien zu verschiedener Stadien während des Schäumens der Proben, die mit verschiedenen Presskräften für 15 min kompaktiert wurden.

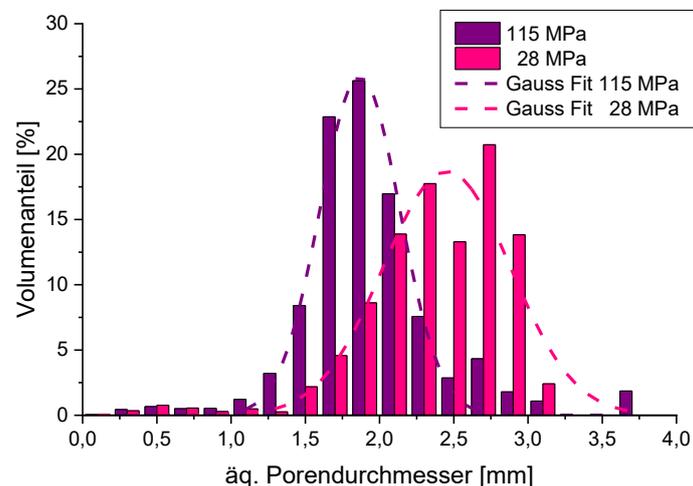


Abbildung 3-53 – Volumengewichtete Porengrößenverteilung in den erstarrten Proben, deren Halbzeug mit 115 MPa bzw. 28 MPa kompaktiert wurde.

Aus den Rekonstruktionen der segmentierten Poren ist zu erkennen, dass sich die Blasen wieder in ausgewählten Bereichen zuerst bilden. Diese Bereiche sind aber teilweise flächig sehr ausgedehnt. In der Probe, die mit 57 MPa kompaktiert wurde (in Abbildung 3-54 die orangene Reihe), sieht man im unteren Bereich ein Band an Blasen, welches sich über mehr als 1,2 mm Länge hinzieht. Bei der mit 115 MPa verdichteten Probe (in grün) ist es fast der ganze obere Bereich des betrachteten

Volumens. Dieses ist aber lediglich der Beginn. Innerhalb von 5 s nukleieren im gesamten Volumen Blasen und füllen es recht gleichmäßig aus. Im weiteren Verlauf ist in der orangenen Reihe zu erkennen, dass sich an dem Ort des ehemaligen Blasenbandes eine große längliche Blase ausbildet. Bei den in grün dargestellten Rekonstruktionen kann das nicht überprüft werden, da dieser Bereich durch ein Verrutschen der Probe aus dem Beobachtungsfenster nicht mehr betrachtet werden kann.

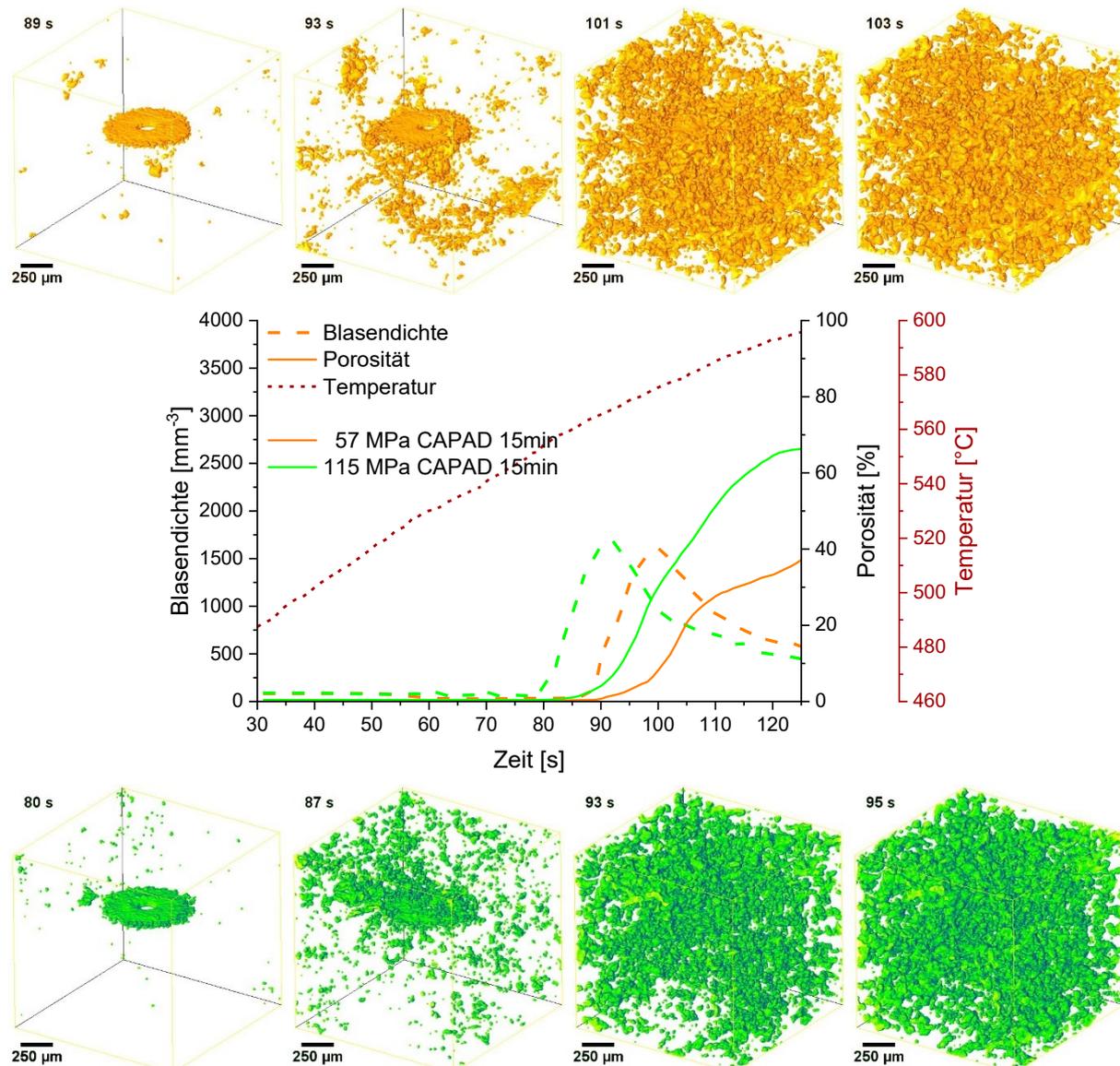


Abbildung 3-54 – Verlauf der Porosität und Blasendichte für die Halbzeuge, die mittel CAPAD für 15 min mit 57 MPa und 115 MPa kompaktiert wurden. Zusätzlich sind aus den Rekonstruktionen die segmentierten Poren für eine Porosität von 0,5, 2, 10 bzw. 15 %, Pressdauer 57 MPa (in orange, oben) und 115 MPa (in grün, unten), dargestellt. Aufgenommen mit max. 10 tps.

Bei der Analyse der Form der Blasen ergeben beide Proben ein ähnliches, sodass hier die Auswertung für die mit 115 MPa kompaktierte Probe in Abbildung 3-55 dargestellt ist. Die Sphärizität der sich bildenden Blasen liegt zu Beginn bei ungefähr 0,5. Im Verlauf der Nukleation und zu Beginn der Expansion verschiebt sich das Maximum der Häufigkeitsverteilung zu 0,72, die Form wird eher kugelig. Die Häufigkeitsverteilung der Orientierung der Blasen wird in diesem Zeitraum etwas

enger, hauptsächlich ist die längste Achse der Blase aber senkrecht zur z-Achse ausgerichtet.

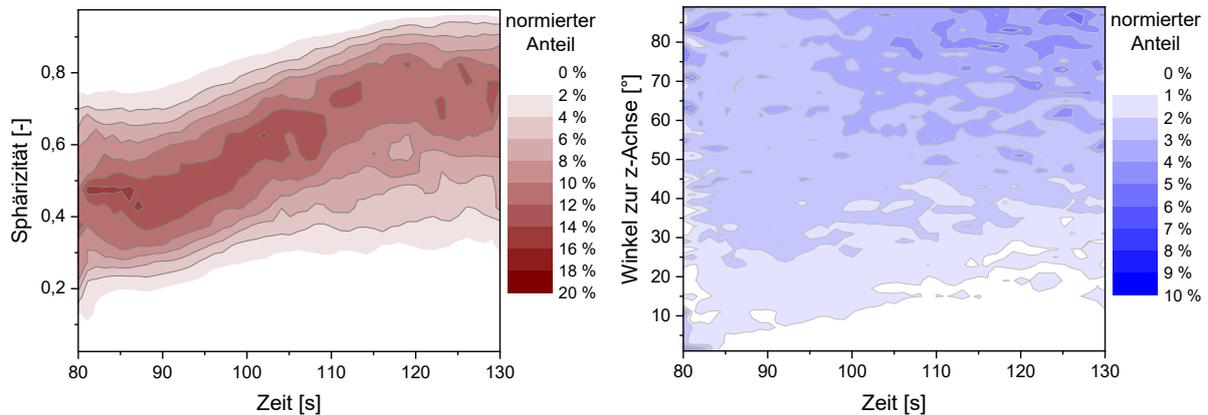


Abbildung 3-55 – Analyse der Porenform für die Probe, deren Halbzeug mit CAPAD bei 115 MPa verdichtet wurde: links: Häufigkeitsverteilung der Sphärizität und rechts: Häufigkeitsverteilung des Winkels zur z-Achse

3.4.2. Leitende Pressform

Es ist auch möglich, dass der Strom auch durch die Stahlform fließen kann und nicht mittels eines Isolators durch das Pulver gezwungen wird. Dafür ist eine Versuchsreihe durchgeführt worden, in der die Einwaage von 5 g sowie, soweit möglich, die Pressdauer von 15 min konstant gelassen und die Presskraft variiert wurde.

Bei den Kompaktierungen in der Stahlform hat die aufgebrachte Kraft einen deutlichen Einfluss auf die erreichte Temperatur der Stahlform. Diese ist aufgetragen in Abbildung 3-56. So werden bei der Pressung mit 115 MPa in der Probe 440 °C erreicht, bei 57 MPa sind es 475 °C und bei 28 MPa werden nach 15 min gemessen. Die Kompaktierung mit 17 MPa wurde sicherheitshalber nach 11 min abgebrochen, da abzusehen war, dass 500 °C deutlich überschritten würden. Zu diesem Zeitpunkt waren schon 488 °C erreicht (zum Vergleich bei 28 MPa: 466 °C).

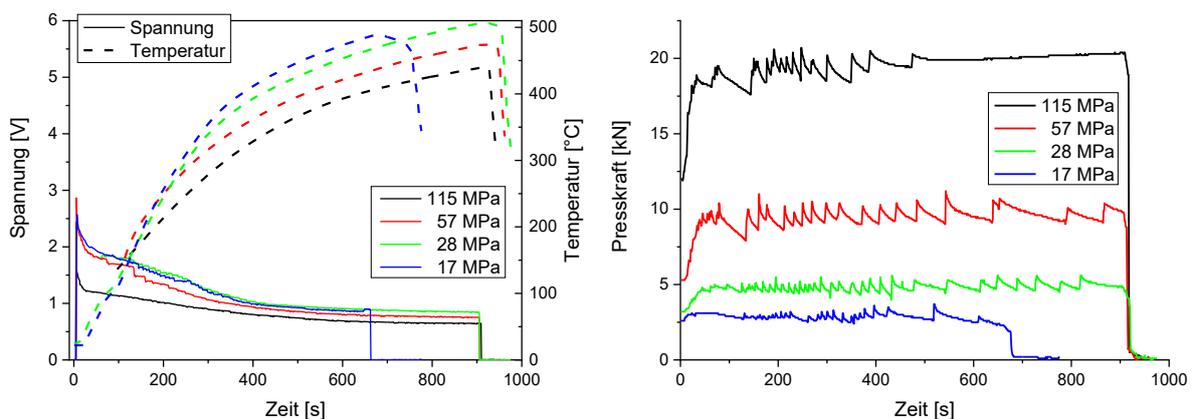


Abbildung 3-56 – Spannungs- und Temperatur- (links) sowie Presskraftverlauf (rechts) über die Zeit während des Pressvorganges mit unterschiedlichen Presskräften in der leitenden Form, bei einer Einwaage von 5 g und Kompaktierungsdauer von 15 min.

Die zwischen den Kupferstempeln gemessene Spannung erreicht bei den Pressvorgängen nicht 5 V, sondern hat eine Spitze von unter 3 V und fällt dann stetig

ab. Am Ende der 15 min besteht noch eine Spannung von 0,84 V bei der 28 MPa Pressung, sowie 0,75 V bei 57 MPa und 0,64 V bei 115 MPa. Die Spannungsverläufe haben eine stufenartige Form, welche besonders zwischen 50 und 200 s auszumachen ist. Am deutlichsten ist es für die Probe zu sehen, die mit 57 MPa verdichtet wurde (siehe Abbildung 3-56, rote Linie). Jede Stufe fällt mit einem Nachregelungsschritt der Presskraft zusammen. Bei den Presskraftverläufen ist nach ca. 150 s eine Phase häufiger Nachregelungen zu sehen, die abhängig von der Presskraft unterschiedlich lange anhält. Bei der Pressung mit 115 MPa ist zum Ende wieder eine Phase des selbständigen Ansteigens der Kraft zu bemerken.

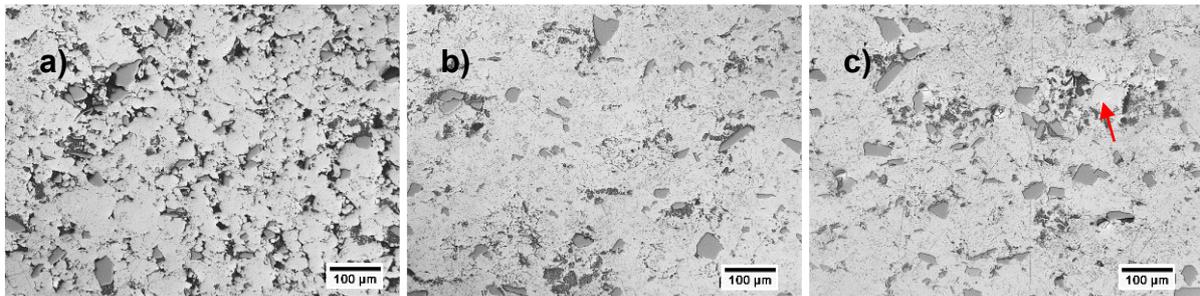


Abbildung 3-57 – Mikroskopische Aufnahmen der Halbzeuge die mit CAPAD für 15 min in der leitenden Form mit unterschiedlichen Presskräften kompaktiert wurden: a) 17 MPa, b) 28 MPa und c) 115 MPa

Auf den ausgewählten Schlibfbildern sieht man, dass die mit 17 MPa verdichtete Probe (Abbildung 3-57 a) deutlich sichtbare Restporosität aufweist. Auf den Bildern sind keine deutlich abgegrenzten AlMg-Partikel zu sehen, lediglich die schon beschriebene netzartige Struktur und Ansammlungen der dunklen Partikeln weisen auf die Position hin. In c) kann noch eine andere Phase in der Mitte dieser Struktur gefunden werden (hier mit einem roten Pfeil markiert).

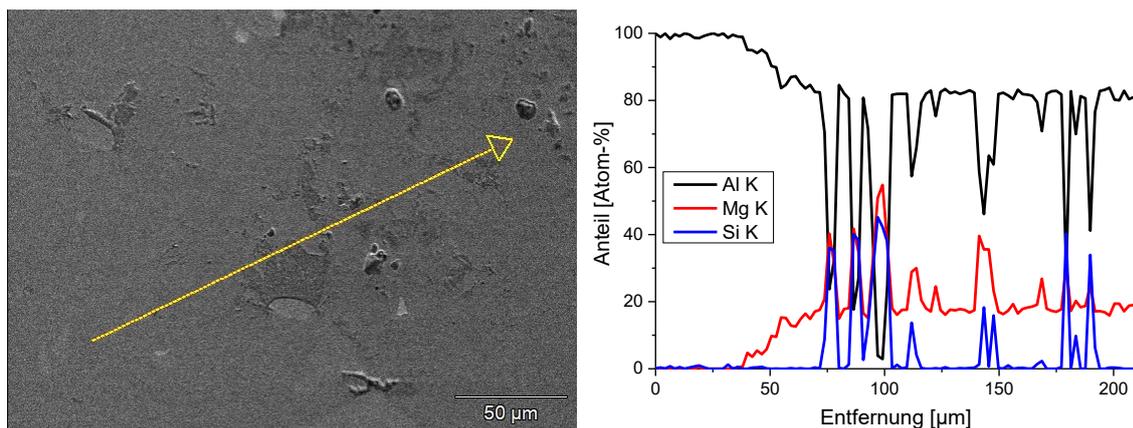


Abbildung 3-58 – REM-Aufnahme des mit 115 MPa gepressten Halbzeuges (links) mit gelb markiertem Weg des EDX-Linienscans, dessen Ergebnis rechts dargestellt ist.

Auch bei einer REM-Untersuchung sind keine AlMg-Partikel zu finden. Auf der Aufnahme der mit 115 MPa gepressten Probe (Abbildung 3-58) ist nur eine gleichmäßige Matrix zu sehen, die immer wieder von etwas dunkleren Bereichen unterbrochen wird. Der Linienscan zeigt jedoch ein magnesiumreiches Gebiet, das im Bild nicht auszumachen ist. Der Mg-Anteil beträgt hier fast 20 Atom-%. In diesem

Gebiet sind auch die dunklen Bereiche enthalten, die sich als eine Mg und Si reiche Phase herausstellen. Die Aluminiummatrix zeigt nach diesen Messungen auch unlegierte Bereiche.

Die nach 11 min abgebrochene Probe erreicht eine relative Dichte von 92,8 % und somit die niedrigste aller mittels CAPAD hergestellter Proben. Das Halbzeug, das mit 28 MPa kompaktiert wurde, hat eine relative Dichte von 100,0 %. Die Pressungen mit 57 MPa bzw. 115 MPa ergeben leicht niedrigere Dichten mit 99,3 bzw. 99,4 %. Der elektrische Widerstand zeigt ein Minimum. Es liegt mit $4,3 \mu\Omega\text{cm}$ bei 57 MPa. Die mit 17 MPa und 115 MPa verdichteten Proben zeigen einen fast gleichen elektrischen Widerstand von $5,7 \mu\Omega\text{cm}$. Der gemessene Härtewert an der Aluminiummatrix beträgt für die mit 115 MPa kompaktierte Probe $43,7 \pm 6,5 \text{ HV } 0,1/20$ und für die mit 28 MPa kompaktierte Probe $65,6 \pm 8,7 \text{ HV } 0,1/20$.

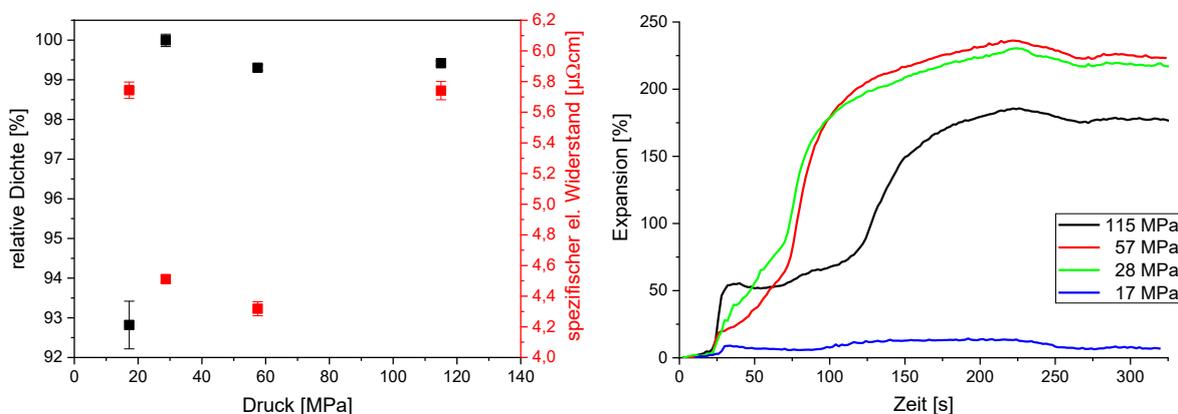


Abbildung 3-59 – Relative Dichten und elektrischer Widerstand (links) sowie die Expansionskurven beim Schäumen (650°C) (rechts) der Proben, die mit verschiedenen Presskräften in der leitenden Form kompaktiert wurden.

Wie rechts in Abbildung 3-59 dargestellt, ist mit zunehmender Presskraft der Sprung zu Beginn der Nukleation größer und das Blasenwachstum anschließend gehemmter. Bei der Probe, die mit 115 MPa verdichtet wurde, stagniert der Verlauf kurzzeitig. Sie erreicht dann eine maximale Expansion von 190 %. Die mit 28 MPa gepresste Probe expandiert beim Schäumen am gleichmäßigsten und erreicht eine Flächenvergrößerung von 230 %. Die Probe, die mit 57 MPa kompaktiert wurde, zeigt eine Zwischenstufe zu den eben beschrieben und erreicht eine maximale Expansion von 240 %.

Auf den radiographischen Aufnahmen in Abbildung 3-60 ist zu erkennen, dass der große Sprung in der Expansionskurve der mit 115 MPa gepressten Probe durch einen großen Riss verursacht wird, der durch die halbe Probe geht. Anders als bei den bisher betrachteten Proben, als diese Risse zu größeren Blasen führen, schließt sich der Riss wieder und an der Stelle entsteht im späteren Schaumstadium ein Bereich erhöhter Absorption, also mehr Material. Dasselbe Phänomen ist auch bei der Probe, die mit 57 MPa kompaktiert wurde, zu beobachten – allerdings in einem etwas kleineren Maßstab. Bei der mit 28 MPa verdichteten Probe entstehen gleichzeitig mehrere und auch wesentlich kleinere Risse. Die entstandenen Blasen während der maximalen Expansion sind erneut etwas größer. Nur bei der mit 115 MPa, in der leitenden Form gepressten Probe sind die kleinen herausgepressten Schmelzetropfen auf der Oberfläche während des Schäumens zu erkennen. Die abgebrochene Probe, die mit

17 MPa gepresst wurde, ist hier nicht abgebildet, da die Expansion nicht durch Blasenbildung, sondern nur durch einen einzelnen, austretenden Schmelzetropfen verursacht wird.

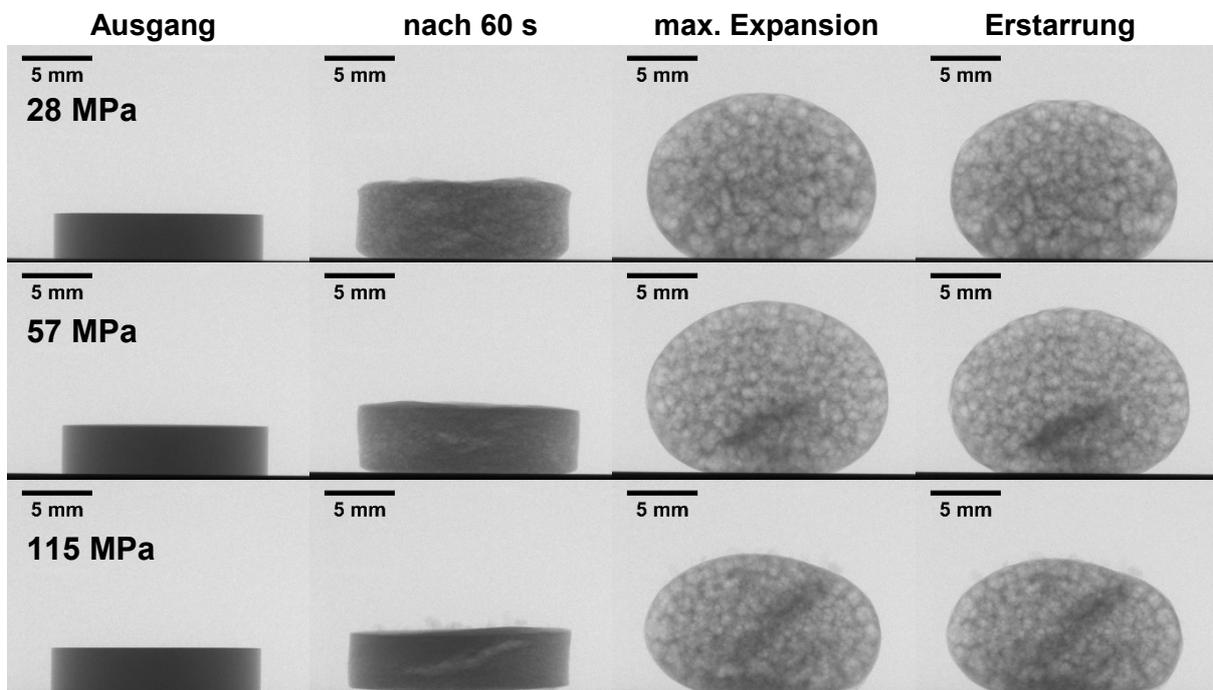


Abbildung 3-60 – Radiographien zu verschiedenen Stadien während des Schäumens der Proben, mit verschiedenen Presskräften in der leitenden Form kompaktiert wurden: Ausgang, nach 60 s, max. Expansion (222 s) und nach Erstarrung.

Zur Quantifizierung der Vergrößerung sind hier ebenfalls die Proben, die mit dem gleichen Kompaktierungsdruck verdichtet wurden, auf ihre Porengrößenverteilung analysiert worden. Das Histogramm ist in Abbildung 3-61 gezeigt. Die Probe, deren Halbzeug mit 115 MPa kompaktiert wurde, hat einen durchschnittlichen Porendurchmesser von $1,3 \pm 0,3$ mm und die größte Pore ist kleiner als 2,2 mm. Durch eine Kompaktierung mit 28 MPa haben die Poren der resultierenden Probe einen mittleren Durchmesser von $1,7 \pm 0,4$ mm und keine ist größer als 3 mm.

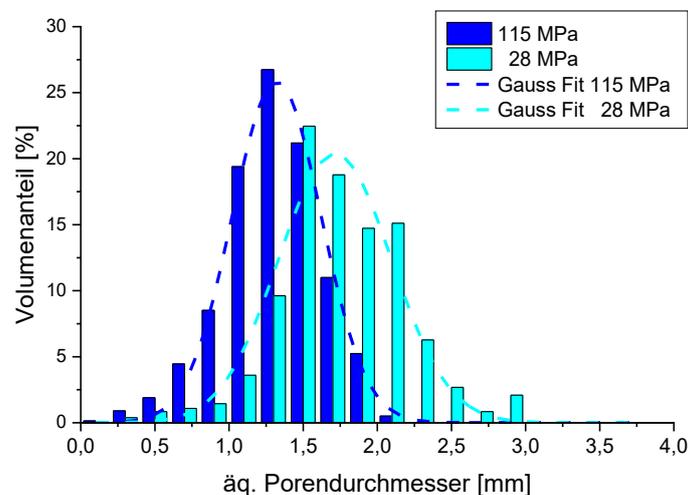


Abbildung 3-61 – Volumengewichtete Porengrößenverteilung in den erstarrten Proben, deren Halbzeug mit 115 MPa bzw. 28 MPa in der leitenden Form kompaktiert wurde.

4. Diskussion

4.1. Konsolidierung

4.1.1. Einfluss der Kompaktierungsvarianten

In dieser Arbeit sind vier verschiedene Kompaktierungsvarianten untersucht worden. Zum besseren Überblick sind die dabei gemessenen Werte für die Dichte und den elektrischen Widerstand in Abbildung 4-1 sowie für die Härtemessung in Abbildung 4-2 dargestellt. Dabei sind für das uniaxiale Pressen ein Mittelwert der für 15 min bei 400 °C hergestellten Proben und CAPAD-Verfahren die Werte der Proben der Druckvariationen einzeln aufgetragen.

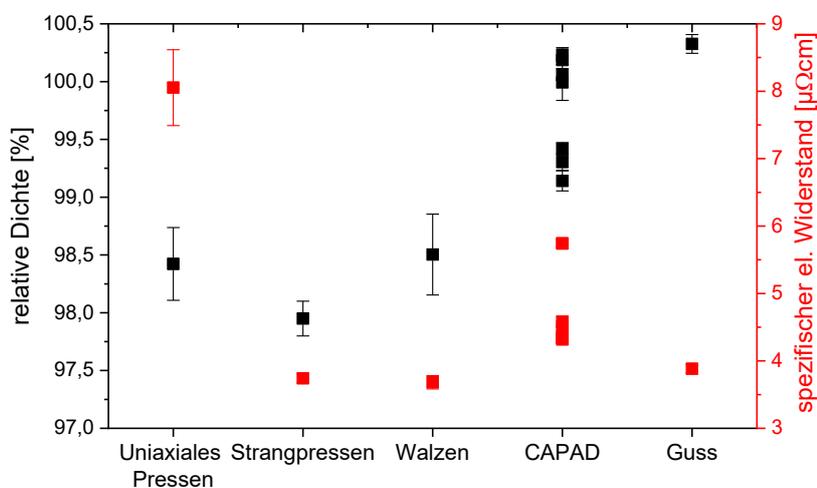


Abbildung 4-1 – Vergleich der relativen Dichte und des elektrischen Widerstandes der AlSi8Mg4-Proben für die unterschiedlichen Kompaktierungsmethoden.

In der Darstellung in Abbildung 4-1 ist zu sehen, dass der spezifische elektrische Widerstand und die Dichte der Proben nicht direkt miteinander gekoppelt sind. Zum Vergleich sind die Werte einer schmelzmetallurgisch hergestellten Probe der Legierung AlSi8Mg4 ohne Treibmittel auch dargestellt. Die Werte für das uniaxiale Pressen, Strangpressen und Walzen sind an Proben gemessen worden, deren Herstellungsparameter sich in langjähriger Praxis als vorteilhaft erwiesen haben. Die Werte können durch die Variation der genutzten Kompaktierungsparameter beeinflusst werden. Beispielsweise wird die Dichte des AlSi8Mg4-Halbzeuges nach dem Strangpressen nicht durch eine Presstemperaturänderung (290-350 °C) verändert [75], wohl aber durch das Abändern der Matrizenform und -größe [76]. Die erzielten Dichten liegen für das Walzen und uniaxiale Pressen in dem Bereich, den *Helwig* als optimal für das Schäumen dieser Legierung angegeben hat [74]. Dieser liegt, umgerechnet auf die in dieser Arbeit benutzte theoretische Dichte, zwischen 98,2 und 99,7 %. Die mit CAPAD kompaktierten Proben liegen am oberen Ende dieses Bereichs bzw. darüber. Sie erreichen sogar fast den Wert der gegossenen Probe.

Beim spezifischen elektrischen Widerstand unterschreiten die Werte der stranggepressten und gewalzten Probe sogar den Wert der gegossenen Probe. Dieses könnte an den vermehrt auftretenden Scherkräften während der

Kompaktierung liegen, die die Oxidhäute brechen und feiner im Gefüge verteilen, und an dem nicht im thermodynamischen Gleichgewicht befindlichen Gefüge. Dadurch gibt es noch Leitungsbahnen durch die Probe mit annähernd unlegiertem Aluminium. Letzteres dürfte auch beim uniaxialem Pressen der Fall sein, jedoch scheint nicht immer die metallische Bindung komplett hergestellt worden zu sein. Das CAPAD-Verfahren, welches bei der mechanischen Belastung der des uniaxialen Pressens entspricht, kann die Hindernisse der Leitfähigkeit trotz des geringeren Drucks soweit reduzieren, dass der el. Widerstand fast den Wert der gegossenen Probe erreicht.

Bezüglich der Härte zeigt sich ein etwas anderes Bild, dargestellt in Abbildung 4-2. Hier hat das uniaxiale Pressen den niedrigsten, das Strangpressen und das Walzen einen etwas höheren Wert bewirkt. An den CAPAD-Proben sind Härtewerte gemessen worden, die -je nach Kompaktierungsdruck- das ganze Spektrum von uniaxial gepressten bis zu gegossenen AlSi8Mg4-Probe zeigen. Die Unterschiede spiegeln sich teilweise im Gefüge wider (vgl. dazu Abbildung 3-2 a, Abbildung 3-32, Abbildung 3-35 und Abbildung 3-57)

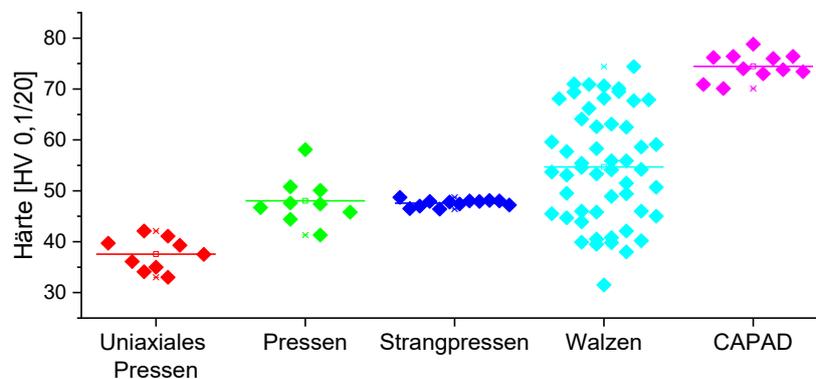


Abbildung 4-2 – Auftragung der Härtemessungen nach Vickers für AlSi8Mg4-Legierung über die unterschiedlichen Kompaktierungsmethoden. Die Achsen in jeder Punktgruppe geben den Mittelwert an.

In einer uniaxial gepressten Probe liegen die AlMg- und Si-Partikel noch großteilig unverformt vor (Abbildung 3-2 a). Das wesentlich weichere Aluminium hat sich um die Partikel gelegt. Durch das Heißpressen ist das Mg teilweise in das Aluminium diffundiert ebenso wie das Silizium. Die Messung ist aber an der großteilig unlegierten Aluminiummatrix etwas entfernt von den AlMg- und Si-Partikeln durchgeführt worden. Nach [77] hat kaltverformtes Aluminium eine Härte von ~32 HV und Reinaluminium mit einer Zulegierung von 0,5 %Mg ~47 HV. Ein geringer Anteil von Magnesium im Aluminium erhöht also die Härte durch eine Mischkristallbildung merklich.

Beim Strangpressen und Walzen werden die Partikel wesentlich stärker verformt und die Proben sind länger erhöhten Temperaturen ausgesetzt, wodurch auch dem Magnesium mehr Zeit zum Diffundieren gegeben wird. Zwar ist ein typischer Pressvorgang mit Aufheizen beim Strangpressen ca. 90 min und beim uniaxialen Pressen nur ungefähr 40 min lang, beim Strangpressen wird allerdings mit 310 °C eine geringere Temperatur eingesetzt als beim uniaxialen Pressen mit 400 °C. Reibung kann die Strangtemperatur jedoch erheblich erhöhen, wobei Differenzen von über 100 K möglich sind [77]. Durch die längere Zeit und kurzzeitig auch höhere Temperatur könnte das Magnesium weiter diffundiert sein, was die Härte steigern würde.

Bei den gewalzten Halbzeugen ist nicht genau bekannt (Betriebsgeheimnis), wie lange die Container auf Temperatur waren, bevor sie erst kompaktiert und dann gewalzt wurden. Eine Abschätzung ermöglicht ein Vergleich der Gefügebilder in Abbildung 3-6 c) und Abbildung 3-35. Auf erstem (8 h WB) sind noch vereinzelt Partikel einer Mg-reichen Phase zu erkennen, die auf dem letzteren (nach dem Walzen) nicht mehr gefunden werden können. Also kann von einer Zeit von wesentlich mehr als 8 h ausgegangen werden. Das ist auch plausibel, da beim Walzen tonnenschwere Container auf eine gleichmäßige Temperatur gebracht werden müssen. Es kann also angenommen werden, dass sich Mg vollständig in der Al-Matrix gelöst hat. Dies würde die Erhöhung der Härte durch die Mischkristallbildung erklären. Das Silizium ist noch als Partikel erkennbar. Dadurch ist die Al-Matrix dieser Proben noch etwas weicher als die der Guss-Probe, in welcher das Silizium nur als eutektisches Gefüge vorliegt. Die weite Spanne der CAPAD-Proben wird im Kapitel 4.1.2 diskutiert.

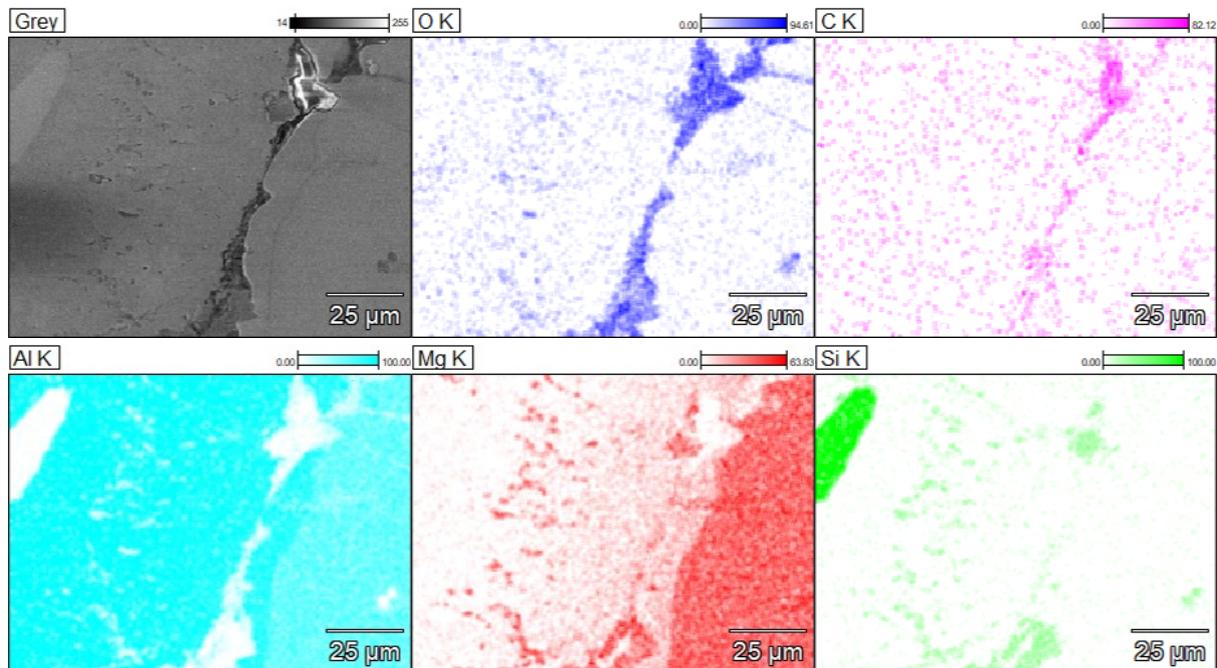


Abbildung 4-3 – REM-EDX-Aufnahme vom Rand eines AlMg-Partikels in der Probe, die für 8 h wärmebehandelt wurde. In Grau ist das REM-Bild und in den Farben die Analyse der identifizierten Elemente in Atom-% dargestellt.

Im Gefüge aller Proben ist in aller Regel nur eine Veränderung bei der magnesiumreichen Phase zu erkennen. Die AlMg-Partikel haben sich unter den verschiedenen Kompaktierungsvarianten unterschiedlich verhalten. Beim uniaxialen Pressen unter Luft für 15 Minuten bilden sich im Partikel zwei Phasen aus. In den EDX-Messungen (Abbildung 3-7, links) ergibt sich für den inneren Bereich eine Zusammensetzung nahe der γ -Phase ($\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$) und für den äußeren nahe der β -Phase (Al_3Mg_2). Die dunklen Ausscheidungen, die sich in der Regel an einem AlMg- oder Si-Partikel befinden, können als Mg_2Si -Phase identifiziert werden. In derselben Abbildung sind auch die EDX-Untersuchungen der wärmebehandelten Proben dargestellt. Daraus wird ersichtlich, dass sich die γ -Phase durch die 2 h WB vollständig in β -Phase umwandelt und der äußere Rand des ehemaligen Partikels aus Aluminium-

Magnesium-Mischkristall besteht. Mit ca. 15 % hat dieser auch die maximale Löslichkeit bei 400 °C erreicht [78]. Nach 8 h haben sich fast alle AlMg-Partikel gelöst, einige noch zu erkennende Partikel sind gesättigter Al-Mischkristall. Es war jedoch möglich, mit dem REM noch Partikel auf dem gesamten Querschliff (ca. 1 cm² groß) zu finden, welche eine den Partikeln ohne Wärmebehandlung entsprechende Zusammensetzung haben. Der Flächenscan eines dieser Partikel, der in Abbildung 4-3 dargestellt ist, zeigt eine deutliche Oxidschicht. Außerdem ist im Übergang auch vermehrt Kohlenstoff zu finden, der nur von in einem Hohlraum angesammelten Schmutz herrühren kann. Das Partikel hatte also noch eine annähernd intakte Oxidhaut mit geringer Anbindung zur umgebenden Matrix, wodurch die Diffusion wesentlich verringert wurde. Der Diffusionskoeffizient für Magnesium in Aluminium bei 400 °C beträgt $9,4 \cdot 10^{-15} \text{ m}^2/\text{s}$ [79], in der Oxidphase MgAl_2O_4 nur $1,6 \cdot 10^{-24} \text{ m}^2/\text{s}$ [80]. Empirische Belege für den errechneten Wert gibt es jedoch nur von 1200-2000 °C. Jedoch gilt $D_{\text{Mg}/\text{MgAl}_2\text{O}_4}(1200 \text{ °C}) \sim D_{\text{Mg}/\text{Al}}(400 \text{ °C})$, dementsprechend kann bei gleicher Temperatur von einem wesentlich schlechteren Koeffizienten im Spinell ausgegangen werden. In der Elementanalyse ist zu erkennen, dass es sich bei den dunkleren Bereichen der ausgefranzten Phase um Mg_2Si handelt. Diese scheint auch eine gewisse Sauerstoffaffinität zu besitzen.

Durch die Wärmebehandlung der Proben ist in der Dichte und im Widerstand eine Abnahme festgestellt worden. Der Widerstand dürfte durch Sintervorgänge zwischen Pulver gesenkt worden sein. Dies geht an und für sich mit einer Erhöhung der Dichte einher. Dass dieses nicht der Fall ist, ist vor allem auf die Bildung von Poren durch das Abspalten adsorbierter Gase von den ehemaligen Pulveroberflächen zurückzuführen [81]. Auf den metallographischen Schliffen sind diese zwar nicht zu erkennen, jedoch kann es durch weiche Poliermittelträger zu Abrundungen des Aluminiums kommen. Dadurch und durch Materialabrieb, der sich in den Poren sammelt, werden dann die kleinen Poren oberflächlich wieder geschlossen. Dass sie aber dennoch vorhanden sind, zeigt das zeitaufgelöste Tomographie-Experiment. Dort sind im noch festen Zustand unter 400 °C über 1000 Blasen/mm³ identifiziert worden. Hier sind die ca. 150 Blasen bereits abgezogen, die auch in den andern Proben festgestellt wurden.

Zur Atmosphäre beim Kompaktieren sei folgende Überlegung angestellt: Die Reaktionskinetik wird vor allem durch höhere Temperaturen gefördert. Wenn eine Reaktion erfolgt, werden die Resultate ohne eine Vorkompaktierung wesentlich deutlicher sein, da durch die Kompaktierung bei Raumtemperatur die Porosität drastisch reduziert wird, also die Hohlräume, in denen sich die Atmosphäre befindet. Die Schüttdichte dieser Legierungen liegt ungefähr bei 45 %, durch die Kaltkompaktierung mit 300 MPa wird eine Gründichte von 85-90 % erreicht. Das erniedrigt das vorhandene Porenvolumen und somit die Menge des Gases als Reaktionspartner auf unter ein Siebtel. Bei einer Porosität > 5 % dominiert die offene gegenüber der geschlossenen Porosität [82][83], somit ist der größte Teil der Porosität mit der Oberfläche verbunden. Folglich kann auch diese umgebende Atmosphäre reagieren. Beim Auslassen der Vorkompaktierung befindet sich der obere Stempel während des Aufheizens noch auf Abstand. Das Volumen über der Probe steht also zusätzlich für eine Reaktion zur Verfügung. Nach einer Kaltkompaktierung ist das Pulver hingegen komplett von der Form und den Stempeln eingeschlossen. Das ist

kein abgedichtetes System, verhindert aber praktisch die Einflussnahme der umgebenden Atmosphäre.

Es wurde vorhergehend schon gezeigt, dass die Temperatur von 400 °C und der Konzentrationsunterschied ausreichend sind für eine Diffusion des Magnesiums in die Aluminiummatrix. Unter Argon-Wasserstoff und Vakuum, jeweils oVK, vollzieht sich die Diffusion bis zur völligen Auflösung des Partikels schon während des Pressvorgangs (siehe Abbildung 3-2 c) und d)). Es sind hier vermutlich die als Diffusionsbarrieren agierenden Oxidschichten um die AlMg-Partikel soweit geschwächt worden, dass sie beim Kompaktieren auch bei einer geringeren Belastung aufgebrochen werden. Diese bessere Verbindung aller Partikel spiegelt sich auch in dem deutlich verringerten elektrischen Widerstand dieser Proben wider. Vergleichsweise niedrigere Dichten unter Argon-Wasserstoff-Atmosphären wurden auch beim Sintern von Aluminiumlegierungen festgestellt [84]. Es ist möglich, dass sich an der Aluminiumoberfläche AlH_3 bildet, welches die Verbindung der Partikel beeinträchtigt. Die Bildung ist prinzipiell auch bei niedrigen Drücken möglich [85]. Wahrscheinlicher ist jedoch die Möglichkeit, dass der Wasserstoff in Gitterfehlern eingeschlossen wird und so die Diffusion von Al und somit das Sintern behindert [86].

Auf der nicht-entgasten Pulveroberfläche sind verschiedene Gase/Reaktionsprodukte adsorbiert oder gebunden wie zum Beispiel H_2 , O_2 , N_2 , CO , CO_2 , H_2O oder Hydroxide [87]. Beim Aufheizen werden diese von der Oberfläche abgespalten und dann durch ein Vakuum dem zu kompaktierenden Probenvolumen entzogen. Zusätzlich wird mittels Vakuums der in der geschlossenen Porosität herrschende Gasdruck gesenkt. Dadurch wird die Kraft gesenkt, die einem Schließen dieser Poren mittels Diffusion entgegensteht. Es kann also eine höhere Dichte erreicht werden. Zusätzlich können die Pulveroberflächen nicht weiter mit dem Luftsauerstoff reagieren. Dadurch, sowie durch die bessere Verbindung unter den Partikeln, wird auch hier die Diffusionsbarriere erniedrigt. Bei einer Kaltkompaktierung fallen diese Effekte geringer aus, da die Adsorbate noch an der Pulveroberfläche gebunden sind. Diese füllen nach ihrer Abspaltung das Vakuum zumindest zum Teil wieder und können, weil es sich teilweise um Sauerstoffverbindungen handelt, statt des Luftsauerstoffs mit dem Metall reagieren.

Stickstoff wird bei der kommerziellen Sinterung von Aluminium zur Verringerung der Restporosität eingesetzt. Diese Verringerung wird in der Literatur durch die Bildung von Aluminiumnitriden [84][88] und -oxynitriden [86] erklärt. Das senkt den Gasdruck in der Restporosität, wodurch eine dichtere Sinterung ermöglicht wird. Dieses führt zu einer geringfügigen Verbesserung beim Pressen mit einer Kaltkompaktierung und einer etwas deutlicheren Erhöhung ohne Vorkompaktierung. Dass dieser Effekt nicht stärker ausgeprägt ist, dürfte erneut an den nicht entfernten Adsorbaten liegen. Die Poren (siehe Abbildung 3-2 b), die sich in der γ -Phase der AlMg-Partikel gebildet haben, können durch teilweise Bildung von AlN und Mg_3N_2 entstanden sein, deren Bildung bereits bei 400 °C einsetzt und deren Dichte mit 3,0 bzw. 2,71 g/cm^3 höher ist als die des Partikels [85], und somit eine lokale Schrumpfung bedeuten würde.

Das Pressen unter Luft oVK hat im Vergleich zu mKK nur einen sehr geringen Einfluss auf das Halbzeug. Eine Erhöhung der Dichte hat sich manifestiert, die sich jedoch an der Grenze der Messunsicherheit befindet. Sie kann auch durch eine weitere

Oxidation der Pulver durch die Luftfeuchtigkeit hervorgerufen werden, die ab einer Temperatur von 300 °C stattfindet [81].

Zink ist in Aluminium bei 400 °C zu über 50 Atom-% löslich [89], es ist also nicht verwunderlich, dass in den Schlifffbildern der uniaxial gepressten Proben kein neues Partikel und keine neue Phase auftaucht. Zusätzlich beinhaltet das Aluminium-Zink-Phasendiagramm eine eutektische Phase auf der Zinkseite, die bei 381 °C schmilzt. Für eine kurze Zeit während des Heißpressens kann sich eine flüssige Phase gebildet haben. Deren Effekt des erhöhten Stofftransports in der Flüssigkeit würde auch den Anstieg der relativen Dichte und den Abfall des elektrischen Widerstandes erklären. Es wäre also zum sogenannten Flüssigphasensintern gekommen. Die Wärmebehandlung dieser AlSi8Mg4Zn1-Legierung bewirkt vergleichbare Ergebnisse zu den bereits diskutierten der AlSi8Mg4. Die Zugabe des Zinks beim Strangpressen äußert sich durch eine nicht so deutlich erkennbare Ausprägung der Orientierung der Partikel (besonders AlMg-Partikel) im Querschliff, die üblicherweise entsteht (vgl. Abbildung 3-32). Es wäre möglich, dass sich durch eine weiche bzw. halbaufgeschmolzene Zinkphase die Partikel während des Strangpressens leichter umordnen können und dementsprechend nicht so stark deformiert werden. Bei den in Abbildung 3-32 gesehenen zusätzlichen Ausscheidungen könnte es sich um verschiedene zinkbasierte Ausscheidungen handeln, die bereits unter 400 °C entstehen: Mg_2Zn_{11} , $MgZn$ oder Mg_2Zn_3 [90].

Der Einsatz von Presshilfsmitteln verbessert die Verdichtung bei der genutzten Kompaktierung nicht. Das liegt vor allem daran, dass Form und Stempel bereits mit dem MoS_2 -basierten Schmiermittel Molykote behandelt sind. Sie könnten also lediglich für bessere Gleiteigenschaften zwischen den Pulverpartikeln sorgen. Der kaltkompaktierte Grünkörper wird direkt nach dem Pressen in der Form belassen und aufgeheizt. Dadurch schmilzt das Wachs auf und tritt größtenteils aus. Gewisse Reste sind allerdings eingeschlossen worden und führen bei ihrer Zersetzung zu einer erhöhten Porosität. Amidwachse werden für Aluminium an Stelle von Stearaten eingesetzt, weil sie nahezu rückstandsfrei ausgetrieben werden können [24]. Das gilt vordringlich fürs drucklose Sintern, da hier über die noch offene Porosität die Zersetzungsprodukte entweichen können. Außerdem ist ein eigener Temperaturschritt zum Austreiben vorgesehen. Bei einer dem uniaxialen Pressen ähnlichen Temperaturbehandlung von losen Schüttungen der Presshilfsmittel sind die Tabelle 4-1 aufgeführten Rückstände in den Tiegeln verblieben.

Pulver	Rückstand	Rückstand in einer Tablette
Licowax C	0,3 %	1,35 mg
Deurex A26P	0,3 %	1,35 mg
Deurex A27P	0,1 %	0,45 mg
Deurex A28P	0,06 %	0,27 mg

Tabelle 4-1: Rückstände der Amidwachse nach einer Temperaturbehandlung ähnlich der beim uniaxialen Pressen und Masse der daraus berechneten verbleibenden Rückstände in einer Tablette für 1,5 Gew.-% PHM.

Für die ungleichmäßige Ausprägung der β -Phase beim AlMg-Partikel könnte eine Erklärung sein, dass sich an diesen Stellen Amidwachs anlagert und dadurch die

Diffusion behindert. Dieser Effekt tritt nur bei den Pulvern Licowax C und Deurex A26P auf. Bei diesen beiden Pulvern ist die resultierende Dichte auch niedriger als bei den anderen beiden getesteten PHM. Vermutlich durch leichte Unterschiede in der Kinetik der Zersetzung verbleiben hier mehr Rückstände in den Proben, die dann die Diffusion und die Verdichtung stören. Der deutlich größere el. Widerstand der Probe mit Licowax C-Zusatz könnte durch eine feinere Verteilung des Wachses bzw. dessen Überreste in der Probe hervorgerufen werden. Bei der Variation des Gehalts von Licowax C zeigt sich die ungleichmäßige Ausprägung der β -Phase erst ab einem Gehalt von 0,5 Gew.-%. Im Schliffbild der Probe von 0,25 Gew.-% ist dieser Effekt nicht zu erkennen. Die Dichte in dieser Variation fällt bis zu einer Zugabe von 0,75 Gew.-% Licowax C deutlich ab, bei höheren Gehalten setzt sich dieser Trend nur stark abgeschwächt fort. Die Dichte wird durch mehr Amidwachs nicht mehr so stark beeinflusst, da anscheinend nur eine gewisse Menge in der sich schließenden Porosität eingeschlossen und der Überschuss aus der Form gepresst wird. Reziprok zeigt sich dieses Bild auch für den el. Widerstand.

Bei der Verwendung des vorlegierten ternären Pulvers wird bei einem Gehalt von 40 Gew.-% ein Minimum der Dichte erreicht (siehe Abbildung 3-25). Das wird vermutlich durch zwei gegenläufige Effekte verursacht. Durch die Zunahme an vorlegiertem Pulver kann das Pulvergemisch nicht mehr so gut kompaktiert werden, da die Partikel des Pulvers durch ihr eutektisches Gefüge härter sind als die des Aluminiums. Dem entgegen steht eine steigende Sinterneigung der Partikel durch die gleichmäßigere Verteilung des Magnesiumanteils. Auch ein geringer Anteil von weniger als 1 % Mg führt zu einer Verbesserung der Sinterneigung in Al [86][91]. Durch den Anteil von 0,6 % im ternär vorlegierten Pulver werden die Oxidhäute einfacher aufgebrochen. Diese bessere Verbindung wird auch durch den fallenden el. Widerstand belegt. Dadurch steigt die Dichte mit zunehmendem Gehalt über 40 Gew.-% des vorlegierten Pulvers an.

In der Härte des vorlegierten Pulvers dürfte auch der Grund für die Zunahme der Dichte beim Strangpressen, verglichen mit der uniaxialen Pressung, sein. Durch den höheren Widerstand, den diese Partikel gegen eine Verformung ausüben, erhöht sich auch der Druck vor der Matrize. Dieser Effekt auf die Dichte beim Strangpressen durch härtere Pulver wurde auch an anderer Stelle beobachtet [92].

4.1.2. Einfluss des elektrischen Stroms bei CAPAD

Ein wesentlicher Vorteil des CAPAD-Verfahrens, der immer wieder gepriesen wird, ist die Möglichkeit, hohe Heizraten von bis zu 1000 K/min [93] zu erreichen. In Abbildung 4-4 sind die Verläufe der Temperaturen in der Form für die Kompaktierungen bei 115 MPa dargestellt. Dabei werden bei dem in dieser Arbeit verwendeten CAPAD-Aufbau lediglich zu Beginn maximale Heizraten von 90 K/min erreicht. Im Vergleich erreicht die Heizmanschette ein Maximum von 30 K/min. Hierbei ist allerdings zu beachten, dass es sich um die Temperatur der Matrize handelt. Es ist aus früheren Arbeiten bekannt [94], dass die Temperatur im Pulverpressling geringer ist. Die Daten ergeben im Pressling eine Heizrate von maximal 25 K/min. Das begründet sich darin, dass die Wärme von außen - am Messpunkt vorbei - nach innen

zum Pulver geleitet werden muss und auf dem Weg auch die gesamte Pressform aufheizt.

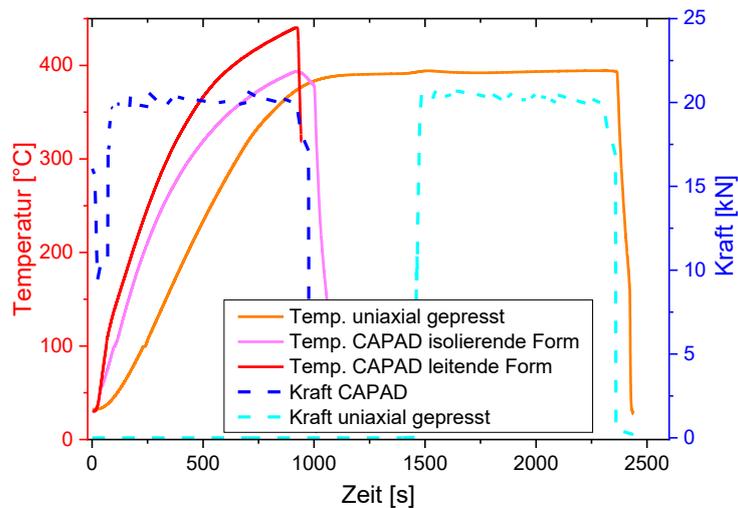


Abbildung 4-4 – Temperatur und Kraftverlauf während der Kompaktierung mit 115 MPa Presskraft für CAPAD und uniaxiales Pressen.

Da für das uniaxiale Pressen die Form zuerst aufgeheizt wird, bevor der Pressdruck aufgebracht wird, dauert der gesamte Vorgang viel länger. Wie in Abbildung 4-4 zu sehen ist, wird die Presskraft erst nach 25 min aufgebracht. Um die Temperatur nicht zu übersteuern, benötigen die letzten 20 K fast 10 min.

Beim CAPAD-Verfahren wird die Temperatur im Inneren erzeugt und nach Außen geleitet. Das heißt, die Heizrate und auch die Temperatur sind im Pulver höher als hier gemessen. Das erkennt man auch am Unterschied zwischen den Temperaturkurven der leitenden und der isolierenden Form. Durch die 2,5 mm Aluminiumoxidkeramik wird nicht nur die Pressform vom Strom isoliert, sondern auch die Temperaturmessung behindert. Da hier der Strom durch die Probe gezwungen wird, liegt es nahe, dass die Temperatur auch etwas höher liegt.

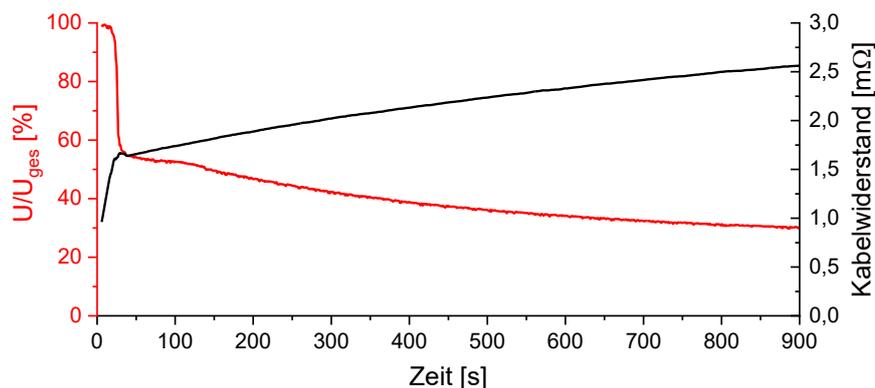


Abbildung 4-5 – Verlauf des Quotienten aus der Spannung zwischen den Kupferplatten und Spannung am Netzteil sowie der errechnete Kabel- und Kontaktwiderstand bei einer CAPAD-Kompaktierung (115 MPa, 15 min, isolierende Form)

Die Heizraten, die in dieser Arbeit gezeigt sind, bleiben hinter den Erwartungen zurück, die in der Literatur geschildert werden. Dieses liegt vor allem an dem vorhandenen Aufbau. Durch eine gesamte Kabellänge von 5 m, die für den sicheren

Einbau in die Presse nötig ist, und die Verluste an verschiedenen Kontaktwiderständen, ist die Spannung, die zwischen den Kupferplatten noch anliegt, und somit die zur Erwärmung der Probe verfügbare Leistung deutlich reduziert. Zur Verdeutlichung ist in Abbildung 4-5 der Prozentsatz der Spannung dargestellt, die auf eine Probe über die Zeit wirkt. Nachdem die Stromstärke ihre volle Stärke erreicht hat, sind es nur noch 55 % der Spannung, welche die Probe erreichen. Am Ende des Pressvorgangs sind es sogar nur noch 30 %. Kumulativ betrachtet bedeutet dieses, dass 60 % der möglichen Wärme in den Kupferkabeln entstanden ist. Das ist auch am zunehmenden Widerstand der Kabel zu bemerken, der ebenfalls in Abbildung 4-5 abgebildet ist. Diese Werte sind hier für die Probe berechnet, die mit 115 MPa für 15 min in der isolierenden Form kompaktiert wurde, aber qualitativ gelten sie für jede Probe. Diese Ausführung soll lediglich die Limitierung des genutzten Aufbaus zeigen, nicht die Ergebnisse in Frage stellen.

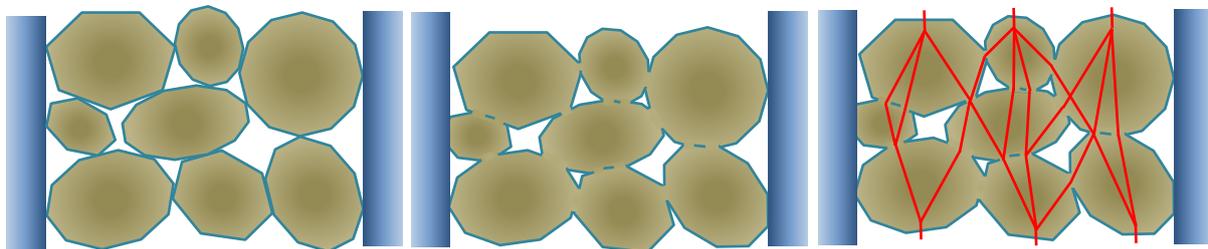


Abbildung 4-6 – Schematische Darstellung von Pulverpartikeln in einer Form. a) lose Schüttung, b) nach mechanischer Verformung (nun mit stellenweiser metallischer Verbindung) und c) möglicher Weg des elektrischen Stromes in rot.

Als Vorüberlegung für die weitere Argumentation sei nachfolgend das elektrische Verhalten der Pulver während der Kompaktierung diskutiert. Bei der elektrischen Leitung durch eine Pulversäule dominiert ohne Druck die Leitfähigkeit der Oxidschicht [95], lediglich die Berührungspunkte der Pulverpartikel sind der Leitungsquerschnitt. Durch eine Druckbelastung der Säule werden die Partikel verformt und die Berührungsfläche nimmt zu, wodurch der Widerstand sinkt. Ohne Erhöhung der Temperatur verhält sich der Widerstand einer solchen Säule bis zum Aufbrechen der Oxidhäute proportional zum anliegenden Druck und der Partikelgröße. Beispielsweise liegt diese Grenze bei Raumtemperatur für Kupferpulver bei 50 MPa [95]. Durch eine Erhöhung der Temperatur wird die plastische Verformung der Pulverpartikel erleichtert, wodurch die Oxidschicht auch bei niedrigeren Drücken aufbrechen kann. Es braucht ein Mindestmaß an Verformung für die Leitung durch die Masse der Partikel, wodurch dann der spezifische Widerstand aufgrund der guten Leitfähigkeit der Metalle deutlich abfällt. Schematisch dargestellt ist dieses in Abbildung 4-6 dargestellt.

Diese Abhängigkeit ist in Abbildung 3-49 für die Druckvariation in der isolierenden Pressform gut zu erkennen, da die Probe, die mit 28 MPa gepresst wurde, eine deutlich längere Zeit benötigt, um die volle Stromstärke zu erreichen. Bei der eingestellten Spannung von 5 V liegt der Widerstand des gesamten Aufbaus beim Fluss der maximalen Stromstärke von 720 A nach dem Ohm'schen Gesetz bei 6,9 mΩ. Das Ersatzschaubild des Versuchsaufbaus ist in Abbildung 4-7 dargestellt. In diesem Fall kann der Pfad der Pressform vernachlässigt werden, da für Aluminiumoxid der spezifische Widerstand $>10^{17} \mu\Omega\text{cm}$ [96] ist. Dadurch wird es zu einer

Reihenschaltung von verschiedenen Widerständen und es ergibt sich Gleichung 13. Hierbei sind Kontaktwiderstände nicht beachtet.

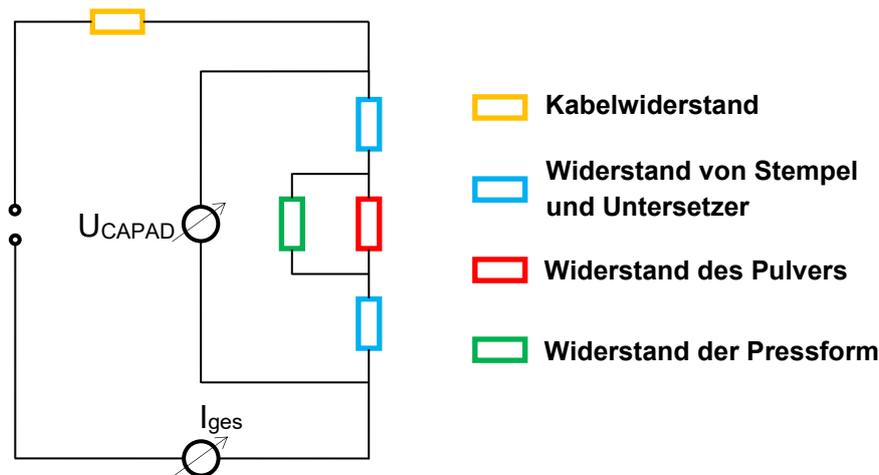


Abbildung 4-7 – Reduziertes Ersatzschaltbild des CAPAD-Versuchsaufbaus

In R_{Kabel} sind alle Widerstände außerhalb der Spannungsmessung der Pressvorrichtung vereinigt. Dieser ist nach Gleichung 14 durch die gemessenen Spannungen des gesamten Aufbaus U_{Gesamt} und der zwischen den Kupferplatten U_{CAPAD} sowie der Stromstärke I_{Gesamt} zu bestimmen. Es lässt sich nach dem Ohm'schen Gesetz ebenso R_{Gesamt} berechnen.

$$R_{\text{Gesamt}} = R_{\text{Kabel}} + 2 \cdot R_{\text{Stempel}} + R_{\text{Pulver}} \quad \text{Gleichung 13}$$

$$R_{\text{Kabel}} = \frac{U_{\text{Gesamt}} - U_{\text{CAPAD}}}{I_{\text{Gesamt}}} \quad \text{und} \quad R_{\text{Gesamt}} = \frac{U_{\text{Gesamt}}}{I_{\text{Gesamt}}} \quad \text{Gleichung 14}$$

Die Widerstände der Stempel können durch Daten des temperaturabhängigen spezifischen Widerstandes des Materials $\rho_{\text{X5CrNi18-10}}(T)$ aus [97], den Abmaßen A und h der Stempel und der Temperatur der Pressform nach Gleichung 15 abgeschätzt werden.

$$R_{\text{Stempel}} = \frac{\rho_{\text{X5CrNi18-10}}(T) \cdot h_{\text{Stempel}}}{A_{\text{Stempel}}} \quad \text{Gleichung 15}$$

Mit diesen Formeln lassen sich nun alle Widerstände berechnen. Sie sind exemplarisch für die mit 28 MPa verdichtete Probe in Abbildung 4-8 dargestellt. Diese Formeln stellen eine gewisse Vereinfachung dar, da sie ebenso die Kontakt- als auch die Messwiderstände vernachlässigen. Der aus den Messungen maximale errechnete Gesamtwiderstand beträgt 0,7 Ω . Bei einer Einbeziehung des parallelgeschalteten 1,2 k Ω Widerstandes ergibt sich eine vernachlässigbare Abweichung von unter 1 ‰.

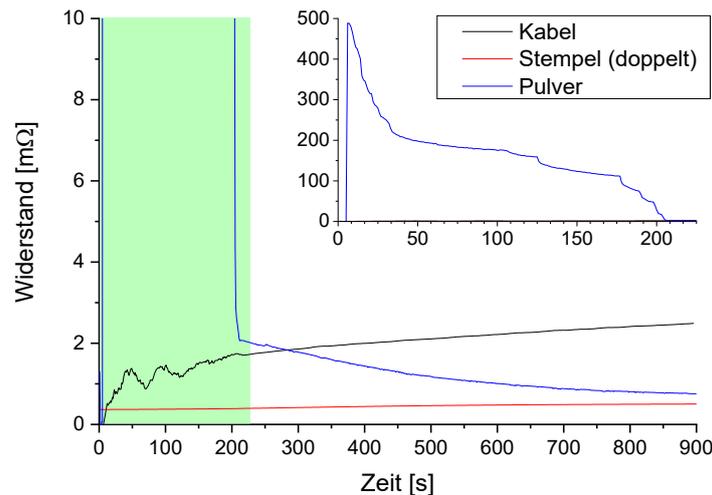


Abbildung 4-8 – Verlauf der errechneten Widerstände über die Zeit für die Probe, die mit 28 MPa für 15 min kompaktiert wurde. Der grün hinterlegte Bereich ist im anderen Maßstab im kleine Übersichtsdiagramm noch einmal abgebildet.

Wenn diese Formeln für die anderen Proben der isolierenden Pressform angewendet werden, erhält man die in Abbildung 4-9 dargestellten Verläufe der Widerstände des Pulverpresslings. Die mit 57 MPa kompaktierte Probe kann nicht ausgewertet werden, da es zu einem Aufzeichnungsfehler der Stromstärke kam. Es ist aber auch ohne diesen Wert die oben angesprochene Abhängigkeit des Widerstandes der Pulversäule von dem aufgetragenen Druck im linken Diagramm der Abbildung 4-9 klar zu erkennen. Im Diagramm rechts wird verdeutlicht, dass ein höherer Widerstand, der durch eine höhere Pulversäule verursacht wird, zu einer anderen Einschränkung führt. Durch die Aufbringung der Presskraft wird das Pulver bis zu einem bestimmten Punkt verdichtet. Im Falle der Probe mit einer Pulversäule von 30 mm ist dieser Punkt bei einem Widerstand von ca. 150 mΩ erreicht. Zur weiteren Verdichtung ist eine Erhöhung der Temperatur nötig.

Dazu lässt sich folgende Überlegung anstellen: Wärmeenergie wird beim elektrischen Strom nach dem Joule-Lenz-Gesetz erzeugt, das in Gleichung 16 gezeigt ist.

$$Q_W = E_{el} = P \cdot t = U \cdot I \cdot t = I^2 \cdot R \cdot t \quad \text{Gleichung 16}$$

Somit steigt die abgegebene Energie mit dem Quadrat der Stromstärke. Stromstärke, Spannung und Widerstand sind jedoch durch das Ohm'sche Gesetz miteinander verbunden. Da die Spannung und Stromstärke vom Netzteil vorgegeben werden, ist eine Beeinflussung nur über den Widerstand möglich. Hiernach muss der Widerstand sinken, damit mehr Strom fließt.

Da im Fall der oben angesprochenen Probe (Pulverhöhe von 30 mm) ein Strom fließt, erwärmt sich die Probe langsam, jedoch langsamer als die Proben mit geringerer Pulversäule. Dadurch verdichtet sie nur langsam weiter. So erreicht die Probe nach einer gewissen Zeit (~330 s) den Punkt, an dem der Gesamtwiderstand des Aufbaus unter 6,9 mΩ fällt. Ab diesem Zeitpunkt fließt die maximale Stromstärke, wodurch die Temperatur wesentlich stärker ansteigt (vergleiche Abbildung 3-40 rechts). Jedoch

sind ab diesem Zeitpunkt die Widerstände des Pulverpresslings und des Kabelwiderstandes in derselben Größenordnung, wodurch nach Gleichung 16 auch ein wesentlicher Anteil der Wärme im Kabel erzeugt wird.

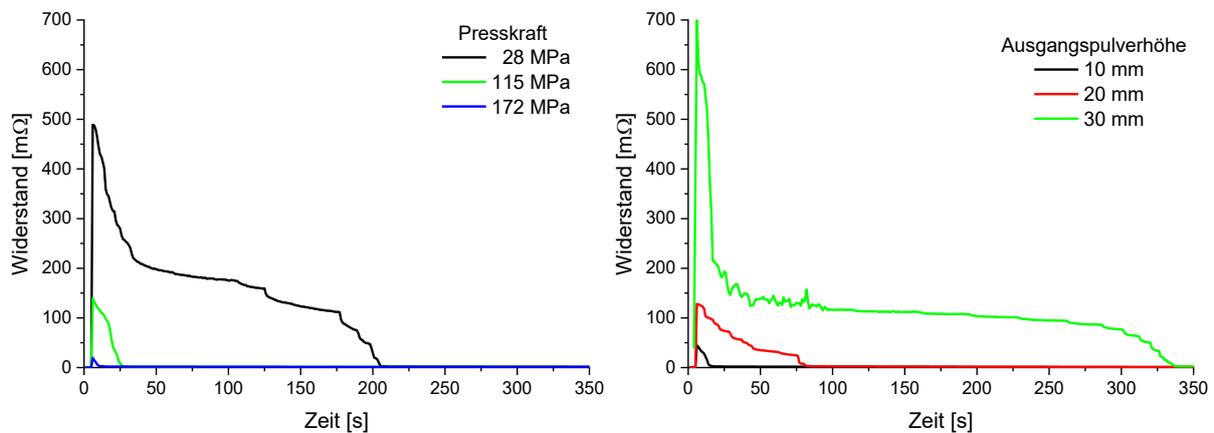


Abbildung 4-9 – Verlauf der errechneten Widerstände des Pulverkörpers für verschiedene Presskräfte (bei 20 mm Pulversäulenhöhe, Dauer 900 s) (links) und unterschiedlicher Pulverausgangshöhen (bei 115 MPa, Dauer 600 s) (rechts).

Wenn man die Temperaturverläufe in Abbildung 3-56 betrachtet, sieht man eine prägnante Abstufung nach der aufgebrachten Presskraft. So wird bei der höchsten Presskraft die niedrigste Temperatur gemessen. Da hier in der leitenden Form aus Edelstahl verdichtet wurde, gibt es für den Strom zwei Wege: durch die Form oder durch die Pulversäule.

Um den Stromfluss ausschließlich durch die Stahlform zu leiten, wurde ein Bornitrid-Block ($\rho_{el} > 10^{10} \mu\Omega\text{cm}$ [98]) mittels CAPAD kompaktiert. Links in Abbildung 4-10 sind die gemessenen Daten aufgetragen. Wenn man nun die Differenz aus der Spannung dieser Probe und den in Abbildung 3-56 dargestellten Spannungen bildet, erhält man ein Maß dafür, inwieweit der Strom durch das Pulver fließt (Abbildung 4-10 rechts). Dort ist zu erkennen, dass in den ersten 50 s dieser von Anfang an nicht gleich Null ist. Dieses scheint ein Effekt der Nachregelung der Presskraft zu sein. Bei dem daraus resultierenden Umordnen der Pulver wird die Leitfähigkeit kurzzeitig erhöht. Das könnte an der auf den oxidischen Pulveroberflächen sitzenden Ladungen liegen, die durch die Bewegung dann abfließen können. Nach den 50 s ist die Presskraft erreicht und es stellt sich für die bei 17 MPa, 28 MPa bzw. 57 MPa kompaktierten Proben ein Minimum ein. Dieses ist bei 17 MPa und 28 MPa praktisch gleich null. Das bedeutet, dass bei diesen Proben so gut wie der gesamte Strom durch die Pressform fließt. Durch die höheren Presskräfte haben sich die Pulver in den anderen beiden Proben soweit verbunden, dass sie bereits einen elektrischen Widerstand in der Größenordnung der Pressform haben und somit auch einen wesentlichen Teil des Stromflusses übernehmen. Dadurch sinkt die Differenz der Spannungen nicht auf Null.

Diese Differenzen der Spannungen bedeuten, dass ein erheblicher Teil der Temperatur in der Pressform erzeugt wird, da die Pulver zu Beginn noch einen sehr hohen Widerstand haben. Dieses ist auch durch die Temperaturverläufe in Abbildung 3-56 und Abbildung 4-10 belegt, da diese zu Beginn fast identisch verlaufen und je nach Pressdruck zu unterschiedlichen Zeitpunkten abflachen. Der

Temperaturverlauf bei der Kompaktierung der Bornitrid-Stabes flacht jedoch nicht ab, da hier der Stromfluss nur durch die Pressform fließen kann.

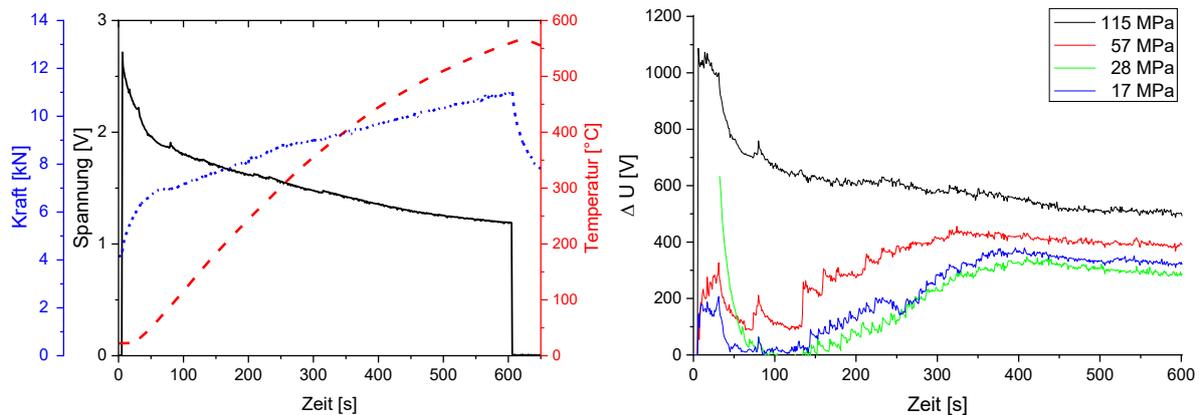


Abbildung 4-10 – Verlauf von Kraft, Spannung und Temperatur während der CAPAD-Kompaktierung eines nichtleitenden Bornitrid-Presskörpers (links) und Differenz der Spannungen zu dieser nichtleitenden Probe.

Bei den Untersuchungen nach der Kompaktierung zeigen sich sowohl erwartete, als auch unerwartete Ergebnisse. Zu den erwarteten gehören, dass sich die Dichte bei zunehmender Pulvermenge vermindert (vgl. Abbildung 3-43 links). Der elektrische Widerstand steigt gleichzeitig leicht an, welches auch durch die verminderte Kompaktierung zu erklären ist. Die Kompaktierung verringert sich durch die zusätzliche Reibung der Pulverpartikel untereinander und an der Pressform [99]. Hinzu kommt, dass die Probe, die eine Ausgangshöhe von 30 mm hatte, durch den oben beschriebenen Effekt eine kürzere Zeitspanne bei Temperaturen über 150 °C erfährt. *Alanitz et al.* konnten zeigen, dass sich bei einer homologen Temperatur von $0,45 \cdot T_m$ (~150 °C) Aluminium mit CAPAD zu verdichten beginnt [100].

Ebenfalls zu erwarten ist, dass durch eine längere Kompaktierungsdauer die Dichte steigt, wie es in Abbildung 3-46 links zu sehen ist. Das beobachten auch *Helwig et al.* in [74]. In dieser Arbeit ist bei der Serie der Kompaktierungsdauer mit 25 min die Probe mit der höchsten Dichte von $2,627 \text{ g/cm}^3$ entstanden. Das entspricht 100,5 % der theoretischen Dichte in dieser Arbeit. Wie schon in Kapitel 2.3.1 erwähnt, sind bei deren Berechnung keine Mischphasen oder Oxide eingeflossen. Diese sind nicht immer bekannt und je nach Herstellung variiert auch die Menge. Durch längere Zeitspannen über 300 °C ist die Volumendiffusion im Aluminium länger aktiv. Dadurch werden die Proben dichter. Hinzu kommt, dass sich bei der Aufheizung durch die Joulesche Wärme das Gleichgewicht zwischen aufgenommener elektrischer Leistung und Ableitung der Wärme erst nach 25 min annähernd eingestellt hat (siehe Abbildung 3-44 rechts). Dieses ist aber vor allem durch die thermisch isolierende Wirkung des Keramikrohrs verursacht, da die Temperatur nur im Mantel der stabilisierenden Stahlform des Al_2O_3 -Rohres gemessen worden ist.

Es wurden zwei Referenzmessungen mit unterschiedlichen Kompaktierungsdrücken durchgeführt, bei denen die Temperatur im Pressstempel 1 mm von der Pressfläche entfernt gemessen wurde. Eine dauerhafte Messung an dieser Stelle war nicht möglich, da sich die angebohrten Stempel bei den Pressvorgängen verformten. Die Temperaturdifferenz ist in Abbildung 4-11 dargestellt. Es ergibt sich eine

kurzzeitige Erhöhung der Temperatur der Probe um 112 K im Vergleich zur Manteltemperatur kurz nach dem Erreichen der maximalen Stromstärke für die Pressung bei 115 MPa. Bei 57 MPa wird die volle Stromstärke erst später erreicht und die Differenz erreicht hier maximal 88 K. Bezüglich der leitenden Stahlform ist anzunehmen, dass die Differenz der Temperatur zwischen dem Messpunkt und dem Pulver geringer ausfällt, da hier die Wärmeleitung nicht durch das Keramikrohr behindert wird.

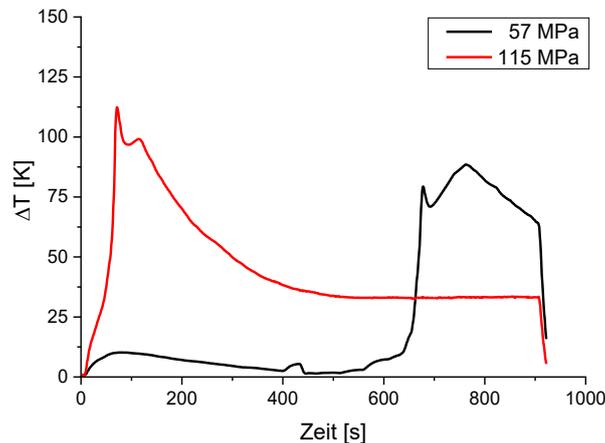


Abbildung 4-11 – Differenz zwischen der Temperatur gemessen im Stempel, 1 mm von der Pressoberfläche entfernt, und im Mantel.

Bei dem Vergleich der Gefügebilder in Abbildung 3-45 a) und Abbildung 3-2 a) ist ein prägnanter Unterschied zu erkennen. So sind bei der mit CAPAD kompaktierten Probe (380 s und max. 244 °C) die AlMg-Partikel bereits aufgelöst, obwohl die gemessene Temperatur und Zeitspanne geringer waren als beim uniaxialen Pressen. Auch unter der Annahme der höchsten Differenz zum Ende der Aufnahme sind die 400 °C, die während des uniaxialen Pressens herrschen, nicht erreicht. Dass die AlMg-Partikel trotz der kurzen Dauer und geringeren Temperatur vollständig aufgelöst sind, kann durch den Effekt der Elektromigration erklärt werden [101]. Dabei wird der Stofftransport durch den Stromfluss angeregt. Simulationen für Aluminium haben gezeigt, dass bei einer Presskraft von 283 MPa, einer Temperatur von 400 ° und einer Porosität unter 10 % die Elektromigration der dominante Effekt bei der Verdichtung ist [102]. Ein kaltkompaktierter Pulverpressling besitzt schon eine relative Dichte von 80-85 % und nach 380 s mit CAPAD bei 115 MPa kompaktiert, ist die Porosität bereits auf 4,5 % gesunken (siehe Abbildung 3-46).

Es war unerwartet, dass in allen mit CAPAD kompaktierten Proben kein intaktes AlMg-Partikel im Querschliff zu finden ist. In Abbildung 4-3 ist gezeigt, dass auch nach 8 h Wärmebehandlung noch ein intaktes AlMg-Partikel in einer uniaxial gepressten Probe vorhanden ist. Solche Rückstände sind im gesamten Querschliff der am kürzesten mit CAPAD kompaktierten Probe nicht zu finden. Diese intakten Oxidhäute, die in den uniaxial gepressten Proben vorkommen, könnten durch die Einwirkung des Stromflusses bei der Verdichtung durchbrochen werden. Dieser Effekt des Durchbrechens der Oxidhaut bei einer Kompaktierung durch Strom wurde bereits für Ni/NiO gezeigt [103]. *Dudina und Bokhonov* zeigten jedoch, dass dieser Effekt hauptsächlich in Gegenwart von Kohlenstoff auftritt [104], der typischerweise in den

CAPAD-Verfahren als Form und Stempel genutzt wird. Es ist jedoch für Metall-Oxid-Halbleiter-Feldeffekttransistoren bekannt, dass durch die Belastung des elektrischen Stromes SiO₂-Schichten durchbrochen werden können [105].

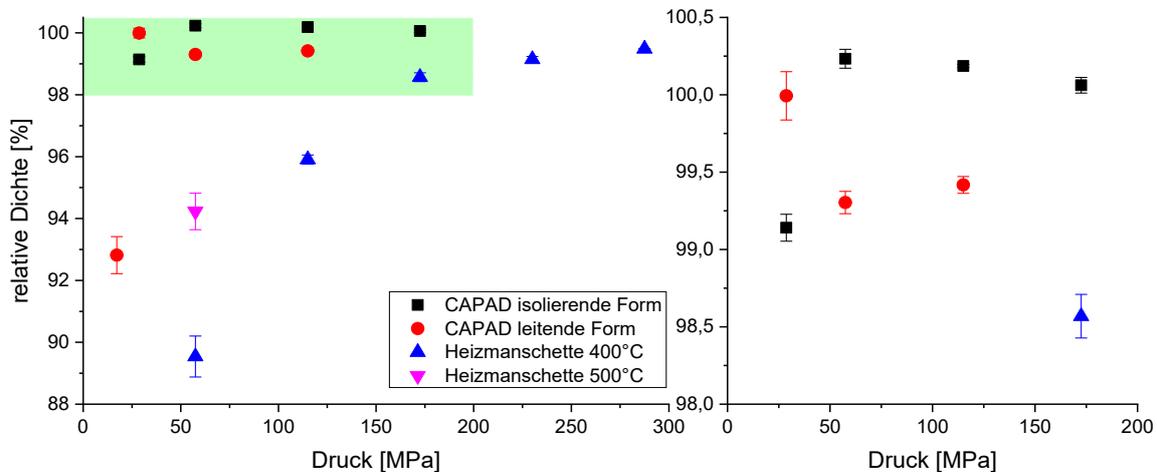


Abbildung 4-12 – Relative Dichte der Halbzeuge über den Kompaktierungsdruck für CAPAD in leitender und isolierender Form im Vergleich zur Heizung über eine Heizmanschette. Der grün hinterlegte Bereich ist rechts vergrößert dargestellt

Ebenso unerwartet ist, dass bei den Druckvariationen ein lokales Maximum in der Dichte existiert. Wie in Abbildung 4-12 zu sehen ist, erreichen mittels CAPAD in der isolierenden Form die Probe, die mit 57 MPa kompaktiert wurde, und die in der leitenden Form mit 28 MPa verdichtete Probe die jeweils höchste Dichte. Ungefähr bei diesen Drücken zeigt auch der spez. el. Widerstand ein Minimum. Der in dieser Arbeit genutzte CAPAD-Prozess ist nicht temperaturgeregelt, d.h. der Strom fließt in voller Stärke bis zum gesetzten Zeitlimit. Der daraus resultierende Unterschied ist am leichtesten links in Abbildung 3-56 zu sehen. Die mit 28 MPa in der leitenden Form verdichtete Probe erreicht am Ende eine im Mantel gemessene Temperatur von 507 °C. Das ist 30 K höher als die mit 57 MPa gepresste Probe und über 100 K höher als in der Heizmanschette. Die höhere Temperatur entsteht durch den höheren Widerstand des Pulverpresslings aufgrund der geringeren Kompaktierung durch den kleineren Pressdruck. Dadurch fließt der Strom vor allem durch die Pressform, die hierdurch aufgeheizt wird. Bei den höheren Drücken fließt ein größerer Teil des Stroms durch die Pulver (vgl. S. 75). Dadurch ist die Wärmeentwicklung in der Pressform geringer. Eine verstärkte Entwicklung im Pulver ist möglich, jedoch unwahrscheinlich, da sie durch die nicht durch ein Keramikrohr gehinderte Wärmeleitung am Messpunkt registriert werden müsste. Als wahrscheinlicher wird erachtet, dass die höhere Dichte in einer Temperatur über der eutektischen Temperatur der Aluminium-Magnesium-Phase und dem damit einhergehenden Flüssigphasensintern begründet liegt. Mit höherer Temperatur ist also auch mehr Flüssigphase vorhanden, jedoch ist der eingestellte Druck dann geringer. In dieser Weise ist das Verfahren in gewissen Grenzen selbstregulierend. Ein ähnlicher Effekt ist auch bei der isolierenden Form zu erwarten, wobei dort der Strom nicht durch die Form fließen kann. Dadurch entsteht die Verschiebung des Dichtemaximums, da bei geringeren Drücken in der ersten Kompaktierungsphase die Temperaturentwicklung fehlt.

Die Proben, die mit der Heizmanschette auf 400 °C aufgeheizt wurden, zeigen eine stetige Zunahme der Dichte bei steigenden Pressdrücken. Bei einem geringeren Pressdruck als 150 MPa ist der Unterschied zu den durch CAPAD erreichten Dichten größer als 2 % der theoretischen Dichte. Um einen reinen Temperatureffekt auszuschließen, wurde eine Probe bei 57 MPa und 500 °C kompaktiert. Damit liegt die Temperatur für diese Probe 26 K höher als die maximal gemessene Temperatur der Probe, die mit CAPAD bei diesem Pressdruck kompaktiert wurde. So ist auch die etwas niedrigere Temperatur im Pulver beim uniaxialen Pressen ausgeglichen. Die relative Dichte dieser Referenzprobe erreichte 94,2 % (vgl. in Abbildung 4-12 magentafarbener Punkt). Damit wurde die Dichte zwar im Vergleich zur bei 400 °C uniaxial gepressten Probe deutlich erhöht, aber es bleibt auch noch eine markante Differenz zur Dichte der mittels CAPAD kompaktierten Proben bestehen. Das unterstreicht nochmals, dass der Strom einen unterstützenden Effekt bei der Verdichtung der Probe hat. Durch die erhöhte Temperatur sind die AlMg-Partikel in der Matrix gelöst worden.

Die mit CAPAD kompaktierten Proben haben bei der Härtemessung eine weite Streuung gezeigt, aber es kann dabei noch differenziert werden. So ist eine Abstufung nach der Presskraft erkennbar (siehe auch Abbildung 4-13). Die Proben, die mit 28 MPa gepresst wurden, haben einen Mittelwert bei 65 HV 0,1/20, und die mit 115 MPa verdichteten Proben haben einen bei 45 HV 0,1/20. Das ist unabhängig davon, ob eine leitende oder isolierende Matrize benutzt wurde. Es wird auf den verschiedenen mikroskopischen Abbildungen in Kapitel 3.4 gezeigt, dass in allen CAPAD-Proben die AlMg-Partikel weitestgehend aufgelöst sind. Eine Erhöhung der Härte ist also auch wieder auf die Mischkristallhärtung zurückzuführen. Zusätzlich könnte die weitere Erhöhung der Härte bei den Proben, die mit 28 MPa gepresst wurden, durch die geringere elektrische Leitfähigkeit bedingt sein. Die aus dem höheren Widerstand resultierende höhere Temperatur kann zu einem Aufgliedern des Aluminiummischkristalls mit Silizium führen. Das würde auch die Härten nahe der Härte der Gussprobe (74 HV 0,1/20) erklären, bei der die gesamten 8 Gew-% Si gelöst sind.

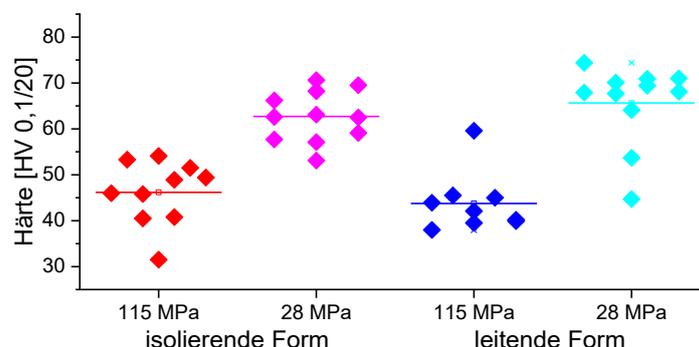


Abbildung 4-13 – Auftragung der Härtemessungen nach Vickers für mittels CAPAD hergestellte Proben. Die Achsen in jeder Punktgruppe geben den Mittelwert an.

4.2. Schäumverhalten

Der Schäumprozess kann in verschiedene Stadien aufgeteilt werden, wie es auch beispielsweise *Babcsán et al.* in Abbildung 4-14 getan hat. Entlang der Temperaturkurve sollen in diesem Kapitel verschiedene Phänomene beleuchtet werden.

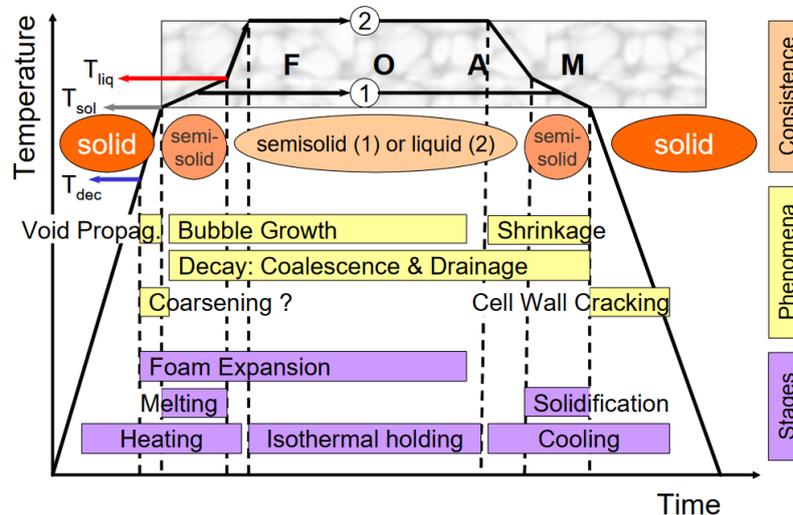


Abbildung 4-14 – Schaumstadien, nach [106]

4.2.1. Erste Schmelzebildung

An verschiedenen Stellen in dieser Arbeit ist das Austreten von Schmelzetropfen beim Aufheizen der Proben bemerkt worden. Dieses kann teilweise so massiv auftreten, dass die Probe dadurch von der Heizplatte abgehoben wird, wie es in Abbildung 4-15 gezeigt ist. Dadurch wird die Wärmezufuhr verschlechtert, dieses verzögert wiederum die weitere Expansion (vgl. Abbildung 3-15).

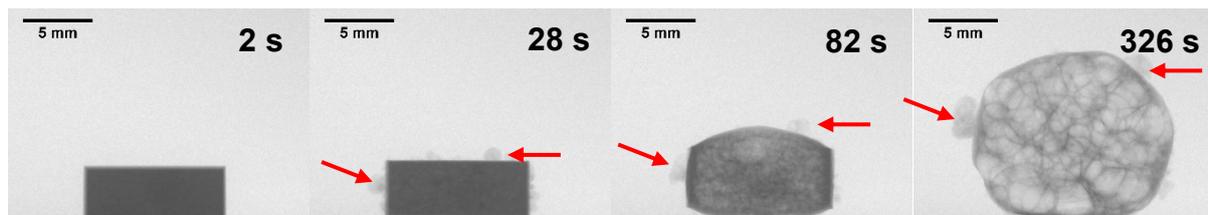


Abbildung 4-15 – Austretende Schmelzetropfen (rote Pfeile) während des Schäumens der Probe mit 1,5 Gew.-% Deurex A26P Zusatz.

Diese Schmelzetropfen treten in der Regel bei ungefähr 440 °C auf. Nach den binären und dem ternären Phasendiagrammen der AlSiMg-Legierungen [78,107–109] sind bei dieser Temperatur nur Zusammensetzungen um das niedrigschmelzende Al-Mg-Eutektikum bereits flüssig. Das Eutektikum bildet sich an den Berührungspunkten von Al- und AlMg-Partikeln. Wenn sich diese Punkte nahe der Probenoberfläche befinden, kann die Schmelze durch den Gasdruck herausgedrückt werden, der durch die beginnende Zersetzung des TiH_2 oder durch Abspaltung der eingelagerten Adsorbate von den ehemaligen Pulveroberflächen entsteht. In der Regel werden diese Auswüchse beim Aufschmelzen der restlichen Probe durch die Oberflächenspannung wieder absorbiert. Bei besonders großen Tropfen, wie in

Abbildung 4-15 zu sehen, wird die Resorption teilweise verhindert, vermutlich durch eine Oxidschicht, die sich am Hals des Tropfens gebildet hat.

Die Schmelzetropfen treten allerdings nicht bei allen Proben aus bzw. auf. So zeigen die mit CAPAD verdichteten Proben sie überhaupt nicht, ebenso wenig wie die beiden Proben, die oVK unter Argon-Wasserstoff-Atmosphäre bzw. im Vakuum gepresst wurden oder die gewalzte Probe. Besonders viel Schmelze tritt hingegen bei den Proben mit Zusatz von Deurex A26P bzw. Licowax C aus.

Der Unterschied dieser Proben der identischen Legierung AlSi8Mg4 liegt im Gefüge. So ist in allen Proben, die keinen Schmelzeaustritt zeigen, die Magnesiumphase vollständig in der Aluminiummatrix aufgelöst. Es gibt keinen lokalisierten Konzentrationsunterschied mehr, an dem sich das Eutektikum bilden kann.

Viel Schmelze tritt bei den Proben mit Zusatz der beiden oben genannten Amidwaxe aus. Deren Kompaktierung resultiert in einer knapp 1 % geringeren relativen Dichte als jene ohne Zusatz (Abbildung 3-13). Bei einer relativen Dichte von 97,5 % überwiegt die geschlossene Porosität [82][110], aber Rückstände der zersetzten Presshilfsmittel könnte diese leicht erhöhte Porosität –zumindest teilweise– zusätzlich miteinander vernetzt sein. Dadurch könnte auch tiefer in der Probe entstandene Schmelze an die Oberfläche gedrückt werden.

Bei den wärmebehandelten Proben zeigt sich die austretende Schmelze erst kurz (ca. 2 s/ 15 K) vor der ersten Blasenentstehung, also dem Aufschmelzen der gesamten Probe. Diese zeitliche Verschiebung ist dadurch bedingt, dass die Diffusion in diesen Proben länger wirken konnte und die Konzentrationsunterschiede zwischen Al-Matrix und Mg-reicher Phase abgeflacht sind. Die Phase, die sich während des Aufheizens bildet, ist vermutlich weiter vom Eutektikum entfernt und hat dementsprechend eine höhere Solidustemperatur als das Eutektikum.

4.2.2. Nukleation

Bei der Nukleationsuntersuchung mit der zeitaufgelösten Tomographie liegt das Auflösungslimit der Blasen, die als solche erkannt werden, bei 7 µm Durchmesser. Das ist bedingt durch die Pixelgröße des aufgenommenen Bildes (2,97 µm) und die anschließende Bildbearbeitung und -filterung, bei der diejenigen Objekte als Rauschen identifiziert und ausgeschlossen werden, die sich aus weniger als 7 Voxeln zusammensetzen. Es wird in dieser Arbeit davon ausgegangen, dass Blasen, die sich gebildet haben, aber noch nicht detektiert werden können, weiterwachsen, sodass sie das Limit überschreiten und erkannt werden.

Bei der Nukleation kann in dieser Arbeit ein deutlicher Unterschied zwischen den einzelnen Halbzeugen festgestellt werden. Beim Schäumen zeigen manche Halbzeuge eine temperaturabhängige, zweistufige, andere wiederum nur eine einstufige Blasenbildung. *Kamm* beobachtete in seiner Arbeit [65] ebenfalls ein solch variierendes Verhalten von schäumbarem Halbzeug, allerdings hatten diese unterschiedliche Legierungszusammensetzungen. Unter den untersuchten Legierungen war auch AlSi8Mg4, bei der eine zweiteilige Blasenbildung beobachtet wurde. Als Ort der ersten Nukleation bei dieser Legierung konnte *Kamm* die β -Phase

der AlMg-Partikel identifizieren, also die Zusammensetzung im Gefüge, wie schon in Kapitel 4.2.1 diskutiert, mit der niedrigsten Schmelztemperatur.

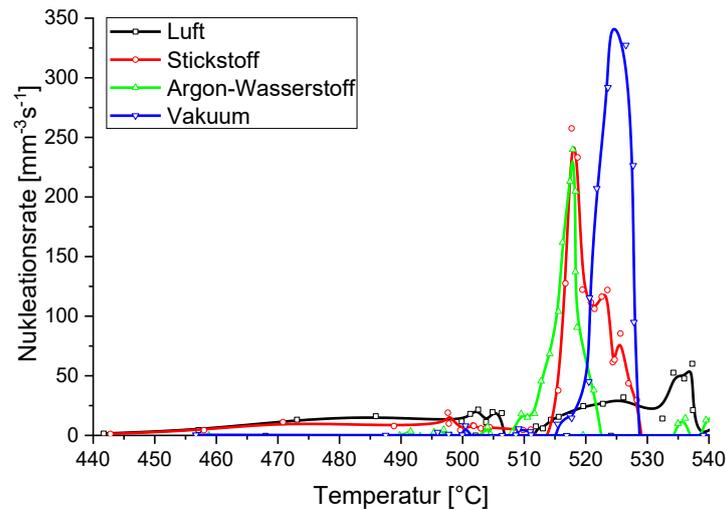


Abbildung 4-16 – Nukleationsrate über der Temperatur der unter verschiedenen Atmosphären kompaktierten Proben

Dieses variierende Verhalten ist in Abbildung 4-16 besser zu sehen. Dort ist die Ableitung der Blasendichte nach der Zeit, also die Rate der Blasenbildung über der Temperatur abgebildet. Für die Proben, die unter Stickstoff bzw. Luft kompaktiert wurden, bilden sich bereits ab ~ 440 °C Blasen. Die zweite Nukleationsstufe beginnt bei ungefähr 510 °C. Bei dieser Temperatur beginnen auch die Proben, die unter Argon-Wasserstoff bzw. unter Vakuum verdichtet wurden, Blasen zu bilden. Bei dieser zweiten Stufe steigt die Nukleationsrate auf über $200 \text{ mm}^{-3}\text{s}^{-1}$ an, lediglich bei der unter Luft gepressten Probe wird nur ein Maximum bei $60 \text{ mm}^{-3}\text{s}^{-1}$ erreicht. Diese deutlich höhere Rate könnte an mehr möglichen Nukleationspunkten durch die vermehrt beobachteten Ausscheidungen im Gefüge (siehe Abbildung 3-2) verursacht sein.

Diese erste Stufe der Blasenbildung stimmt mit den Ergebnissen von *Kamm* [65] überein. In den beiden Proben, welche nur ein einstufiges Nukleationsverhalten zeigen (Argon-Wasserstoff; Vakuum), ist die magnesiumreiche Phase aufgelöst worden. Dadurch bildet sich keine Schmelze bei ~ 440 °C und bei ihnen entfällt die erste Nukleationsstufe. Der Beginn der zweiten Stufe erscheint verfrüht, in Anbetracht der Tatsache, dass das ternäre Eutektikum erst bei 557 °C aufschmilzt [109]. Das behandelte Titanhydrid beginnt jedoch schon bei 461 °C Wasserstoff abzuspalten [54]. Bei 510 °C scheint der dadurch aufgebaute Gasdruck soweit angestiegen zu sein, dass die Festigkeit des Materials überschritten ist. Dadurch reißt das Material dann an diesen Stellen auf und Blasen werden gebildet. In Abbildung 3-4 ist gezeigt, dass sich die Blasen zu diesem Zeitpunkt nicht gleichmäßig über das Material verteilen. Wie schon in Kapitel 4.1 diskutiert wurde, befindet sich das Gefüge nicht im Gleichgewicht. Auch wenn die Mg-Phase aufgelöst wurde, gibt es Bereiche mit erhöhter Mg-Konzentration, wodurch die Solidustemperatur herabgesetzt ist. Dann ist in diesen Bereichen die Festigkeit bei gleicher Temperatur bereits geringer, welches die Blasenbildung vereinfacht.

Eine Ausnahme bildet anscheinend die Probe, die unter Argon-Wasserstoff verdichtet wurde. Die im Vergleich gleichmäßige Nukleation über das gesamte betrachtete Volumen könnte eine Folge einer delokalisierten Gasquelle sein. Wie in Kapitel 4.1 vermutet, könnten der an den Korngrenzen eingeschlossene Wasserstoff Hydride gebildet haben. Bei einer Zersetzung wäre der Druck gleichmäßiger verteilt, wodurch schon geringe Festigkeitsunterschiede zu einem Riss bzw. Nukleationspunkt führen können.

In der Probe, die 8 h lang wärmebehandelt worden ist, sind schon verschiedene Hohlräume vor dem Start der Aufzeichnung bei 390 °C vorhanden. Durch die lange Verweildauer auf 400 °C und dem Lösen des Mg in der Al-Matrix hat sich vermutlich auch das in den AlMg50-Partikeln enthaltene MgH_2 [111][112] zersetzt, welches zu der hohen Blasendichte führt. Die Blasen sind, wie in Abbildung 3-11 zu sehen ist, auch um bestimmte Bereiche geordnet. Diese haben einen nicht blasenhaltigen Kern. Es könnte sich bei den Bereichen um die ehemaligen AlMg-Partikel handeln. Die leichte Abnahme der Blasendichte in den ersten 90 s des Experiments ist auf eine leichte laterale Verschiebung der Probe sowie auf die thermische Expansion der Probe zurückzuführen. Viele der zu Beginn bereits vorhandenen Blasen werden durch die einsetzende Nukleation und dem somit schon vorhanden Gasdruck in der Probe zunächst nicht aufgeblasen, sondern es werden neue Blasen nukleiert. Beispielhaft ist eine solche Blase in Abbildung 4-17 gezeigt. Die Blasen scheinen zunächst noch zusätzlich durch die erhöhte Anzahl der Mg_2Si -Ausscheidungen stabilisiert zu sein, wie sie in Abbildung 3-6 c) zu sehen ist. Die Mg_2Si -Ausscheidungen können in Aluminium bis 583 °C vorhanden sein [113].

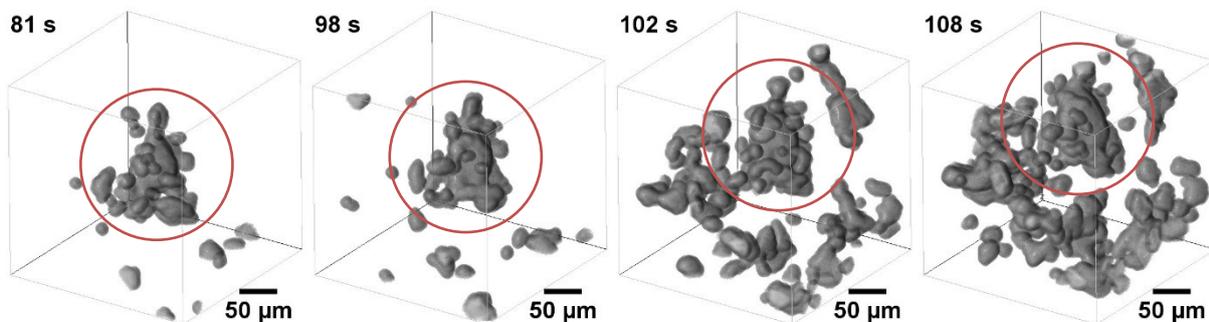


Abbildung 4-17 – Stabilität einer schon vorhandenen Blase (roter Kreis) in der 8 h lang wärmebehandelten Probe.

Der Zusatz von 1 Gew.-% Zink zur Legierung verändert das zeitliche Verhalten der Nukleation deutlich. Eine zinkhaltige Phase ist zwar nicht mehr in den Querschliffen zu sehen. Im Röntgenkontrast sind jedoch Gebiete höherer Absorption zu erkennen, die auf eine erhöhte Zinkkonzentration hinweisen. Der Beginn der zweiten Nukleationsstufe ist zu geringeren Temperaturen verschoben und durch die Bildung eines quaternären Eutektikums durch ein zusätzliches Legierungselement erklärbar. Außerdem scheint das Zink mehr Nukleationspunkte zu bedingen, da die erste Nukleation wesentlich feiner verteilt ist, als es bei der AlSi8Mg4-Legierung der Fall ist. Das Zink scheint aber die Matrix in bestimmten Bereichen zu schwächen, was ein Aufreißen der Zellwände ermöglicht.

Bei der Probe, die hingegen mit 50 Gew.-% des vorlegierten AlSi7Mg0,6 -Pulvers hergestellt wurde, ist die erste Nukleationsstufe wesentlich ausgeprägter. Es ist möglich, dass durch die härteren AlSi7Mg0,6 -Partikel die Oxidhülle der TiH_2 -Partikel mehr als sonst beschädigt wurden, ähnlich wie es in Abbildung 4-18 zu sehen ist. Dadurch würden nicht oxidierte Flächen beim TiH_2 -Partikel erzeugt werden. An diesen Flächen würde Wasserstoff wie bei nicht behandelten TiH_2 freigesetzt werden, welches schon ab 375 °C einsetzen würde [54]. Dieses würde den frühen und kontinuierlichen Anstieg der Porosität erklären (siehe Abbildung 3-28). Dadurch, dass die Nukleation keine erkennbaren bevorzugten Bereiche hat, in denen sie stattfindet, scheinen die Oberfläche der AlSi7Mg0,6 -Partikel auch als Keimstelle zu dienen. Es ist möglich, dass das Magnesium der Legierung an die Oberfläche der Partikel diffundierte [114] und dort den mit den Adsorbaten MgH_2 bildete. Dadurch wäre eine fein verteilte Gasquelle gegeben.

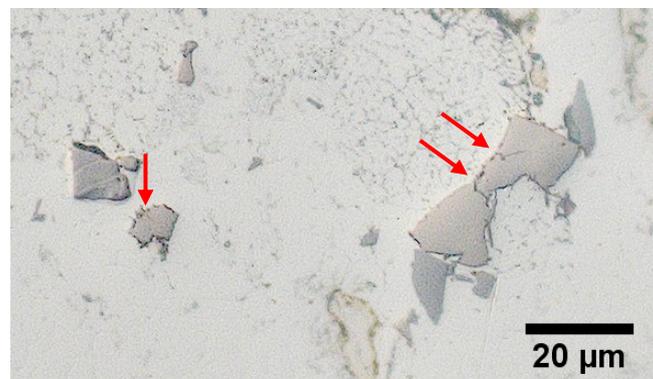


Abbildung 4-18 – Mikroskopische Aufnahme gebrochener TiH_2 -Partikel.

In der stranggepressten Probe mit vorlegierten ternär Pulver tritt die Nukleation noch früher auf, sodass der Startpunkt aus den vorhandenen Aufnahmen nicht ermittelt werden kann. Die unterschiedlichen Nukleationsstufen konnten auch nicht mehr identifiziert werden. Durch das AlSi7Mg0,6 -Pulver ist anscheinend der gesamte Ablauf der Blasennukleation verändert worden. Auch hier liegt die Vermutung nahe, dass mehr Treibmittelpartikel durch die mechanische Umformung gebrochen bzw. zumindest deren Oxidschicht beschädigt wurde.

Generell fällt bei den stranggepressten Proben auf, dass sie bei 520 °C schon eine Porosität von über 10 % haben. Dieses kann daran liegen, dass durch die höheren Scherkräfte a) mehr TiH_2 -Partikel gebrochen werden und b) die Matrix gasdichter ist und das durch die neuen TiH_2 -Partikeloberflächen früher freigesetzte Gas nur in geringeren Maßen entweichen kann. Die Nukleationszentren sind entlang gedachter paralleler Linie orientiert, die senkrecht zur z-Achse liegt. Die Ausrichtung dieser Linien wird mit der Pressrichtung zusammenfallen, da sich die ersten Blasen in dieser Legierung in der aufgeschmolzenen β -Phase der AlMg -Partikel bilden, welche wiederum in der Strangpressrichtung orientiert und langgezogen sind.

Für die stranggepresste AlSi8Mg4Zn1 -Probe ist diese Ausprägung der Orientierung der Nukleationszentren nicht so ausgeprägt, wie bei den anderen stranggepressten Proben. Bei dieser Probe sind auch die Partikel, die auf dem Querschliff sichtbar sind, weniger stark orientiert.

Die mittels CAPAD kompaktierten Proben zeigen unabhängig von ihrer Kompaktierungsdauer ein gleiches Nukleationsverhalten. Dieses ist einstufig, da die fröhschmelzende Phase durch die Kompaktierung mit Stromfluss vollständig aufgelöst wurde. Durch die kürzere Kompaktierungsdauer verbleiben jedoch mehrere Hohlräume in der Probe, die bereits zu Beginn detektiert werden können. Dies ist anhand der relativen Dichten in Abbildung 3-46 zu sehen. Anders als für die wärmebehandelte Probe beschrieben, sind diese anscheinend nicht durch Partikel, Oxide oder anderweitig stabilisiert, da sie teilweise zu größeren Blasen anwachsen. Durch die höhere Temperatur beim Kompaktieren mit niedrigerem Druck scheint das TiH_2 bereits etwas Gas verloren zu haben, dadurch würde sich die Verschiebung der Nukleation zu höheren Temperaturen erklären.

Die Form der Blasen kurz nach ihrem Entstehen ist bei CAPAD deutlich anisotroper als beim uniaxialen Pressen oder Strangpressen. Die Sphärizitätsverteilung ähnelt der Verteilung für die gewalzte Probe (vgl. Abbildung 3-12, Abbildung 3-34, Abbildung 3-39 und Abbildung 3-55). Das ist nachvollziehbar, wenn man bedenkt, dass bei diesen beiden Halbzeugen die Mg-Phase vollständig aufgelöst ist und die Nukleation in einer Stufe bei höherer Temperatur abläuft. Durch diese höhere Temperatur hat das TiH_2 bereits Gas abgespalten und der Gasdruck im Inneren des Halbzeugs übersteigt die Festigkeitsgrenze. Dadurch kommt es zu kleinen Rissen. Im Unterschied zu der gewalzten Probe sind die kürzesten Achsen der Blasen zum Ende des beobachteten Nukleationszeitraums bevorzugt senkrecht zur z-Achse orientiert. Dementsprechend liegen diese Risse eher parallel zur Hauptkompaktierungsachse, welches so in der gesamten übrigen Arbeit nicht beobachtet wurde. Die Orientierung der Risse ist jedoch parallel zur Flussrichtung des Stromes.

Durch das Walzen sind die ehemaligen Pulverpartikel im Halbzeug langezogen und in Lagen übereinander kompaktiert worden. Dadurch liegen die ehemaligen Oxidhäute oder auch andere Schwachstellen zwischen diesen Lagen und vereinfachen die Rissbildung während der Nukleation. Dieses ist auch an der Orientierung der Hauptachse der Blasen zu sehen, die hauptsächlich senkrecht zur z-Achse stehen (siehe auch Abbildung 3-55). Beim CAPAD ist diese Schichtung der Lagen nicht gegeben, dort ist die Verformung der Partikel analog zum uniaxialen Pressen eher gering, dadurch ist die Rissbildung weniger ausgeprägt als beim Walzen.

Beim uniaxialen Pressen und beim Strangpressen kann die Nukleation in der sich bildenden Schmelze stattfinden. Dementsprechend sind die entstehenden Blasen auch deutlich näher an der Form einer Kugel. Durch das Verbinden von Blasen werden sie weniger sphärisch, beim Strangpressen ist eine Längung der Blasen in den Rekonstruktionen in Abbildung 3-33 zu erkennen. Diese Längung ist fast senkrecht zur z-Achse ($\hat{=}$ Hauptkompaktierungsachse). Es ist zu vermuten, dass sich diese länglichen Blasen entlang der länglichen $AlMg_{50}$ -Partikel bilden, jedoch war durch die schnelle Aufnahme der Bilder der Helligkeitskontrast zwischen Al und $AlMg_{50}$ nicht ausreichend, um sie separieren und den Nachweis dafür erbringen zu können.

4.2.3. Expansion und Schrumpfung

Bei der Variation der Atmosphäre stellt sich die Kompaktierung unter Vakuum als positiver Einfluss für die Expansion heraus. Mit einer Kaltkompaktierung steigt die Expansion von 220 auf 380 %, oVK steigt sie von 110 auf 330 %. Einen ähnlichen Effekt hat bereits *Jimenez et. al.* für Halbzeug aus AlSi11 bemerkt. Jedoch wurde die bessere Kompaktierung durch ein Verhindern einer zusätzlichen Oxidation erreicht. Diese stabilisierenden Oxide fehlen während der isothermen Haltezeit und der folgenden Abkühlung, wodurch der Schaum durch Zellwandplatzen an der Oberfläche stark zusammenfällt [115]. Dieses zeigt sich auch bei Untersuchung der AlSi8Mg4-Legierung mit einer deutlich erhöhten Schrumpfung von ~30 %.

Ebenso konnte bei Stickstoff oVK eine Verbesserung der Expansion beobachtet werden. Dies scheint durch eine Verbesserung der Kompaktierung begründet zu sein, die sich in der Dichte widerspiegelt und vermutlich eine höhere Gasdichtigkeit des Halbzeugs zur Folge hat. Dadurch sind die Gasverluste geringer und eine höhere Expansion kann erreicht werden. Das Halbzeug, das mit Kaltkompaktierung hergestellt wurde, verhält sich sehr ähnlich zum Halbzeug, das unter Luft mKK hergestellt wurde. Das Gasvolumen, welches auf die Pulver während des Pressens einwirken konnte, ist jedoch sehr gering und hat dementsprechend nur einen sehr kleinen Einfluss. Jedoch ist zu bemerken, dass die Blasenstruktur im Schaum gröber ist, als bei der Kompaktierung unter Luft. Dies dürfte auf einen geringeren Anteil an Oxiden zurückzuführen sein, die sich ohne Sauerstoff nicht bilden konnten. Diese Oxide fehlen dann bei der Stabilisierung der Zellwände, wie *Körner et al.* gezeigt haben [116].

Derselbe Effekt dürfte auch die relativ großen Poren in der Probe verursachen, die unter Argon-Wasserstoff oVK kompaktiert wurde. Die Nukleation ist durch die zusätzliche Gasquelle feiner verteilt, jedoch sind die Zellwände im Vergleich zu den anderen Proben weniger stabilisiert und reißen schneller. Mit Kaltkompaktierung scheint die Probe nicht gasdicht zu sein, sodass nur eine geringe Expansion in der Mitte der Probe stattfindet. Auch die Probe, die unter Luft oVK kompaktiert wurde, expandiert nur gering. Durch die Temperaturbehandlung unter Luft sind die Pulver vermutlich weiter oxidiert. *Weigand* zeigte in seiner Arbeit bereits, dass ein zu hoher Oxidanteil (>0,7 %) im Pulver sich negativ auf die Expansion auswirkt [117]. Das deckt sich mit den Ergebnissen von *Asavavisithchai et al.*, die bei ihren Messungen ab einem Oxidgehalt >0,6 % eine geringere Expansionen erhielten [118].

Die Wärmebehandlung des Halbzeuges (Kap. 3.1.2) hat wenig Auswirkungen auf die maximale Expansion der Proben. Bei der Porenverteilung unterscheiden sie sich jedoch merklich. Eine unterschiedliche Stabilisierung durch verschiedene Oxidgehalte scheint unwahrscheinlich, da das Halbzeug vor der WB bereits zu 98 % dicht kompaktiert wurde und die Porosität also hauptsächlich geschlossen ist. Außerdem wurden die Proben aus dem Inneren entnommen, so dass die oberflächliche Oxidation ebenfalls entfernt wurde. Die verminderte Stabilität könnte durch die verlängerte Einwirkung des Mg auf das Oxid sein. Durch die fehlende β -Phase in der 8 h lang wärmebehandelten Probe sind die Nukleationsorte gleichmäßiger verteilt, jedoch liegt durch die geringere Stabilisierung die letztendliche Porenverteilung der Probe zwischen denen der Probe ohne und mit 2 h WB.

Durch die Zugabe der Amidwachse zum Pulver (Kap. 3.1.3) verbleiben im Halbzeug nach der Kompaktierung Zersetzungsrückstände. Die Menge der Rückstände unterscheidet sich je nach Art des Wachses wie schon in Kapitel 4.1 gezeigt. Jedoch ist nicht bei jeder Wachsort eine gasdichte Kompaktierung gewährleistet. Bei der Zugabe von Deurex A28A bleiben zwar die geringsten Rückstände in der Probe zurück, jedoch zeigt die Probe beim Schäumen die geringste Expansion. Allerdings reduzieren die Wachsrückstände die Schrumpfung von ~12% auf unter 5%. Die stabilisierende Wirkung von Kohlenstofffasern wurde bereits von *Cao et al.* gezeigt [119]. Es ist jedoch wahrscheinlicher, dass sich hier keine Fasern sondern Karbide (Al_4C_3) gebildet haben, da *Cao et al.* die Fasern extra beschichten mussten, damit das nicht passiert. Diese scheinen vor allem die kleinen Satellitenporen zu stabilisieren, die in diesen Proben besonders häufig auftreten (vgl. Abbildung 3-18). Hingegen ist die Porengrößenverteilung bei 0,25 Gew.-% zu größeren Durchmessern verbreitert und bei höheren Gehalten zu größeren Durchmessern verschoben.

Zink als zusätzliches Legierungselement konnte die Expansion sowohl für die strang- also auch für uniaxial gepresste Probe geringfügig steigern. Durch die leichte Erniedrigung der Liquidustemperatur aufgrund des zusätzlichen Legierungselements wird die Probe geringfügig früher flüssig und kann die Gasverluste dementsprechend früher minimieren.

Die stranggepressten Proben zeigen eine leicht schlechtere maximale Expansion als die uniaxial gepressten Proben. Wie auf den vorhergehenden Seiten gezeigt, werden durch das Strangpressen teilweise die Treibmittelpartikel beschädigt, wodurch hier das Gas früher freigesetzt wird. Dieses verlorene Volumen fehlt dann in der Expansion.

Die geringen Expansionen der gewalzten Proben im Vergleich zu den möglichen Expansionen in der industriellen Fertigung sind vor allem auf einen Größeneffekt zurückzuführen. Im vorherigen Kapitel wurde gezeigt, dass die Proben rissartig nukleieren und dass diese Risse mehrere Millimeter lang sein können. Wenn diese Risse am Rand der Probe liegen und die Oberfläche erreichen, kann das Gas über diese Kanäle entweichen. Da die Proben für die Radiographieuntersuchung eine Größe von $10 \times 10 \times 4 \text{ mm}^3$ aufweisen, führen fast alle Risse zur Oberfläche. Erst nachdem die Probe endgültig aufgeschmolzen ist, werden diese Kanäle abgedichtet. In der industriellen Fertigung nehmen diese Randeffekte ein wesentlich geringeres Volumen ein.

Bei allen Proben, die mittels CAPAD hergestellt wurden, ist die maximale Expansion am Ende der isothermen Haltezeit noch nicht erreicht. Es wird also im Inneren mehr Gas produziert, als über die Schaumoberfläche abgegeben wird. Auch hier liegt die Vermutung nahe, dass das TiH_2 durch die anscheinend erhöhte Temperatur beim Kompaktieren bereits Gas verloren hat und das Gas eine längere Zeit braucht, um von Inneren der Partikel freigesetzt zu werden. Ein ähnliches Verhalten zeigen auch Proben, die nach dem Formgrip-Verfahren hergestellt wurden [120]. Bei ihnen wird das wärmebehandelte TiH_2 -Pulver in die Aluminiumschmelze eingerührt, die danach möglichst schnell abgekühlt wird, um das TiH_2 nicht weiter zu beschädigen. Es braucht jedoch eine Temperatur deutlich über der ehemaligen Temperatur der Schmelze, um

ideal zu schäumen. Aus Gründen der Vergleichbarkeit mit den anderen Proben ist die Heizplattentemperatur nicht verändert worden.

Auch ohne Bestimmung der maximal möglichen Expansion durch verschiedene Optimierungen kann in dieser Arbeit gezeigt werden, dass durch die CAPAD-Kompaktierung eine Erniedrigung des benötigten Pressdruckes im Vergleich zum uniaxialen Pressen möglich ist. Wie in Abbildung 4-19 zu sehen ist, wird nur noch ein Druck von 28 MPa benötigt. Gegenüber dem uniaxialen Pressen ist das nur ein Sechstel des minimal benötigten Drucks. Es sei hier erwähnt, dass die Probe, die bei 500 °C kompaktiert wurde, lediglich die thermische Expansion jedoch keine Schaumbildung beim Aufheizen auf 650 °C zeigt.

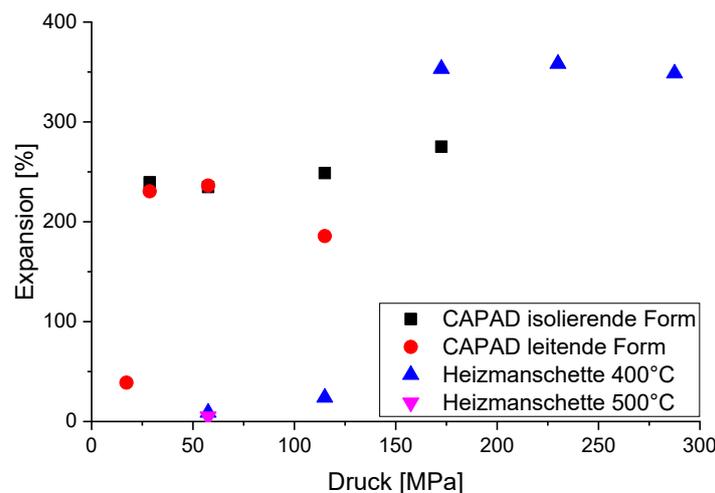


Abbildung 4-19 – Expansion über Pressdruck bei der Herstellung der Halbzeuge mit CAPAD und uniaxiales Pressen.

Bei der CAPAD-Kompaktierung kann sowohl für die leitende als auch für die isolierende Form festgestellt werden, dass die Porenverteilungen in den geschäumten Proben der mit 28 MPa verdichteten Halbzeugen enger und bei kleineren Durchmesser liegen als bei höheren Drücken. Diese Proben haben, wie schon argumentiert, die höchste Temperatur bei der Kompaktierung erreicht. Dementsprechend herrscht in diesen Proben beim Schäumen vermutlich ein etwas geringerer Gasdruck, der die Blasenbildung vorantreibt. Besonders bei der in der isolierenden Form hergestellten Probe, sind beim Schäumen keine größeren Risse in der Probe festzustellen (siehe Abbildung 3-52).

Bei den mit 57 MPa bzw. 115 MPa in der leitenden Matrize kompaktierten Proben ist der Gasdruck während des Schäumens anscheinend so hoch und die Probe so gasdicht kompaktiert, dass in den Proben ein großer Riss bis zur Oberfläche entsteht. Durch diesen kann ein erheblicher Teil des Gases entweichen, welches die vergleichsweise geringe Expansion der mit 115 MPa kompaktierten Probe erklärt (Abbildung 3-60).

Bezüglich des Energieverbrauchs ist, wie in Kapitel 4.1.2 dargestellt, der Aufbau noch nicht ausgereift. Wenn man jedoch nur die zwischen den Stempeln abgegebene Energie berechnet, wird für die Herstellung eine Probe ~0,18 kWh verbraucht. Beim uniaxialen Pressen muss die Heizmanschette zum Erreichen und Halten der Temperatur in der Pressform ~0,48 kWh aufwenden.

Die Kompaktierung mittels CAPAD zeigt also sowohl bzgl. des benötigten Drucks als auch der zum Erhitzen benötigten Energie ein deutliches Potential zur Kostensenkung in der Herstellung. Doch ist die verwendete Stromdichte von 4 A/mm^2 für eine Übertragung auf einen großtechnischen Maßstab eine ernstzunehmende Herausforderung. Um beispielsweise ein Halbzeug mit einer Fläche von einem Quadratmeter herzustellen, wäre eine 28 MN-Pressen und die Bereitstellung einer Stromstärke von 40.000 A nötig. Beides liegt im Bereich des Möglichen aber nicht Trivialen.

Helwig zeigte in seiner Arbeit für die Legierung AlSi8Mg4 , dass eine zu hohe relative Dichte sich negativ auf die Expansion auswirkt [121]. In der in Abbildung 4-20 gezeigten Auftragung ist dieser abfallende Bogen der Expansion bei höheren Dichten anhand der schwarzen Punkte der Proben zu erahnen, die mittels uniaxialen Pressens kompaktiert wurden. Im Unterschied dazu zeigen die Proben mit einer CAPAD-Kompaktierung einen nahezu linearen Anstieg der Expansion über der Dichte. Als eine mögliche Erklärung des Abfalls nannte *Helwig*, dass durch die höhere Dichte früh entstandenes Gas nicht entweichen kann und Risse im Halbzeug verursacht. Das durch diese Risse verlorene Gas steht dann nicht mehr für die Expansion zur Verfügung.

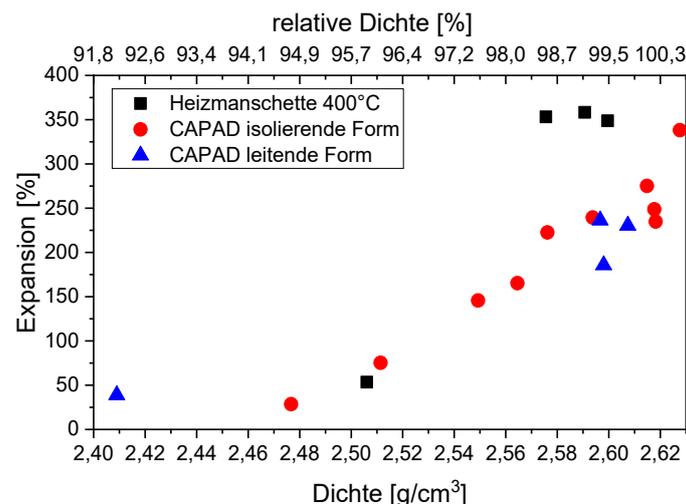


Abbildung 4-20 – Expansion in Abhängigkeit der Dichte der Halbzeuge, hergestellt mit CAPAD und uniaxiales Pressen.

Wie in diesem Kapitel schon diskutiert, können in den CAPAD-Proben Gasverluste während der Verdichtung verursacht worden sein. Die insgesamt geringere Expansion unterstreicht das. Durch den dementsprechend geringeren Gasdruck in der Probe während des Schäumvorgangs entstehen weniger oder gar keine solcher Risse bei der gleichen Dichte. Folglich ist der Verlust auch geringer. Insgesamt verschiebt sich so der von *Helwig* beschriebene Bogen zu höheren Dichten. Um die Verluste auszugleichen müsste noch eine Optimierung der Treibmittelgehaltes durchgeführt werden. Darauf wurde in dieser Arbeit verzichtet, um zunächst die Vergleichbarkeit der Proben zu gewährleisten.

Bei der entsprechenden Auftragung der Ergebnisse der uniaxialen sowie stranggepressten Proben, wie es in Abbildung 4-21 geschehen ist, können die

resultierenden Einflüsse der in Kapitel 3.1 und 3.2 betrachteten Parameter besser erkannt und verglichen werden. Es zeigt sich, dass die Amidwachs-Proben insgesamt eine eher geringere Expansion haben. Die Ergebnisse bei den verschiedenen Pressatmosphären stechen aus der Masse heraus, so kann mittels Vakuumpressen ein Halbzeug mit hoher Dichte zusammen mit einer guten Expansion hergestellt werden. Die Expansion der Probe fällt aber bei Herstellung unter Luft oVK oder unter Argon-Wasserstoff mKK sehr gering aus. Eine gute Expansion mit geringer Dichte zeigen die wärmebehandelten Proben, wobei sich durch die Wärmebehandlung die Expansion nicht verändert hat, sondern lediglich die Dichte des Halbzeuges.

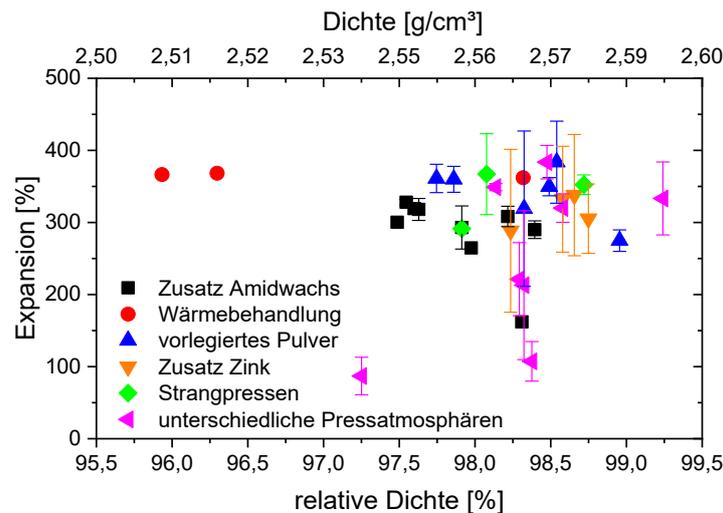


Abbildung 4-21 – Expansion in Abhängigkeit der Dichte der Halbzeuge, dargestellt sind die Proben der Variationen des uniaxialen Pressens und des Strangpressens

5. Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit ist der Einfluss der Kompaktierung schäumbarer Halbzeuge auf die spätere Blasenentstehung untersucht worden. Dabei lassen sich mehrere Themenbereiche unterscheiden: die Auswirkungen verschiedener Faktoren beim uniaxialen Pressen und der Einfluss verschiedener Kompaktierungsarten auf das Gefüge und die Nukleation der Blasen. Hierbei ist auch das Kompaktieren mit einer alternativen Erwärmung mittels eines Stromflusses durch die Probe (CAPAD-Verfahren) getestet worden.

Während der Untersuchungen zum uniaxialen Pressen sind verschiedene Effekte festgestellt worden: Eine Erhöhung der Expansion konnte mithilfe der Zugabe ternär vorlegierten Pulvers sowie Zink erreicht werden. Des Weiteren konnte durch die Nutzung des ternär vorlegierten Pulvers eine Delokalisierung des Gases und damit eine gleichmäßig über das Volumen verteilte Blasenbildung erreicht werden. Dieser Effekt konnte auch beim Pressen unter Argon-Wasserstoff-Atmosphäre beobachtet werden. Eine Wärmebehandlung nach dem Pressen kann das Aufreißen der Proben während des Schäumens vermindern.

Die verschiedenen Kompaktierungsarten (Strangpressen, uniaxiales Pressen und Walzen) resultieren in Halbzeugen mit annähernd gleichen Dichten aber unterschiedlichen Gefügen. Diese Ausprägungen des Gefüges beeinflussen die Nukleation der Blasen beim Aufschäumen, was sich beispielsweise in der Temperatur niederschlägt, bei der die Nukleation beginnt. So bildet sich in Gefügen, in denen noch AlMg-Partikel vorhanden sind, bereits bei ~ 450 °C Schmelze, in der die ersten Blasen entstehen können (uniaxiales Pressen, Strangpressen). Bei der Herstellung der Proben mittels Walzen sind diese Partikel aufgelöst und Nukleation wird erst bei höheren Temperaturen beobachtet. Die Auflösung der AlMg-Partikel kann allerdings auch beim uniaxialen Pressen unter bestimmten Bedingungen auftreten.

Nach der Verdichtung mittels CAPAD sind die magnesiumreichen Phasen ebenfalls aufgelöst, wodurch die Nukleation auch hier zu höheren Temperaturen verschoben ist. Dieses ist teilweise auf eine höhere Temperatur während der Verdichtung zurückzuführen, jedoch auch teilweise auf die erhöhte Diffusion durch den elektrischen Strom. Durch das CAPAD-Verfahren kann der benötigte Kompaktierungsdruck auf ein Sechstel im Vergleich zum uniaxialen Pressen reduziert und immer noch ein gut schäumbares Halbzeug produziert werden. Auch der Energiebedarf zum Erhitzen der Probe ist geringer. Eine Optimierung der Prozessführung und des Treibmittelgehalts steht allerdings noch aus. Das volle Potential dieser Kompaktierungsmethode ist also noch nicht erreicht.

Ausblickend sind genauere Untersuchungen des kompletten Schaumprozesses mit der zeitaufgelösten Tomographie nötig, um auch eine Aussage über die Entwicklung der Blasen im späteren Schaumstadium tätigen zu können.

Literaturverzeichnis

- [1] J. Banhart, Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams, *Prog. Mater. Sci.* 46 (2001) 559–632.
- [2] O. Andersen, C. Kostmann, G. Stephani, Thermal, mechanical and fluid flow properties of open-porous sintered metallic fibre structures, in: *EURO PM 2003. Conf. Proc.*, 2003: S. Vol 2, 341-346.
- [3] K. V. Wong, A. Hernandez, A Review of Additive Manufacturing, *ISRN Mech. Eng.* 2012 (2012) 1–10.
- [4] O. Andersen, U. Waag, L. Schneider, G. Stephani, B. Kieback, Novel metallic hollow sphere structures, *Adv. Eng. Mater.* 2 (2000) 192–195.
- [5] S.C. Han, J.W. Lee, K. Kang, A New Type of Low Density Material: Shellular, *Adv. Mater.* 27 (2015) 5506–5511.
- [6] J. Banhart, Light-metal foams - History of innovation and technological challenges, *Adv. Eng. Mater.* 15 (2013) 82–111.
- [7] M.F. Ashby, A.G. Evans, N.A. Fleck, L.J. Gibson, J.W. Hutchinson, H.N.G. Wadley, *Metal Foams: A Design Guide*, Butterworth-Heinemann, 2000.
- [8] I. Jin, L.D. Kenny, H. Sang, Method of Producing Lightweight Foamed Metal, US 4,973,358, 1990.
- [9] S. Akiyama, H. Ueno, K. Imagawa, A. Kitahara, S. Nagata, K. Morimoto, T. Nishikawa, M. Itoh, Foamed metal and method of producing same, US 4,713,277, 1987.
- [10] V.I. Shapovalov, Method for manufacturing porous articles, US 5,181,549, 1993.
- [11] J.F. Pashak, Cellularized Light Metal, US 2935396, 1960.
- [12] J. Baumeister, Verfahren zur Herstellung poröser Metallkörper, DE4018360C1, 1991.
- [13] V. Gergely, B. Clyne, The FORMGRIP process : foaming of reinforced metals by gas release in precursors, *Adv. Eng. Mater.* 2 (2000) 175–178.
- [14] K. Kitazono, Y. Takiguchi, Strain rate sensitivity and energy absorption of Zn-22Al foams, *Scr. Mater.* 55 (2006) 501–504.
- [15] K. Kitazono, Y. Kikuchi, E. Sato, Processing of Closed-Cell Magnesium Foams, *Mater. Sci. Forum.* 539 (2007) 1839–1844.
- [16] A. Irretier, J. Banhart, Lead and lead alloy foams, *Acta Mater.* 53 (2005) 4903–4917.
- [17] J. Banhart, Gold and gold alloy foams, *Gold Bull.* 41 (2008) 251–256.
- [18] D.S. Schwartz, D.S. Shih, R.J. Lederich, R.L. Martin, D.A. Deuser, Development and scale-up of the low density core process for Ti-64, in: D.S. Schwartz, D.S. Shih, A.G. Evans, H.N.G. Wadley (Hrsg.), *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.*, Materials Research Society, Warrendale, PA, 1998: S. 225–230.
- [19] C. Park, S. Nutt, PM synthesis and properties of steel foams, *Mater. Sci. Eng. A.* 288 (2000) 111–118.

- [20] D. Hao, Q. Jianzhong, D. Shuangqiang, X. Tianying, L. Tiefan, L.S. Wohn, Structure and oil retaining capacity of gasar copper fabricated by radial solidification with a combined crystallizer, *J. Mater. Process. Technol.* 210 (2010) 1523–1528.
- [21] H. Onishi, S.-K. Hyun, H. Nakajima, Effect of Hydrogen Pressure on Moisture-Based Fabrication of Lotus-Type Porous Nickel, *Mater. Trans.* 47 (2006) 2120–2124.
- [22] F. García-Moreno, Commercial Applications of Metal Foams: Their Properties and Production, *Materials (Basel)*. 9 (2016) 27.
- [23] D. Lehmus, M. Vesenjok, S. de Schampheleire, T. Fiedler, From stochastic foam to designed structure: Balancing cost and performance of cellular metals, *Materials (Basel)*. 10 (2017) 922.
- [24] W. Schatt, K.-P. Wieters, B. Kieback, Hrsg., *Pulvermetallurgie*, 2. Auflage, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2007.
- [25] P. Beiss, *Pulvermetallurgische Fertigungstechnik*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2013.
- [26] J.E. Garay, Current-Activated, Pressure-Assisted Densification of Materials, *Annu. Rev. Mater. Res.* 40 (2010) 445–468.
- [27] N. Saheb, Z. Iqbal, A. Khalil, A.S. Hakeem, N. Al Aqeeli, T. Laoui, A. Al-Qutub, R. Kirchner, Spark plasma sintering of metals and metal matrix nanocomposites: A review, *J. Nanomater.* (2012) Article ID 983470.
- [28] S. Grasso, Y. Sakka, G. Maizza, Electric current activated/assisted sintering (ECAS): a review of patents 1906–2008, *Sci. Technol. Adv. Mater.* 10 (2009) 1–24.
- [29] M. Tokita, Large-Size-WC/Co Functionally Graded Materials Fabricated by Spark Plasma Sintering (SPS) Method, *Mater. Sci. Forum.* 423–425 (2003) 39–44.
- [30] X.J. Chen, K.A. Khor, S.H. Chan, L.G. Yu, Overcoming the effect of contaminant in solid oxide fuel cell (SOFC) electrolyte: Spark plasma sintering (SPS) of 0.5 wt.% silica-doped yttria-stabilized zirconia (YSZ), *Mater. Sci. Eng. A.* 374 (2004) 64–71.
- [31] M. Yue, J.X. Zhang, W.Q. Liu, G.P. Wang, Chemical stability and microstructure of Nd-Fe-B magnet prepared by spark plasma sintering, *J. Magn. Magn. Mater.* 271 (2004) 364–368.
- [32] M. Yue, J. Zhang, Y. Xiao, G. Wang, T. Li, New Kind of NdFeB Magnet Prepared by Spark Plasma Sintering, *IEEE Trans. Magn.* 39 (2003) 3551–3553.
- [33] S.R. Casolco, J. Xu, J.E. Garay, Transparent/translucent polycrystalline nanostructured yttria stabilized zirconia with varying colors, *Scr. Mater.* 58 (2008) 516–519.
- [34] K. Morita, B.N. Kim, H. Yoshida, K. Hiraga, Spark-plasma-sintering condition optimization for producing transparent MgAl₂O₄ spinel polycrystal, *J. Am. Ceram. Soc.* 92 (2009) 1208–1216.
- [35] A.G. Bloxam, Improved Manufacture of Electric Incandescence Lamp filaments from Tungsten or Molybdenum or an Alloy thereof, GB 27,002, 1906.

- [36] R. Orrù, R. Licheri, A.M. Locci, A. Cincotti, G. Cao, Consolidation/synthesis of materials by electric current activated/assisted sintering, *Mater. Sci. Eng. R Reports*. 63 (2009) 127–287.
- [37] M. Omori, Sintering, consolidation, reaction and crystal growth by the spark plasma system (SPS), *Mater. Sci. Eng. A*. 287 (2000) 183–188.
- [38] U. Anselmi-Tamburini, J.R. Groza, Critical assessment: electrical field/current application—a revolution in materials processing/sintering?, *Mater. Sci. Technol.* (United Kingdom). 33 (2017) 1855–1862.
- [39] D.M. Hulbert, A. Anders, D. V. Dudina, J. Andersson, D. Jiang, C. Unuvar, U. Anselmi-Tamburini, E.J. Lavernia, A.K. Mukherjee, The absence of plasma in „spark plasma sintering“, *J. Appl. Phys.* 104 (2008).
- [40] D. Hitchcock, R. Livingston, D. Liebenberg, Improved understanding of the spark plasma sintering process, *J. Appl. Phys.* 117 (2015) 1–6.
- [41] G. Xie, O. Ohashi, T. Yoshioka, M. Song, K. Mitsuishi, H. Yasuda, K. Furuya, T. Noda, Effect of Interface Behavior between Particles on Properties of Pure Al Powder Compacts by Spark Plasma Sintering, *Mater. Trans.* 42 (2001) 1846–1849.
- [42] M. Zadra, F. Casari, L. Girardini, A. Molinari, Spark plasma sintering of pure aluminium powder: mechanical properties and fracture analysis, *Powder Metall.* 50 (2007) 40–45.
- [43] G. a. Sweet, M. Brochu, R.L. Hexemer, I.W. Donaldson, D.P. Bishop, Microstructure and mechanical properties of air atomized aluminum powder consolidated via spark plasma sintering, *Mater. Sci. Eng. A*. 608 (2014) 273–282.
- [44] G. Xie, O. Ohashi, K. Chiba, N. Yamaguchi, M. Song, K. Furuya, T. Noda, Frequency effect on pulse electric current sintering process of pure aluminum powder, *Mater. Sci. Eng. A*. 359 (2003) 384–390.
- [45] C.E. Wen, M. Mabuchi, Y. Yamada, K. Shimojima, Y. Chino, H. Hosokawa, T. Asahina, Processing of fine-grained aluminum foam by spark plasma sintering, *J. Mater. Sci. Lett.* 22 (2003) 1407–1409.
- [46] M. Hakamada, Y. Yamada, T. Nomura, Y. Chen, H. Kusuda, M. Mabuchi, Fabrication of Porous Aluminum by Spacer Method Consisting of Spark Plasma Sintering and Sodium Chloride Dissolution, *Mater. Trans.* 46 (2005) 2624–2628.
- [47] M. Krommenhoek, M. Shamma, K. Morsi, Processing, characterization, and properties of aluminum–carbon nanotube open-cell foams, *J. Mater. Sci.* 52 (2017) 3927–3935.
- [48] Z. Song, S. Kishimoto, The cell size effect of closed cellular materials fabricated by pulse current assisted hot isostatic pressing on the compressive behavior, *Scr. Mater.* 54 (2006) 1531–1535.
- [49] J. Lázaro, E. Solórzano, J.A. de Saja, M.A. Rodríguez-Pérez, Early anisotropic expansion of aluminium foam precursors, *J. Mater. Sci.* 48 (2013) 5036–5046.
- [50] A. Rack, H.-M. Helwig, A. Bütow, A. Rueda, B. Matijašević-Lux, L. Helfen, J. Goebbels, J. Banhart, Early pore formation in aluminium foams studied by synchrotron-based microtomography and 3-D image analysis, *Acta Mater.* 57 (2009) 4809–4821.

- [51] P.H. Kamm, F. García-Moreno, T.R. Neu, K. Heim, R. Mokso, J. Banhart, Fast Synchrotron X-Ray Tomography of Dynamic Processes in Liquid Aluminium Alloy Foam, *Adv. Eng. Mater.* 19 (2016) 1600550.
- [52] A.R. Kennedy, The effect of TiH₂ heat treatment on gas release and foaming in Al – TiH₂ preforms, *Scr. Mater.* 47 (2002) 763–767.
- [53] B. Matijasevic, J. Banhart, Improvement of aluminium foam technology by tailoring of blowing agent, *Scr. Mater.* 54 (2006) 503–508.
- [54] C. Jiménez, F. Garcia-Moreno, B. Pfretzschner, M. Klaus, M. Wollgarten, I. Zizak, G. Schumacher, M. Tovar, J. Banhart, Decomposition of TiH₂ studied in situ by synchrotron X-ray and neutron diffraction, *Acta Mater.* 59 (2011) 6318–6330.
- [55] C. Jiménez, F. Garcia-Moreno, A. Rack, R. Tucoulou, M. Klaus, B. Pfretzschner, T. Rack, P. Cloetens, J. Banhart, Partial decomposition of TiH₂ studied in situ by energy-dispersive diffraction and ex situ by diffraction microtomography of hard X-ray synchrotron radiation, *Scr. Mater.* 66 (2012) 757–760.
- [56] Webseite pohltec metalfoam GmbH, (2017). <http://www.metalfoam.de/> (zugegriffen 2. Februar 2018).
- [57] H.-W. Seeliger, Aluminium foam sandwich (AFS) ready for market introduction, *Adv. Eng. Mater.* 6 (2004) 448–451.
- [58] Sartorius AG, Betriebsanleitung Sartorius YDK 01, (2006).
- [59] P.K. Samal und J.W. Newkirk (Hrsg.), *ASM Handbook, Vol. 7: Powder Metallurgy*, ASM International, 1998.
- [60] I. Miccoli, F. Edler, H. Pfnür, C. Tegenkamp, The 100th anniversary of the four-point probe technique: The role of probe geometries in isotropic and anisotropic systems, *J. Phys. Condens. Matter.* 27 (2015).
- [61] F. Garcia-Moreno, M. Fromme, J. Banhart, Real-time X-ray Radioscopy on Metallic Foams Using a Compact Micro-Focus Source, *Adv. Eng. Mater.* 6 (2004) 416–420.
- [62] J.L. Fife, M. Rappaz, M. Pistone, T. Celcer, G. Mikuljan, M. Stampanoni, Development of a laser-based heating system for in situ synchrotron-based X-ray tomographic microscopy, *J. Synchrotron Radiat.* 19 (2012) 352–358.
- [63] R. Mokso, C.M. Schlepütz, G. Theidel, H. Billich, E. Schmid, T. Celcer, G. Mikuljan, L. Sala, F. Marone, N. Schlumpf, M. Stampanoni, GigaFRoST: The gigabit fast readout system for tomography, *J. Synchrotron Radiat.* 24 (2017) 1250–1259.
- [64] Henze BNP AG (Hrsg.), HeBoSint® Produktdatenblatt, 2017. https://www.henze-bnp.de/PDF/HeBoSint_PD_D.pdf (zugegriffen 17. Februar 2018).
- [65] P.H. Kamm, Der Schäumprozess von Aluminiumlegierungen : Tomoskopische Untersuchung der Gasnukleation, Dissertation - Technische Universität Berlin, 2017.
- [66] B.A. Dowd, G.H. Campbell, R.B. Marr, V. V Nagarkar, S. V Tipnis, L. Axe, D.P. Siddons, Developments in synchrotron x-ray computed microtomography at the National Synchrotron Light Source, in: *Proc. SPIE*, 1999: S. 3713–3772.

- [67] M. Dobecki, Herstellung von Metallschaumhalbzeugen unter kontrollierter Atmosphäre, Bachelorarbeit - Technische Universität Berlin, 2016.
- [68] F. García-Moreno, M. Mukherjee, E. Solórzano, J. Banhart, Metal foams - Towards microcellular materials, *Int. J. Mater. Res.* 101 (2010) 1134–1139.
- [69] J. Banhart, Foam Metal : The Recipe, *Europhys. News.* (1999) 17–20.
- [70] M. Mukherjee, F. Garcia-Moreno, C. Jiménez, J. Banhart, Al and Zn foams blown by an intrinsic gas source, *Adv. Eng. Mater.* 12 (2010) 472–477.
- [71] A. Ibrahim, C. Körner, R.F. Singer, Investigation of micro pore creation on the PM-foam morphology, in: R.F. Singer, C. Körner, V. Altstädt, H. Münstedt (Hrsg.), *Cell. Met. Polym.*, Trans Tech Publications, 2004: S. 61–64.
- [72] J. Heßmann, Einfluss von Zink auf die Schäumbarkeit von Aluminiumlegierungen, Bachelorarbeit - Technische Universität Berlin, 2016.
- [73] N. von der Eltz, Einfluss des Mischungsverhältnisses verschiedener Pulver auf das Schäumverhalten von Aluminiumlegierungen, Bachelorarbeit - Technische Universität Berlin, 2017.
- [74] H.-M. Helwig, S. Hiller, F. Garcia-Moreno, J. Banhart, Influence of compaction conditions on the foamability of AlSi8Mg4 alloy, *Metall. Mater. Trans. B Process Metall. Mater. Process. Sci.* 40 (2009) 755–767.
- [75] N.C. Dinh, Herstellung von Metallschaumhalbzeugen mittels Strangpressen, Bachelorarbeit - Technische Universität Berlin, 2016.
- [76] D. Kostic, Einfluss der Strangpressmatrize auf das Schäumverhalten gepresster Aluminiumschaumhalbzeuge, Bachelorarbeit - Technische Universität Berlin, 2017.
- [77] F. Ostermann, *Anwendungstechnologie Aluminium*, 2. Auflage, Springer Berlin Heidelberg, 2007.
- [78] B. Predel, Al-Mg (Aluminum-Magnesium): Datenblatt, in: O. Madelung (Hrsg.), *Landolt-Börnstein - Gr. IV Phys. Chem. Vol. 5A „Ac-Au – Au-Zr“*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1991.
- [79] W.F. Gale, T.C. Totemeier, Hrsg., *Smithells Metals Reference Book*, 8. Auflage, Elsevier Butterworth-Heinemann, 2004.
- [80] E.B. Watson, J.D. Price, Kinetics of the reaction $MgO + Al_2O_3 \rightarrow MgAl_2O_4$ and Al-Mg interdiffusion in spinel at 1200 to 2000°C and 1.0 to 4.0 GPa, *Geochim. Cosmochim. Acta.* 66 (2002) 2123–2138.
- [81] J.L. Estrada, J. Duszczyk, B.M. Korevaar, Gas entrapment and evolution in prealloyed aluminium powders, *J. Mater. Sci.* 26 (1991) 1431–1442.
- [82] W. Schatt, *Sintervorgänge : Grundlagen*, VDI Verlag, Düsseldorf, 1992.
- [83] M. Dlapka, H. Danninger, C. Gierl, B. Lindqvist, Defining the pores in PM components, *Met. Powder Rep.* 65 (2010) 30–33.
- [84] G.B. Schaffer, B.J. Hall, S.J. Bonner, S.H. Huo, T.B. Sercombe, The effect of the atmosphere and the role of pore filling on the sintering of aluminium, *Acta Mater.* 54 (2006) 131–138.
- [85] G. Brauer (Hrsg.), *Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie in drei Bänden*, 3. Auflage, Ferdinand Enke Verlag, Stuttgart, 1981.

- [86] T. Schubert, T. Pieczonka, S. Baunack, B. Kieback, The Influence of the Atmosphere and Impurities on the Sintering Behaviour of Aluminium, in: EURO PM 2005. Conf. Proc., 2005.
- [87] F. García-Moreno, M. Mukherjee, C. Jiménez, J. Banhart, Pressure-Induced Foaming of Metals, *JOM*. 67 (2015) 955–965.
- [88] G.B. Schaffer, B.J. Hall, The influence of the atmosphere on the sintering of aluminum, *Metall. Mater. Trans. A*. 33 (2002) 3279–3284.
- [89] B. Predel, Al-Zn (Aluminum-Zink) Datenblatt, in: O. Madelung (Hrsg.), *Landolt-Börnstein - Gr. IV Phys. Chem. Vol. 5A „Ac-Au – Au-Zr“*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 1991.
- [90] D. Petrov, A. Watson, J. Gröbner, P. Rogl, J.-C. Tedenac, M. Bulanova, V. Turkevich, H.L. Lukas, Al-Mg-Zn (Aluminium - Magnesium - Zink) Datenblatt, in: G. Effenberg, S. Ilyenko (Hrsg.), *Light Met. Syst. Part 3 Sel. Syst. from Al-Fe-V to Al-Ni-Zr*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2005.
- [91] R.N. Lumley, T.B. Sercombe, G.B. Schaffer, Surface oxide and the role of magnesium during the sintering of aluminum, *Metall. Mater. Trans. A*. 30 (1999) 457–463.
- [92] T.R. Neu, Schäumen von Magnesium und Magnesiumlegierungen, Bachelorarbeit - Technische Universität Berlin, 2010.
- [93] Z.A. Munir, U. Anselmi-Tamburini, M. Ohyanagi, The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials: A review of the spark plasma sintering method, *J. Mater. Sci.* 41 (2006) 763–777.
- [94] B. Pfretzschner, Heißkompaktieren der Legierung AlMg15Cu10 zur Herstellung schäumbarer Halbzeuge, Studienarbeit - Technische Universität Berlin, 2013.
- [95] P. Herger, Elektrische Leitfähigkeit von kugelförmigem Kupferpulver unter Druck, *Arch. f. Elektrotechnik*. 59 (1977) 275–277.
- [96] FRIATEC AG (Hrsg.), Werkstoffdatenblatt DEGUSSIT AL23hf, (2018). http://www.friatec.de/content/friatec/de/Keramik/FRIALIT-DEGUSSIT-Oxidkeramik/Technische-Keramik/downloads/WD_FRIALIT-AL23hf.pdf (zugegriffen 10. April 2018).
- [97] Lucefin S.p.A. (Hrsg.), Technisches Datenblatt X5CrNi18-10, (2012). http://www.lucefin.com/wp-content/files_mf/1.430189.pdf (zugegriffen 24. Februar 2018).
- [98] J. Eichler, C. Lesniak, Boron nitride (BN) and BN composites for high-temperature applications, *J. Eur. Ceram. Soc.* 28 (2008) 1105–1109.
- [99] L. Bonaccorsi, E. Proverbio, Powder compaction effect on foaming behavior of uni-axial pressed PM precursors, *Adv. Eng. Mater.* 8 (2006) 864–868.
- [100] J.E. Alaniz, A.D. Dupuy, Y. Kodera, J.E. Garay, Effects of applied pressure on the densification rates in current-activated pressure-assisted densification (CAPAD) of nanocrystalline materials, *Scr. Mater.* 92 (2014) 7–10.
- [101] P.S. Ho, T. Kwok, Electromigration in metals, *Reports Prog. Phys.* 52 (1989) 301–348.
- [102] E. Olevsky, L. Froyen, Constitutive modeling of spark-plasma sintering of conductive materials, *Scr. Mater.* 55 (2006) 1175–1178.

- [103] C.S. Bonifacio, T.B. Holland, K. Van Benthem, Evidence of surface cleaning during electric field assisted sintering, *Scr. Mater.* 69 (2013) 769–772.
- [104] D. V. Dudina, B.B. Bokhonov, Elimination of oxide films during Spark Plasma Sintering of metallic powders: A case study using partially oxidized nickel, *Adv. Powder Technol.* 28 (2017) 641–647.
- [105] R. Degraeve, Oxide Reliability Issues, in: H.R. Huff, D.C. Gilmer (Hrsg.), *High Dielectr. Constant Mater. VLSI MOSFET Appl.*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, Heidelberg, 2005: S. 91–120.
- [106] N. Babcsán, J. Banhart, Metal Foams: Towards High-Temperature Colloid Chemistry, in: B.P. Binks, T.S. Horozov (Hrsg.), *Colloid. Part. Liq. Interfaces*, Cambridge University Press, Cambridge, 2006: S. 445–499.
- [107] B. Predel, Al-Si (Aluminum-Silizium) Datenblatt, in: O. Madelung (Hrsg.), *Landolt-Börnstein - Gr. IV Phys. Chem. · Vol. 5A „Ac-Au – Au-Zr“*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1991.
- [108] B. Predel, Mg-Si (Magnesium-Silizium): Datenblatt, in: O. Madelung (Hrsg.), *Landolt-Börnstein - Gr. IV Phys. Chem. · Vol. 5H „Li-Mg – Nd-Zr“*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, o. J.
- [109] O. Bodak, N. Chakraborti, K.C. Hari Kumar, H.-L. Lukas, L. Rokhlin, K.C.H. Kumar, N. Chakraborti, H.-L. Lukas, O. Bodak, L. Rokhlin, Al-Mg-Si (Aluminium - Magnesium - Silizium): Datenblatt, in: G. Effenberg, S. Ilyenko (Hrsg.), *Landolt-Börnstein - Gr. IV Phys. Chem. · Vol. 11A3 „Light Met. Syst. Part 3“*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2005.
- [110] N. Chawla, J.J. Williams, X. Deng, C. McClimon, L. Hunter, S.H. Lau, Three dimensional (3D) characterization and modeling of porosity in powder metallurgy (P/M) steels, *Int. J. Powder Metall.* 45 (2009) 19–27.
- [111] A.S. Palma, J.L. Iturbe-García, B.E. López-Muñoz, A.S. Jiménez, MgAl alloy synthesis, characterization and its use in hydrogen storage, *Int. J. Hydrogen Energy.* 35 (2010) 12120–12124.
- [112] B. Vigeholm, J. Kjøller, B. Larsen, A.S. Pedersen, Formation and decomposition of magnesium hydride, *J. Less Common Met.* 89 (1983) 135–144.
- [113] J. Zhang, Z. Fan, Y.Q. Wang, B.L. Zhou, Equilibrium pseudobinary Al–Mg₂Si phase diagram, *Mater. Sci. Technol.* 17 (2001) 494–496.
- [114] A. Kimura, M. Shibata, K. Kondoh, Y. Takeda, M. Katayama, T. Kanie, H. Takada, Reduction mechanism of surface oxide in aluminum alloy powders containing magnesium studied by x-ray photoelectron spectroscopy using synchrotron radiation, *Appl. Phys. Lett.* 70 (1997) 3615–3617.
- [115] C. Jiménez, F. Garcia-Moreno, M. Mukherjee, O. Goerke, J. Banhart, Improvement of aluminium foaming by powder consolidation under vacuum, *Scr. Mater.* 61 (2009) 552–555.
- [116] C. Körner, M. Arnold, R.F. Singer, Metal foam stabilization by oxide network particles, *Mater. Sci. Eng. A.* 396 (2005) 28–40.
- [117] P. Weigand, Untersuchung der Einflußfaktoren auf die pulvermetallurgische Herstellung von Aluminiumschäumen, Verl. MIT, 1999. <http://publications.rwth-aachen.de/record/55665>.

- [118] S. Asavavisithchai, A.R. Kennedy, Effect of powder oxide content on the expansion and stability of PM-route Al foams, J. Colloid Interface Sci. 297 (2006) 715–723.
- [119] Z.K. Cao, B. Li, G.C. Yao, Y. Wang, Fabrication of aluminum foam stabilized by copper-coated carbon fibers, Mater. Sci. Eng. A. 486 (2008) 350–356.
- [120] J. Frei, V. Gergely, A. Mortensen, T.W. Clyne, The effect of prior deformation on the foaming behavior of „FORMGRIP“ precursor material, Adv. Eng. Mater. 4 (2002) 749–752.
- [121] H.-M. Helwig, Einfluss von Verdichtungsparametern und Legierungselementen auf das Schäumverhalten von Aluminiumpulverpresslingen, Dissertation - Technische Universität Berlin, 2009.

Abkürzungsverzeichnis

AFS	Aluminium Foam Sandwich (engl.: Aluminiumschaumsandwich)
CAPAD	Current Activated Pressure Assisted Densification (engl.: Stromaktivierte druckunterstützte Verdichtung)
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
mKK	mit Kaltkompaktierung
oVK	ohne Vorkompaktierung
PHM	Presshilfsmittel
REM	Rasterelektronenmikroskop,
TOMCAT	T omographic M icroscopy and C oherent R adiology Experiments (Strahlrohr am Synchrotron des Paul Scherrer Instituts (Schweiz))
tps	Tomographie(n) pro Sekunde
WB	Wärmebehandlung

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1-1 – Darstellung möglicher Anwendungsbereiche zellularer Metalle	1
Abbildung 1-2 – Bild zweier zellularer Metalle	2
Abbildung 1-3 – Bedeutende Eigenschaftsbereiche von Metallschäumen	3
Abbildung 1-4 – Verfahrensschritte in der Pulvermetallurgie	4
Abbildung 2-1 – Verwendete Form beim uniaxialen Pressen	8
Abbildung 2-2 – Aufbau der Druckkammer	9
Abbildung 2-3 – Skizze des Strangpressaufnehmers und der verwendeten Matrize	10
Abbildung 2-4 – Herstellungsprozess von AFS	11
Abbildung 2-5 – Skizze des CAPAD-Aufbaus	12
Abbildung 2-6 – Ersatzschaubild des CAPAD-Aufbaus	13
Abbildung 2-7 – Skizze des verwendeten Widerstandsmessungsaufbaus	15
Abbildung 2-8 – Skizze des Tomographie-Aufbaus an der TOMCAT-Beamline	18
Abbildung 2-9 – Fehlerhaft erkannte Pore bei der Analyse	19

Abbildung 3-1 – Dichte und Widerstand der unter verschiedenen Atmosphären kompaktierten Halbzeuge	21
Abbildung 3-2 – Gefüge der unter Atmosphären kompaktierten Halbzeuge	22
Abbildung 3-3 – Expansion der unter Atmosphären kompaktierten Halbzeuge	23
Abbildung 3-4 – Porosität und Blasendichte der unter verschiedenen Atmosphären kompaktierten Halbzeuge	24
Abbildung 3-5 – Dichte und Widerstand der wärmebehandelten Halbzeuge	25
Abbildung 3-6 – Gefüge der wärmebehandelten Halbzeuge	26
Abbildung 3-7 – REM-EDX-Analyse der wärmebehandelten Halbzeuge	26
Abbildung 3-8 – Expansion der wärmebehandelten Halbzeuge.	27
Abbildung 3-9 – Radiographien während des Schäumens der wärmebehandelten Proben	28
Abbildung 3-10 – Porengrößenverteilung der erstarrten Proben aus Abbildung 3-9	28
Abbildung 3-11 – Porosität und Blasendichte der wärmebehandelten Halbzeuge	29
Abbildung 3-12 – Analyse der Blasenform für die nicht wärmebehandelte Probe	30
Abbildung 3-13 – Dichte und Widerstand der Halbzeuge mit 1,5 Gew.-% verschiedener Amidwachse	31
Abbildung 3-14 – Gefügebilder der Halbzeuge mit verschiedenen Amidwachse	31
Abbildung 3-15 – Flächenexpansion beim Schäumen der Halbzeuge mit 1,5 Gew.-% verschiedener Amidwachse	32
Abbildung 3-16 – Dichte und Widerstand der Halbzeuge mit x Gew.-% Licowax C.	33
Abbildung 3-17 – Expansion und Schrumpfung der Halbzeuge mit Licowax C	33
Abbildung 3-18 – Porengrößenverteilung erstarrter Proben aus Abbildung 3-17.	34
Abbildung 3-19 – Dichte und Widerstandes der Halbzeuge mit Zinkzusatz	35
Abbildung 3-20 – Expansion der Halbzeuge mit Zinkzusatz	35
Abbildung 3-21 – Porosität und Blasendichte des Halbzeuges mit 1 % Zink.	36
Abbildung 3-22 – Dichte und Widerstandes der AlSi8Mg4Zn1-Halbzeuge mit WB	37
Abbildung 3-23 – Gefüge der AlSi8Mg4Zn1-Halbzeuge mit WB	37
Abbildung 3-24 – Verlauf der Expansion der AlSi8Mg4Zn1-Halbzeuge mit WB	38
Abbildung 3-25 – Dichte und Widerstand der Halbzeuge mit vorlegierten Pulver	38
Abbildung 3-26 – Gefüge der Halbzeuge mit vorlegierten Pulver	39
Abbildung 3-27 – Expansion der Halbzeuge mit vorlegierten Pulver	40
Abbildung 3-28 – Porosität / Blasendichte des Halbzeugs mit vorlegiertem Pulver	40
Abbildung 3-29 – Dichte, Widerstand und Expansion uniaxial gepressten Proben,	41
Abbildung 3-30 – Gefüge der Halbzeuge kompaktiert mit 115 MPa oder 230 MPa.	41
Abbildung 3-31 – Radiographien während des Schäumens der Proben, die mit 172 MPa, 230 MPa und 288 MPa kompaktiert wurden	42
Abbildung 3-32 – Mikroskopische Aufnahmen der stranggepressten Halbzeuge	43
Abbildung 3-33 – Porosität und Blasendichte der stranggepressten Halbzeuge.	44
Abbildung 3-34 – Analyse der Porenform der stranggepressten Halbzeuge	45
Abbildung 3-35 – Gefüge der schäumbaren Schicht des Sandwichmaterials	46
Abbildung 3-36 – Radiographien während des Schäumens der gewalzten Probe	46
Abbildung 3-37 – Vormaterial und geschäumte Platte des AFS®	46
Abbildung 3-38 – Porosität und Blasendichte der gewalzten Probe	47
Abbildung 3-39 – Analyse der Porenform der gewalzten Probe	48

Abbildung 3-40 – Spannungs, Stromstärke und Temperatur CAPAD unterschiedliche Pulverhöhen	48
Abbildung 3-41 – Kraft während Pressvorgang CAPAD unterschiedliche Höhen	49
Abbildung 3-42 – Gefüge der Halbzeuge CAPAD unterschiedliche Pulverhöhen	50
Abbildung 3-43 – Dichten Widerstand Expansions und Schäumradiographien CAPAD unterschiedliche Pulverhöhen	50
Abbildung 3-44 – Spannungs und Temperatur CAPAD unterschiedliche Dauer	51
Abbildung 3-45 – Gefüge der Halbzeuge CAPAD unterschiedliche Dauer	51
Abbildung 3-46 – Dichten Widerstand und Expansions CAPAD unterschiedliche Dauer	52
Abbildung 3-47 – Radiographien beim Schäumen CAPAD unterschiedliche Dauer	53
Abbildung 3-48 – Porosität und Blasendichte CAPAD unterschiedliche Dauer	54
Abbildung 3-49 – Spannung/Temperatur/Kraft CAPAD unterschiedliche Presskraft	55
Abbildung 3-50 – Gefüge der Halbzeuge CAPAD unterschiedliche Presskraft	55
Abbildung 3-51 – Dichten Widerstand und Expansions CAPAD unterschiedliche Presskraft	56
Abbildung 3-52 – Schäumradiographien CAPAD unterschiedliche Presskraft	57
Abbildung 3-53 – Porengrößenverteilung CAPAD unterschiedliche Presskraft	57
Abbildung 3-54 – Porosität und Blasendichte CAPAD unterschiedliche Presskraft	58
Abbildung 3-55 – Analyse der Porenform einer Probe mit CAPAD kompaktiert	59
Abbildung 3-56 – Spannung/Temperatur/Kraft CAPAD leitende Form	59
Abbildung 3-57 – Gefüge der Proben CAPAD leitende Form	60
Abbildung 3-58 – REM-EDX-Linienscans einer Probe von CAPAD leitende Form	60
Abbildung 3-59 – Dichten Widerstand und Expansions CAPAD leitende Form	61
Abbildung 3-60 – Schäumradiographien CAPAD leitende Form	62
Abbildung 3-61 – Porengrößenverteilung CAPAD leitende Form	62
Abbildung 4-1 – Vergleich Dichte Widerstandes unterschiedliche Kompaktierung	63
Abbildung 4-2 – Härtemessungen für unterschiedlichen Kompaktierungsmethoden	64
Abbildung 4-3 – REM-EDX-Aufnahme AlMg-Partikels in der 8 h WB Probe	65
Abbildung 4-4 – Temperatur und Kraftverlauf bei CAPAD und uniaxiales Pressen.	70
Abbildung 4-5 – Spannung (Kupferplatten) / Spannung (Netzteil) und Kabel- und Kontaktwiderstand bei einer CAPAD-Kompaktierung	70
Abbildung 4-6 – Darstellung Pulverpartikeln während einer CAPAD-Kompaktierung	71
Abbildung 4-7 – Reduziertes Ersatzschaltbild des CAPAD-Versuchsaufbaus	72
Abbildung 4-8 – Errechnete Einzelwiderstände bei einer CAPAD-Kompaktierung	73
Abbildung 4-9 – Widerstände des Pulverkörpers für verschiedene Presskräfte und Pulverhöhen	74
Abbildung 4-10 – Aufheizung bei CAPAD-Kompaktierung eines Bornitrd-Presskörpers Differenz der Spannungen zu dieser nichtleitenden Probe.	75
Abbildung 4-11 – Differenz der Temperatur im Stempel und im Mantel.	76
Abbildung 4-12 – Dichte über Kompaktierungsdruck - CAPAD (leitende und isolierende Form) und Heizung über eine Heizmanschette	77
Abbildung 4-13 – Härtemessungen mittels CAPAD hergestellte Proben.	78
Abbildung 4-14 – Schaumstadien	79
Abbildung 4-15 – Austretende Schmelzetropfen in manchen Proben	79
Abbildung 4-16 – Nukleationsrate über der Temperatur	81

Abbildung 4-17 – Stabilität einer schon vorhandenen Blase beim Schäumen	82
Abbildung 4-18 – Mikroskopische Aufnahme gebrochener TiH ₂ -Partikel.	83
Abbildung 4-19 – Expansion über Pressdruck - CAPAD und uniaxiales Pressen.	87
Abbildung 4-20 – Expansion über Dichte - CAPAD und uniaxiales Pressen.	88
Abbildung 4-21 – Expansion über Dichte - Variationen uniaxiales Pressen und Strangpressen	89

Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-1: Liste der verwendeten Metallpulver	7
Tabelle 2-2: Liste der verwendeten Amidwachse	7
Tabelle 2-3: Liste der verwendeten Atmosphären und deren Spezifikationen	9
Tabelle 4-1: Rückstände der Amidwachse nach einer Temperaturbehandlung	68