

In-situ Untersuchung des Schädigungsverhaltens
mehrphasiger Werkstoffe unter
thermischer und mechanischer Beanspruchung

vorgelegt von
Dipl.-Ing. Bettina Camin
aus Hannover

von der Fakultät III – Prozesswissenschaften
der Technischen Universität Berlin
zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor der Ingenieurwissenschaften
- Dr.-Ing. -

genehmigte Dissertation

Promotionsausschuss:

Vorsitzende: Prof. Dr.-Ing. C. Fleck
Gutachter: Prof. Dr. rer. nat. W. Reimers
Gutachterin: Prof. Dr.-Ing. B. Skrotzki

Tag der wissenschaftlichen Aussprache: 10.12.2014

Berlin 2014

D 83

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand am Fachgebiet Metallische Werkstoffe der Technischen Universität Berlin.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr. Walter Reimers für die Ermöglichung meiner Promotion, die Betreuung und Begutachtung der Arbeit. In zahlreichen Diskussionen habe ich wertvolle Anregungen erhalten, die die Arbeit gefördert haben.

Frau Prof. Dr.-Ing. Birgit Skrotzki danke ich herzlich für die freundliche Übernahme des Gutachtens, die fachlich überaus hilfreichen Gespräche und ihr großes Engagement.

Bei Frau Prof. Dr.-Ing. Claudia Fleck bedanke ich mich für die Übernahme des Vorsitzes des Promotionsausschusses.

Frau Prof. Dr. Anke Kaysser- Pyzalla danke ich für die Anregung des Themas.

Mein Dank gilt weiterhin Herrn Dr.-Ing. S. Gall sowie Herrn Dipl.-Ing. M. Lentz für die Durchsicht der Arbeit und ihre Hinweise. Zudem danke ich Herrn Dr.rer.nat H.-M. Mayer und Herrn Dr.-Ing. T. Link für stete Diskussionsbereitschaft.

Darüber hinaus bedanke ich mich bei Herrn H.-J. Kauka, Herrn M. Hill, Frau E. Altunay, Frau A. Kilian, Herrn Dipl.-Phys. C. Fahrenson, Herrn Dipl.-Ing. (FH) U. Gernert, Herrn Dipl.-Ing. (FH) J. Nissen für die Herstellung, metallographische Präparation und spezielle Analysen der Proben.

Ferner möchte ich Frau S. Quander, Frau Dipl.-Ing. M. Paulisch, Frau Dipl.-Ing. K. Brömmelhoff sowie allen jetzigen und ehemaligen Kollegen des Fachgebiets vor Ort und am Forschungszentrum Strangpressen, die ich nicht explizit erwähnt habe, für die gute Zusammenarbeit und das angenehme Arbeitsklima in den letzten Jahren danken.

Für die Unterstützung bei den Experimenten an der ESRF danke ich Herrn Dr. M. Di Michiel, Herrn Dr. T. Buslaps und Frau Dr. E. Boller sowie allen Teilnehmern der begleitenden Teams, insbesondere Frau Dr. Augusta Isaac, Herrn Dr.-Ing. M. Huppmann und Herrn Dimas Souza.

Ein weiterer Dank gilt Herrn Dr.-Ing. M. Huppmann und Frau A. Kilian, die im Rahmen ihrer studentischen Tätigkeiten und Diplom- bzw. Bachelorarbeiten einen Beitrag zu dieser Arbeit geleistet haben.

Abschließend möchte ich meinem Ehemann, Herrn Dr. Michael Camin, für seine Unterstützung und Geduld danken.

Kurzzusammenfassung

Es werden die Kriechschädigungsmechanismen in Leichtmetall-Verbundwerkstoffen (Metal Matrix Composites = MMC) untersucht. Die in-situ μ -Tomographie mit Synchrotron-Röntgenstrahlung als abbildendes Verfahren bietet den Vorteil zeitaufgelöster Messungen. Die mikrostrukturellen Mechanismen, die die Schädigung hervorrufen und zum Kriechbruch führen, werden zeitabhängig und lokal im Volumen analysiert sowie mit dem makroskopischen Kriechverhalten korreliert. Anhand bestehender Modelle zur Beschreibung der Kriechschädigung werden die Porosität in der metallischen Matrix, das Versagen der keramischen Verstärkungen sowie die Matrixablösungen von den Verstärkungen charakterisiert. Die Modelle nutzen phänomenologische Kriterien für die qualitative Analyse der Schädigung in den einzelnen Kriechstadien einerseits und Bestimmung der Entstehungs- sowie Entwicklungsmechanismen andererseits. Aus der Kombination der Modelle, die die rechnerischen Grundlagen liefern, und deren Erweiterung für den 3-dimensionalen Anwendungsfall werden Methoden für die zeitabhängige quantitative Beschreibung der Kriechschädigung entwickelt. Die Schädigungsprozesse zeigen eine Abhängigkeit von den gewählten Kriechbelastungen.

Allen untersuchten MMC-Werkstoffen -Titan+15%(SiC)_p, AA6061+22%(Al₂O₃)_p sowie AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p- ist in den frühen Kriechstadien die Schädigung aufgrund von Porenbildung und -wachstum in der Matrix durch den Mechanismus der Oberflächendiffusion gemeinsam. Es zeigt sich innerhalb der späteren Kriechstadien, dass in den drei Werkstoffen letztendlich jedoch unterschiedliche Mechanismen zum Versagen führen. In den partikelverstärkten Werkstoffen Titan+15%(SiC)_p und AA6061+22%(Al₂O₃)_p verursachen bei höheren Temperaturen nach wie vor die Schädigungsprozesse in der Matrix durch Porenbildung und -wachstum den Kriechbruch. Bewirkt in dem MMC Titan+15%(SiC)_p nach einem Mechanismuswechsel das Versetzungskriechen ein überproportionales Porenwachstum in Relation zur Kriechdehnung, so bleibt in dem Werkstoff AA6061+22%(Al₂O₃)_p die Oberflächendiffusion weiterhin kriechschädigungsbestimmend und proportional zur Kriechdehnung. Bei einem bei niedriger Temperatur und hoher mechanischer Belastung durchgeführten Experiment des Werkstoffs AA6061+22%(Al₂O₃)_p und dem hybridverstärkten MMC AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p sind Verstärkungsbrüche ursächlich für das Versagen. Das Wachstum der Bruchspalten der Partikel (Al-MMC) bzw. der Fasern (Mg-MMC) findet in beiden Werkstoffen proportional zur Kriechdehnung statt.

Für das zeit-, spannungs und temperaturabhängige Kriechschädigungs- und Kriechbruchverhalten durch mikrostrukturelle Schädigungsmechanismen in der metallischen Matrix, Brüche der Partikel- bzw. Kurzfaserverstärkungen sowie Matrixablösung von den Verstärkungen werden modellhafte grafische Darstellungen entwickelt.

Abstract

The creep damage mechanisms in Lightmetal based Metal Matrix Composites (MMCs) are analysed. In-situ μ -tomography using synchrotron X-ray radiation is a 3-dimensional imaging technique and exhibits the advantage of time-resolved studies. This enables in-situ investigations of damage during creep. The mechanisms of creep damage and creep fracture are analysed time-resolved and space-resolved in the volume. Thereby, microstructural damage mechanisms such as void formation in the matrix, reinforcement fracture and delamination of the matrix from the reinforcements can be detected and correlated to the macroscopic creep curve. To characterize the creep damage in the different creep stages existing models were used, which are specifying the phenomenology of the damage and give qualitative information about damage formation and evolution. These models were combined and extended for the application to 3-dimensional data sets. Hence a method is developed which gives the equations for time-resolved quantification of the determined creep damage mechanisms. The damage processes are depending on mechanical stresses and temperature.

During the early creep stages surface diffusion dominates the creep damage through void formation and evolution regardless of the investigated MMC-materials Titan+15%(SiC)_p, AA6061+22%(Al₂O₃)_p and AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p. In the later creep stages the damage mechanisms which lead to creep fracture are different for each MMC. In the particle reinforced MMCs Titan+15%(SiC)_p and AA6061+22%(Al₂O₃)_p void formation and evolution in the matrix results in creep fracture at higher temperatures. The main process in the Titan+15%(SiC)_p-MMC is super-proportionally void growth by power-law creep in relation to creep strain. In contrast the surface diffusion determines void growth which remains proportional to creep strain in the AA6061+22%(Al₂O₃)_p-MMC. However, at high mechanical stress and low temperature reinforcement fracture is observed in AA6061+22%(Al₂O₃)_p as well as in the hybrid reinforced AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p-MMC. The growth of the particle breakage (Al-MMC) respectively short-fiber breakage (Mg-MMC) is the main mechanism of creep failure and proportional to creep strain.

The analysis of the experimental data enabled the generation of illustrations visualizing the creep damage and failure as a function of time, stress and temperature. These illustrations consider the microstructural damage mechanisms in the metallic matrix as well as fracture of reinforcements (particles or short fibers) and matrix-reinforcement delamination.

Symbole und Abkürzungen

a	scheinbare minimale Kriechrate bei Vorhandensein einer Schwellwertspannung
a_1	Parameter, der den Einfluss von Materialparameter und Spannung zusammenfasst
A, A'	Materialkonstante
A_f	Faserbruchfläche
b	Partikelbreite
\vec{b}	Burgersvektor
b_r	Rissbreite
B	Proportionalitätsfaktor
d	Partikelgröße
d_F	Faserdurchmesser
\bar{d}_F	durchschnittlicher Faserdurchmesser
d_T	Teilchengröße
e	Dicke der Reaktionszone
f	Volumenanteil der Verstärkungsphase im Verbund
f_h	Porenfläche
f_t^b	kritischer Flächenanteil der Porosität durch Korngrenzendiffusion
f_t^s	kritischer Flächenanteil der Porosität durch Oberflächendiffusion
F	Kraft
C	Faserorientierungsfaktor
C', C_1'	Konstanten
C_{MG}	Monkman-Grant-Konstante
D	Diffusionskoeffizient
D_B	Korngrenzen-Diffusionskoeffizient
D_S	Oberflächen-Diffusionskoeffizient
D_v	Gitterdiffusionskoeffizient
E	Elastizitätsmodul
E_f	Elastizitätsmodul der Faser
F	Kraft
f_{ges}	integrale Porosität
f_{Nges}	Gesamtporenanzahl
f_{Vges}	Gesamtporenvolumen
G	Schubmodul
h	Partikellänge
hdp	hexagonaldichtestgepackte Gitterstruktur
I	Strahlintensität des geschwächten Strahlstroms
I_0	Strahlintensität des Primärstrahlstroms
k	Boltzmann-Konstante: $1,38 \cdot 10^{-23}$ J/K
K, K_1	Konstante
kfz	kubischflächenzentrierte Gitterstruktur
krz	kubischraumzentrierte Gitterstruktur
l	halber Porenabstand
\bar{l}	durchschnittliche Faserlänge
l_c	kritische Faserlänge
l_m	mittlere Faserlänge
l_{frag}	Länge der Faserbruchfragmente
m, m'	Konstanten
n	Nortonexponent

Symbole und Abkürzungen

n_w	wahrer Spannungsexponent
N_0	Porenanzahl im Ausgangszustand
N_p	Porenanzahl in Abhängigkeit von der Kriechdehnung
ΔN_p	Änderung der Gesamtporenanzahl
ΔN_{KG}	Änderung der Porenanzahl durch Korngrenzendiffusion
ΔN_{OD}	Änderung der Porenanzahl durch Oberflächendiffusion
ΔN_{VM}	Änderung der Porenanzahl durch Versetzungskriechen
p	hydrostatischer Druck
P_f	Packungsfaktor der Kurzfasern
Q	Aktivierungsenergie
Q_C	Aktivierungsenergie für das Kriechen
Q_{SD}	Aktivierungsenergie für die Selbstdiffusion
$2r$	Spaltbreite des Faserbruchs
R	allgemeine Gaskonstante: 8,31J/molK
R_m	Zugfestigkeit
$R_{m,f}$	Faserzugfestigkeit
$R_{p0,2}$	Fließgrenze bei 0,2% plastischer Dehnung
$\Delta R_{p,C}$	Zunahme der Zugfestigkeit eines Metalls durch Partikelbeimengung
S	generalisierter Formfaktor (aspect ratio)
\bar{s}	durchschnittlicher Formfaktor (aspect ratio)
S_c	kritischer Formfaktor (aspect ratio)
S_{max}	maximaler Formfaktor (aspect ratio)
t	Zeit
t_{cr}	Kriechzeit
t_{fr}	Kriechbruchzeit
$1/t_1$	Wachstumskonstante
T	Versuchstemperatur
T_m	Schmelztemperatur
T/T_m	homologe Temperatur
u_s	Einzelunsicherheiten
u_c	kombinierte Standardunsicherheit
$U_{E,K}$	erweiterte Unsicherheit
$U_{E,S}$	Unsicherheit verursacht durch die Synchrotronmessungen
$U_{E,A}$	Unsicherheit verursacht durch die Auswertung
$U_{E,ges}$	gesamte erweiterte Messunsicherheit
ν	Poissonzahl
V	Volumen
V_0	Porenvolumen im Ausgangszustand
V_f	Volumenanteil der Kurzfaserverstärkung
$V_{f,eff}$	effektiver Volumenanteil der Kurzfaserverstärkung
V_h	Porenvolumenanteil
V_t^s	kritischer Volumenanteil
ΔV_{KG}	Änderung des Porenvolumens durch Korngrenzendiffusion
ΔV_{OD}	Änderung des Porenvolumens durch Oberflächendiffusion
ΔV_p	Änderung des Gesamtporenvolumens
ΔV_{VM}	Änderung des Porenvolumens durch Versetzungskriechen
x	Weglänge
Z	Brucheinschnürung
α	Wärmeausdehnungskoeffizient

Symbole und Abkürzungen

β	Parameter, der den Einfluss des Spannungszustandes auf das Porenwachstum angibt
β_S	Faserorientierungswinkel
δ_B	Dicke der Korngrenze
δ_c	Kriechrissöffnung, Spaltbreitenöffnung
δ_e	COD (Crack opening displacement)
$\dot{\delta}_c$	Kriechrisswachstumsrate
$\varepsilon, \varepsilon_{cr}$	Kriechdehnung
ε_0	Anfangsdehnung
$\varepsilon_1, \varepsilon_2, \varepsilon_3$	Kriechdehnungen der einzelnen Kriechstadien
ε_e	elastische Dehnung
ε_f	zeitabhängige Dehnung
ε_i	plastische Dehnung
ε_{ges}	Gesamtdehnung
ε_{fr}	Bruchdehnung
$\dot{\varepsilon}$	Dehnrate, Kriechrate
$\dot{\varepsilon}_{min}$	minimale Dehnrate
$\dot{\varepsilon}_s$	Dehnrate im sekundären Kriechstadium
ε_p^{eq}	plastische Vergleichsdehnung
ζ	Spannungsmehrachsigkeit
γ_S	freie Oberflächenenergie
λ_T	mittlerer Teilchenabstand
λ_V	mittlerer Abstand der Verstärkungsphase
η	Faserwirkungsgrad
Ω	Atomvolumen
φ	Umformgrad
Φ_F	Faservolumengehalt
Φ_T	Teilchenvolumengehalt
ϕ_0, ψ_0	Werkstoffparameter
ρ	Versetzungsdichte
σ, σ_a	Versuchsspannung
σ_0	materialabhängige Kriechkonstante
$\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$	Normalenspannungen
σ_C	Festigkeit des Verbundwerkstoffs
σ_e	Von Mises Vergleichsspannung
σ_F	Faserbruchfestigkeit
σ_f^1	axiale Spannung in einer Einzelfaser
$\sigma_{F,eff}$	effektive Faserbruchfestigkeit
σ_i	innere Spannungen durch Versetzungen
σ_M^*	Streckgrenze der Matrix
σ_{ref}	Referenzspannung
σ_{th}	Schwellspannung, threshold-Spannung
σ_{tip}	Spannung an der Rissspitze
$\Delta\sigma_\alpha$	Fließspannungsbeitrag durch induzierte Versetzungen
$\Delta\sigma_{KG}$	Fließspannungsbeitrag durch die Korngröße
$\Delta\sigma_{SKG}$	Fließspannungsbeitrag durch die Subkorngröße
$\Delta\sigma_{KF}$	Verfestigungsbeitrag durch Partikel
τ	Scherspannung
τ_{FM}	Scherspannung an der Grenzfläche Faser/ Matrix

Symbole und Abkürzungen

ω_{RT} Schädigungsindikator nach Rice, Tracey
 μ Schwächungskoeffizient

Indizes

fr fracture
F Faser
I Einschluss
M Matrix
Or Orowan
P Partikel
AS AE42+20%(Saffil[®])_f
ASS AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	1
2. Stand der Erkenntnisse	2
2.1 Leichtmetall-Verbundwerkstoffe	2
2.1.1 Eshelby-Modell	2
2.1.2 Shear lag-Modell	3
2.1.3 Festigkeit von Leichtmetall-Verbundwerkstoffen	4
2.1.3.1 Festigkeitssteigerung durch keramische Partikel	6
2.1.3.2 Festigkeitssteigerung durch keramische Kurzfasern	6
2.1.3.3 Grenzfläche Matrix/ Verstärkung	7
2.2 Grundlagen des Kriechens	8
2.2.1 Kriechmechanismen in Metallen	12
2.2.2 Kriechschädigung und Kriechbruch	13
2.2.3 Modelle der Porenbildung und des Porenwachstums in Metallen	14
2.2.3.1 Das Modell von Greenwood	14
2.2.3.2 Das Modell von Cocks und Ashby	15
2.3. Kriechen von Leichtmetall-Verbundwerkstoffen	18
2.3.1 Kriechen von MMC _p	19
2.3.2 Kriechen von MMC _f	20
2.3.3 Kriechschädigung und -bruch von MMCs	21
2.3.3.1 Porenbildung in MMCs	22
2.3.3.2 Bruch der Verstärkungsphase	24
2.3.3.3 Ablösung der Matrix von der Verstärkung in der Grenzfläche	25
2.4 Leichtmetall-Verbundwerkstoffsysteme Titan+SiC, Aluminium AA6061+Al ₂ O ₃ und hybridverstärkter Magnesium AE42+Saffil [®] +SiC	26
2.4.1 Titan+(SiC) _p -MMC	27
2.4.2 AA6061+(Al ₂ O ₃) _p -MMC	29
2.4.3 Hybridverstärkter AE42+(Al ₂ O ₃) _f +(SiC) _p -MMC	29
2.5 Computer-Tomographie mit Synchrotronstrahlung	31
2.5.1 Absorptions-Tomographie	31
2.5.2 Tomographie an der Europäischen Synchrotronstrahlungsquelle (ESRF)	33
2.5.2.1 Tomographie an der Beamline ID15A	33
2.5.2.2 Tomographie an der Beamline ID19	34
3. Zielsetzung	36

4. Experimentelles	38
4.1 Verwendete Leichtmetall-Verbundwerkstoffe (MMC)	38
4.2 Probenherstellung	38
4.3 Mikroskopie	39
4.4 Tomographie mit Synchrotronstrahlung	40
4.4.1 Versuchsapparatur für in-situ Kriechversuche mit Synchrotronstrahlung	40
4.4.2 Versuchsaufbau für die Tomographie an der ID15A	42
4.4.3 Versuchsaufbau für die Tomographie an der ID19	43
4.5 Kriechversuche	44
4.6 Auswertung der Tomogramme	46
5. Ergebnisse und Auswertung	47
5.1 Charakterisierungen der Werkstoffe im Ausgangszustand	47
5.1.1 Titan+15%(SiC) _p	47
5.1.2 AA6061+22%(Al ₂ O ₃) _p	51
5.1.3 AE42+10%(Saffil [®]) _f +10%(SiC) _p	53
5.2 Kriechversuche	56
5.2.1 Titan+15%(SiC) _p	56
5.2.2 AA6061+22%(Al ₂ O ₃) _p	58
5.2.3 AE42+10%(Saffil [®]) _f +10%(SiC) _p	60
5.3 Tomographische Ergebnisse	62
5.3.1 Titan+15%(SiC) _p	63
5.3.1.1 Porosität	64
5.3.1.2 Porenbildung und Porenwachstum	66
5.3.1.3 Wachstumsfunktion der Porenbildung	69
5.3.1.4 Wachstumsfunktion des Porenvolumens	72
5.3.2 AA6061+22%(Al ₂ O ₃) _p	75
5.3.2.1 Porosität	75
5.3.2.2 Porenbildung und Porenwachstum	78
5.3.2.3 Wachstumsfunktion der Porenbildung	82
5.3.2.4 Wachstumsfunktion des Porenvolumens	84
5.3.3 AE42+10%(Saffil [®]) _f +10%(SiC) _p	87
5.3.3.1 Porosität und Faserbruch	88
5.3.3.2 Porenbildung und Porenwachstum	93
5.3.3.3 Wachstumsfunktion der Porenbildung	96
5.3.3.4 Wachstumsfunktion des Porenvolumens	97

5.4 Lage der Schädigungen und Bruch	99
5.4.1 Titan+15%(SiC) _p	100
5.4.2 AA6061+22%(Al ₂ O ₃) _p	108
5.4.3 AE42+10%(Saffil [®]) _f +10%(SiC) _p	114
6. Interpretation und Diskussion der Ergebnisse	124
6.1 Mikrostruktur der untersuchten Leichtmetall-MMC-Werkstoffe	124
6.1.1 Titan+15%(SiC) _p	124
6.1.2 AA6061+22%(Al ₂ O ₃) _p	125
6.1.3 AE42+10%(Saffil [®]) _f +10%(SiC) _p	126
6.2. In-situ Kriechversuche an Miniaturkriechproben	126
6.2.1 Kriech- und Dehnratenkurven	127
6.2.2 Kriechparameter	131
6.3 In-situ Tomographie	142
6.4 Modelle von Greenwood und Cocks/ Ashby	143
6.4.1 Zusammenführung der Modelle von Greenwood und Cocks/ Ashby	143
6.4.2 Anwendung der zusammengeführten Modelle von Greenwood und Cocks/ Ashby auf die Leichtmetall-Verbundwerkstoffe Titan+15%(SiC) _p , AA6061+22%(Al ₂ O ₃) _p und AE42+10%(Saffil [®]) _f +10%(SiC) _p	145
6.4.3 Kriechmechanismen, Kriechschädigung und Versagen	154
6.5 Analyse der experimentellen Ergebnisse hinsichtlich einer werkstoffwissenschaftlichen Optimierung für die Verbesserung der Kriechfestigkeit von Leichtmetall-Verbundwerkstoffen	168
7. Zusammenfassung und Ausblick	172
8. Literaturnachweis	176
9. Anhang	185
9.1 Tabellen	185
9.1.1 Kriechversuche	187
9.1.2 Tomographische Ergebnisse	188
9.2 Bilder	192
9.2.1 Kriechversuche	192
9.2.2 Tomographische Ergebnisse	194
9.2.3 Lage der Schädigungen und Bruch	198

1. Einleitung

Bei Bauteilen, die neben mechanischen ebenso thermischen Belastungen ausgesetzt sind, tritt bei erhöhten Temperaturen ($T > 0,4T_m$) das zeitabhängige Phänomen des Kriechens auf. Das Kriechen geht einher mit einer irreversiblen Schädigung des Werkstoffs bis zum Versagen des Bauteils. Bei der Werkstoffauswahl ist daher dessen Kriechverhalten für die Lebensdauer eines kriechbelasteten Bauteils von maßgeblicher Bedeutung. Neben thermisch bedingter Entfestigung im fortschreitenden Kriechen ist die Schwächung des tragenden Querschnitts des Bauteils durch Bildung von Kriechporen entscheidend, deren Zusammenwachsen zu Mikrorissen letztendlich zum Versagen führt.

Im Fahrzeug- und Flugzeugbau hat sich im Laufe der vergangenen Jahre der Einsatz von Leichtmetalllegierungen zur Gewichts- und damit Kraftstoffeinsparung etabliert. Nachteilig ist bei Aluminium- und Magnesiumwerkstoffen, dass Kriechen bereits bei Temperaturen von 80-100°C auftritt [BÜR05]. Die Legierungsentwicklung der letzten Jahre mit dem Ziel verbesserter Kriecheigenschaften hat jedoch gute Fortschritte erzielt, sodass Einsatztemperaturen bis $T \approx 175^\circ\text{C}$ möglich sind [RÖS08, DIE06]. Im Vergleich zu unverstärkten Leichtmetallen bieten Verbundwerkstoffe auf Leichtmetallbasis (Metal Matrix Composites, MMC), verstärkt mit keramischen Partikeln und/ oder Fasern, unter Beibehaltung der geringen Dichte signifikant verbesserte gewichtsspezifische mechanische Eigenschaften, wie z.B. der 0,2%-Dehngrenze und der Kriechfestigkeit auch bei höheren Einsatztemperaturen [KAI03].

In vielen Publikationen wurden das Kriechverhalten und die Versagensmechanismen von zugkriechbelasteten leichtmetallbasierten MMCs untersucht [BRO01, DIE05, DLO93, DLO95, DRA92, EGG94, KRA93, LI97a,b, MA02, NAM98, NIE84, REQ02, WHI92, ZHU92]. Neben der Bildung und dem Wachstum von Kriechporen in der Matrix wurden Brüche der Verstärkungsphasen sowie Matrixablösungen von den Verstärkungen analysiert. Bislang wurden die Analysen der Entstehung und Entwicklung der Kriechschädigung ex-situ anhand unterbrochener Kriechexperimente durchgeführt. Gibt die ex-situ Methode lediglich ungenügend Auskunft über das Maß sowie die zeitliche Entwicklung der Schädigung im Kriechverlauf, so machen es zeitaufgelöste tomographische Messungen unter Verwendung von Synchrotron-Röntgenstrahlung möglich, die Werkstoffschädigung und die Schädigungsentwicklung räumlich, zeitabhängig und zerstörungsfrei während der Kriechbelastung im Detail zu untersuchen [PYZ05a, PYZ06b]. In dieser Arbeit wurden partikelverstärkte Titan- und Aluminium-Matrices sowie eine hybrid mit Kurzfasern und Partikeln verstärkte Magnesium-Matrix untersucht. Neben den keramischen Verstärkungsphasen haben die Werkstoffzustände der Matrixwerkstoffe ebenfalls Einfluss auf die zu untersuchenden Parameter. Es werden daher als Reinform der Werkstoff Titan und als aushärtbare Werkstoffe die Aluminium-Legierung AA6061 und die Magnesium-Legierung AE42 als Leichtmetall-Matrixwerkstoffe verwendet.

2. Stand der Erkenntnisse

2.1 Leichtmetall-Verbundwerkstoffe

Metallmatrixverbundwerkstoffe (Metal Matrix Composites, MMC) bestehend aus einer Leichtmetallmatrix, verstärkt mit mindestens einer keramischen Phase, verfügen im Vergleich zum unverstärkten Matrixwerkstoff allgemein über günstigere gewichtsspezifische Eigenschaften, wie z.B. Festigkeit, Kriechfestigkeit, Verschleißbeständigkeit und Temperaturwechselfestigkeit. Neben der Erhöhung der Streckgrenze sowie der Zugfestigkeit bei Raum- und erhöhter Temperatur unter Beibehaltung einer Mindestduktilität bzw. -zähigkeit, Erhöhung der Dauerfestigkeit auch bei höheren Temperaturen und des E-Moduls, sowie der Verbesserung der Temperaturwechsel- und Verschleißbeständigkeit ist die Erhöhung der Kriechbeständigkeit bei erhöhten Einsatztemperaturen im Vergleich zu konventionellen Legierungen ein weiteres Ziel bei der Entwicklung von Leichtmetall-Verbundwerkstoffen [KAI03].

Diskontinuierlich mit Partikeln oder irregulär orientierten Kurzfasern verstärkte Verbundwerkstoffe entwickelten sich als Ergänzung zu ausscheidungsgehärteten Werkstoffen rasant in den 1980er Jahren [CLY95]. Neben der preisgünstigen Herstellung in großen Stückzahlen durch konventionelle metallurgische Prozesse wie Gießen und pulvermetallurgische Verfahren, den guten Formgebungsmöglichkeiten sowie guter Zerspanbarkeit besteht ein weiterer Vorteil der diskontinuierlich verstärkten MMCs in der Isotropie der mechanischen Eigenschaften [KAI03]. Für die Vorhersage des Materialverhaltens von MMCs haben sich Modelle etabliert, die eine Berechnung von mechanischen und thermischen Verbundwerkstoffeigenschaften ermöglichen, um geeignete Materialkombinationen von Matrix und Verstärkungen auszuwählen. In der Literatur finden sich Modelle zur Charakterisierung von Verbundwerkstoffeigenschaften, von denen das Eshelby-Modell und das Shear-lag Modell die größte Bedeutung besitzen. Eshelby entwickelte Ende der 1950er Jahre ein mathematisches Modell [ESH57], das außer der Beschreibung von Eigenschaften der einzelnen Phasen die Vorhersage von Eigenschaften des gesamten Verbundwerkstoffes erlaubt [CLY95]. Im Gegensatz dazu ist das Shear-lag Modell, das von Cox Anfang der 1950er Jahre vorgestellt wurde, auf Einschlüsse beschränkt, die über ein großes Längen- zu Durchmesser-Verhältnis verfügen, wie es für Fasern als Verstärkungsphase gilt. In seinem Shear-lag Modell beschreibt Cox die Lastaufteilung auf die einzelnen Komponenten eines mit einer äußeren Last beaufschlagten Verbundwerkstoffes.

2.1.1 Eshelby-Modell

Der Ansatz von Eshelby ermöglicht die Beschreibung der Reaktion des Verbundwerkstoffes auf von außen aufgebrachte Spannungen, Dehnungen und Temperaturen. Eshelby beschreibt in seinen Arbeiten [ESH57], die auf dem dreidimensionalen Ansatz der Elastizitätstheorie

basieren, die Untersuchungen von Spannungs- und Dehnungsverteilungen in einem unendlichen homogenen isotropen elastischen Medium mit einer form- bzw. größenveränderlichen elliptischen Teilregion. Diese kann ein beliebiges Längen- zu Durchmesser-Verhältnis aufweisen, sodass das Modell für alle Einschlussgeometrien Gültigkeit besitzt. Eshelby stellt die Übertragbarkeit der Ergebnisse für die ellipsoide Form der Teilregion auf runde und nadel-förmige Geometrien dar, indem das Ellipsoid als eine abgeflachte Kugel gedacht wird. Der elastische Zustand der Teilregion, d.h. des Einschlusses/ der Verstärkung oder aber einer Pore sowie eines Risses, und der Matrix soll bestimmt werden. Die Vorgehensweise des Eshelby-Prinzips mit Ausschneide- und Fügeoperationen für den unelastischen, inkompressiblen Einschluss beschreiben eingehend Withers et al. [WIT89]. Die Autoren zeigen im Detail die Erweiterung der Anwendung des Eshelby-Modells für die Vorhersage von elastischen, thermoelastischen sowie plastischen Eigenschaften von partikel- und kurzfaserverstärkten MMCs und den Vergleich mit experimentellen Daten an einem Al/SiC-System [WIT89]. Der tensorielle Charakter und die Übertragbarkeit des Eshelby-Modells auf den gesamten Verbundwerkstoff ermöglichen die Berechnung richtungsabhängiger Werkstoffeigenschaften, sodass isotrope und anisotrope Systeme berechnet werden können.

2.1.2 Shear-lag Modell

Das Shear-lag Modell wurde von Cox für eine einzelne gebrochene elastische Faser vorgestellt, die mit perfekter Bindung in einer elastischen Matrix eingebettet ist und mit einer Zugbelastung in Richtung der Faserlängsachse beaufschlagt wird [COX52, MAH04]. Dabei steht die Analyse des Lasttransfers von Zugspannungen von der Matrix auf die Faser durch Scherspannungen in der Grenzfläche im Mittelpunkt [CLY95]. Mahesh et al. fassen die Weiterentwicklungen des Shear-lag Modells von Cox durch weitere Autoren zusammen. Von Bedeutung sind die Erweiterungen des Modells für Multi-Faser-Verbunde und für den Fall, in dem die Grenzfläche bei nicht optimaler Haftung versagt und abgleitet, wenn die Scherspannung in der Grenzfläche einen bestimmten Wert überschreitet [MAH04]. Es kommt zum sogenannten fiber pull out. Der Einfluss der Faserlänge und die Faserausrichtung auf die zu erwartende Festigkeit in Abhängigkeit vom Fasergehalt sowie der Faser- und Matrixeigenschaften können im Rahmen des Shear-lag Modells berechnet werden (vgl. Abschnitt 2.1.3.2). Als idealisierende Annahme wird eine zylindrische Einzelfaser im Verbundwerkstoff betrachtet, der in Faserrichtung mit einer Zugspannung belastet wird. Abb. 2.1 verdeutlicht, dass die Faser nicht die volle Last über ihre gesamte Länge trägt, sondern über die Grenzfläche Faser/ Matrix Schubspannungen auf die Faser übertragen werden [KAI03].

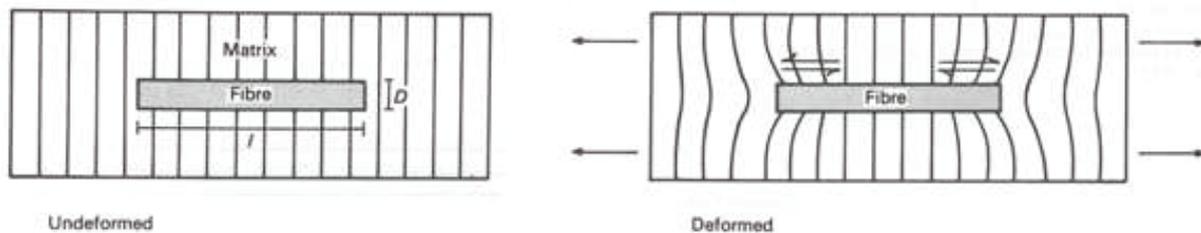


Abb. 2.1 Wirkung von Zugspannung im kurzfaserverstärkten Verbundwerkstoff auf eine Einzelfaser, Illustration nach [MAT03]

Die Festigkeit eines idealen langfaserverstärkten Verbundwerkstoffes σ_C ausgehend von einem optimalen Fall der unidirektionalen Ausrichtung der Fasern in Beanspruchungsrichtung, ohne Faserkontakte und optimaler Grenzflächenausbildung (vgl. Abschnitt 2.1.3.2) berechnet sich über die lineare Mischungsregel zu [KAI03]:

$$\sigma_C = \Phi_F \cdot \sigma_F + (1 - \Phi_F) \cdot \sigma_M^* \quad (\text{Gl. 2.1})$$

Hierbei sind Φ_F der Faservolumengehalt, σ_F die Faserbruchfestigkeit und σ_M^* die Matrixstreckgrenze.

2.1.3 Festigkeit von Leichtmetall-Verbundwerkstoffen

Die Matrix eines Verbundwerkstoffes sollte bereits eine ausreichende Festigkeit besitzen, die durch Mischkristall- und Ausscheidungshärtung erzielt werden kann. Ist die Matrixfestigkeit zu gering, so werden von außen angelegte Lastspannungen frühzeitig durch plastisches Fließen abgebaut. Dadurch können die in Verbundwerkstoffen zusätzlichen Mechanismen der Festigkeitssteigerung durch mindestens eine weitere Phase nur eingeschränkt wirksam werden.

Die Festigkeitssteigerung durch Mischkristallhärtung wird durch die Einlagerung von Fremdatomen erreicht, sodass im Wirtsgitter in deren unmittelbarer Umgebung lokale Spannungsfelder durch Verzerrungen entstehen, die von den Versetzungen überwunden werden müssen. Bei der Festigkeitssteigerung durch Aushärtungsvorgänge hingegen wirken die erzeugten Ausscheidungen als Hindernisse für die Versetzungen, die lediglich durch Schneiden, Verlängerung der Versetzungslinie oder Klettern umgangen werden können, wofür ein zusätzlicher Energieaufwand erforderlich ist. Im Unterschied dazu beruht die Festigkeitssteigerung der metallischen Matrix durch keramische Verstärkung auf thermisch induzierten Eigenspannungen, Rückspannungen, Verformungsverfestigung, Lasttransfer von der duktilen Metallmatrix auf die keramische Hartphase, der Behinderung der Beweglichkeit von Versetzungen auf ihren Gleitebenen und der Kornfeinung (Hall-Petch-Beziehung), da Korngrenzen für Versetzungen unüberwindliche Hindernisse bilden [KAI03].

Thermische Eigenspannungen entstehen während der Abkühlung von der Prozesstemperatur der MMC-Herstellung auf Raumtemperatur, da die thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Metallen i.a. größer sind als die der Keramiken, d.h. die metallische Matrix zieht sich

stärker zusammen als die keramische Verstärkung. Daraus resultieren Zugspannungen in der Matrix an der Phasengrenze und Druckspannungen in den keramischen Verstärkungen. Die Ausnahme bildet hier Titan, dessen Ausdehnungskoeffizient in etwa dem von Aluminiumoxid Al_2O_3 entspricht (Tabelle A1 im Anhang). Rückspannungen treten auf, wenn sich die Matrix aufgrund einer äußeren Belastung verformt. Die thermischen Eigenspannungen und Rückspannungen werden als innere Spannungen bezeichnet, die elastische Verformungen der Hartphase hervorrufen, und wirken auf die umgebende Matrix zurück. Dadurch reduziert sich die Gesamtspannung des Werkstoffs, da eine Überlagerung mit der äußeren Spannung erfolgt.

Dutta et al. haben anhand von TEM-Untersuchungen gezeigt, dass die Matrix des Verbundwerkstoffes nahe von Whisker-Verstärkungen plastisch verformt ist, was zu einer erhöhten Versetzungsdichte in der Umgebung der Verstärkungen führt. Dieses wird auf die unterschiedliche Schrumpfung der Matrix und der Verstärkungsphase während des Abkühlens und insbesondere des Abschreckens bei Wärmebehandlungen aushärtbarer Matrixlegierungen zurückgeführt [DUT89]. Die Versetzungen in dieser Verformungszone treten untereinander und mit mobilen Versetzungen in Wechselwirkung. Der hieraus resultierende Anstieg der Festigkeit wird als Verformungsverfestigung bezeichnet

Die Grenzfläche zwischen der Metallmatrix und den Verstärkungen ist in der Regel inkohärent, da beide Phasen voneinander abweichende Kristallgitter aufweisen, d.h. die Phasengrenze ist wie eine Großwinkelkorngrenze aufgebaut. Im Matrixgitter treten keine oder nur geringe elastische Verzerrungen auf. Inkohärente Grenzflächen können von Versetzungen nicht mehr geschnitten werden, sondern werden gemäß Orowan umgangen oder überklettert (vgl. Abschnitt 2.3.2).

Durch Versetzungsaufstau an den Phasengrenzen findet ebenfalls eine Verfestigung statt. Bewegen sich Versetzungen auf z.B. Keramikpartikel zu, werden sie an der Phasengrenze aufgestaut. Sie können sich dann in Partialversetzungen aufspalten, die Kleinwinkelkorngrenzen ausbilden [GUS97]. Die Verstärkungen wirken somit als „temperaturbeständige Korngrenzen“ und erhöhen dadurch ebenfalls die Festigkeit bei erhöhten Temperaturen, indem sie Gleitbänder blockieren (Abb. 2.2).

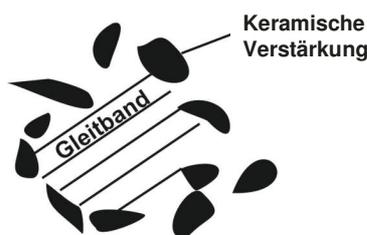


Abb. 2.2 Verformungszonen in der Umgebung von keramischen Partikeln [REE01]

2.1.3.1 Festigkeitssteigerung durch keramische Partikel

Die Festigkeitseigenschaften eines Metallwerkstoffs durch Partikelbeimengung kann durch die Zunahme der Zugfestigkeit $\Delta R_{p,C}$ beschrieben werden [KAI03]:

$$\Delta R_{p,C} = \Delta\sigma_{\alpha} + \sigma_{KG} + \Delta\sigma_{SKG} + \Delta\sigma_{KF} \quad (\text{Gl. 2.2})$$

Der Einfluss induzierter Versetzungen wird durch den Fließspannungsbeitrag $\Delta\sigma_{\alpha}$ beschrieben. $\Delta\sigma_{KG}$ ist der Fließspannungsbeitrag durch Änderung der Korngröße, z.B. durch Kornfeinung beim Gießen oder durch Rekristallisation bei einer thermomechanischen Behandlung der Verbundwerkstoffe (Hall-Petch-Beziehung). Der Subkorneinfluss $\Delta\sigma_{SKG}$ kennzeichnet den Fließspannungsbeitrag durch Veränderung der Subkorngröße D_s durch z.B. Erholungsvorgänge bei einer thermomechanischen Behandlung der Verbundwerkstoffe. Der Beitrag der Verfestigung $\Delta\sigma_{KF}$ ist vom Partikeldurchmesser d und Partikelgehalt f abhängig. Bei kleineren Partikeldurchmessern tragen der Korngrößeneinfluss und die Kaltverfestigung am stärksten zur Erhöhung der Streckgrenze bei. Die Berechnungsgrundlagen der Spannungsbeiträge sind detailliert in [KAI03] aufgeführt. In Abb. 2.3 ist schematisch die Abhängigkeit der wesentlichen Verfestigungsbeiträge bei zunehmendem Partikelgehalt und konstantem Partikeldurchmesser für eine Aluminiumlegierung mit SiC-Partikelverstärkung dargestellt.

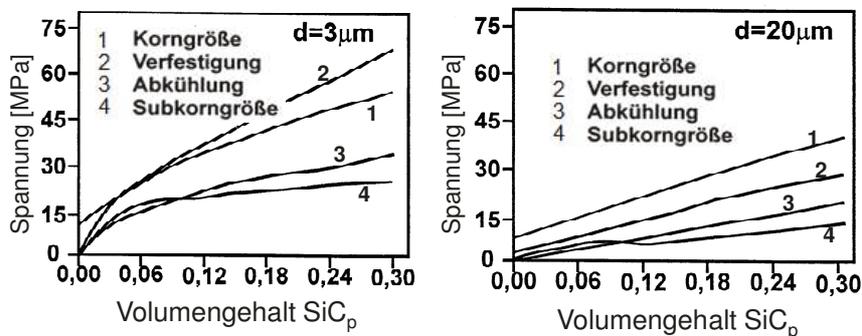


Abb. 2.3 Spannungsbeiträge unterschiedlicher Mechanismen zur technischen Streckgrenze aus [KAI03]

2.1.3.2 Festigkeitssteigerung durch keramische Kurzfasern

Kurzfasern als Verstärkungskomponente ordnen sich hinsichtlich ihrer Wirkung zwischen kontinuierlichen Fasern (Langfasern) und Partikeln ein. Ihre Verstärkungswirkung ist zwar geringer als die der Langfasern, bewirken bei regelloser Verteilung jedoch isotrope Eigenschaften des Verbundwerkstoffes. Neben der Verstärkungsgeometrie und deren -orientierung ist analog zu den Partikelverstärkungen ein weiterer entscheidender Aspekt der Verstärkungswirkung der Volumenanteil der keramischen Phase in der Metallmatrix. Die Verstärkungswirkung von Kurzfasern in metallischen Matrices wird üblicherweise durch das mikro-mechanische Shear-lag Modell beschrieben. Für regellos verteilte Kurzfasern ist eine optimale

Verteilung die Grundvoraussetzung für die Anwendbarkeit von Modellrechnungen zur Abschätzung der Verstärkungswirkung. Grundlegende Bedingung ist ebenso die ideale Haftung zwischen Faser und Matrix. Will man eine Abschätzung der Verstärkungswirkung von Kurzfasern mit Hilfe der linearen Mischungsregel vornehmen, müssen folgende Größen als Funktion der Faserlänge berücksichtigt werden: Der Faserwirkungsgrad η ($0 < \eta < 1$), der Faserorientierungsfaktor C (regellos $C = 1/5$, planar isotrop $C = 3/8$ [KAI03]), die mittlere Faserlänge l_m sowie die kritische Faserlänge l_c , die sich berechnet zu:

$$l_c = \frac{\sigma_F \cdot d_F}{2 \cdot \tau_{FM}} \quad (\text{Gl. 2.3})$$

Mit der Faserbruchfestigkeit σ_F , dem Faserdurchmesser d_F sowie der Scherspannung τ_{FM} an der Grenzfläche Faser/Matrix, wobei letztere sich nach [KAI03] ergibt zu:

$$\tau_{FM} = 0,5 \cdot \sigma_M^* \quad (\text{Gl. 2.4})$$

Es gilt für die effektive Faserfestigkeit $\sigma_{F,eff}$:

$$\sigma_{F,eff} = \eta \cdot \sigma_F \cdot \left(1 - \frac{l_c}{2 \cdot l_m}\right) \quad (\text{Gl. 2.5})$$

Werden diese Größen in die lineare Mischungsregel (Gl. 2.1) eingesetzt, ergibt sich die Festigkeit des Verbundwerkstoffes bei diskontinuierlicher Verstärkung durch Kurzfasern und der mittleren Faserlänge $l_m > l_c$ zu:

$$\sigma_c = \eta \cdot C \cdot \Phi_F \cdot \sigma_F \cdot \left(1 - d_F \cdot \frac{\sigma_F}{2 \cdot l_m \cdot \sigma_M^*}\right) + (1 - \Phi_F) \cdot \sigma_M^* \quad (\text{Gl. 2.6})$$

Ist die mittlere Faserlänge $l_m = l_c$, so gilt:

$$\sigma_c = \eta \cdot C \cdot 0,5 \cdot \Phi_F \cdot \sigma_F + (1 - \Phi_F) \cdot \sigma_M^* \quad (\text{Gl. 2.7})$$

Ist die mittlere Faserlänge $l_m < l_c$, folgt:

$$\sigma_c = \eta \cdot C \cdot \sigma_M^* \frac{l_m}{2 \cdot d_f} + (1 - \Phi_F) \cdot \sigma_M^* \quad (\text{Gl. 2.8})$$

Demzufolge ist in einem realen Werkstoff die Verstärkungswirkung geringer, wenn die mittlere Faserlänge kleiner als die kritische Faserlänge $l_m < l_c$ ist, da die Bruchfestigkeit der Faser nicht vollständig genutzt werden würde [KAI03].

2.1.3.3 Grenzfläche Matrix/ Verstärkung

Die Grenzfläche von Verbundwerkstoffen ist von großer Bedeutung, da die von außen wirkenden Kräfte von der duktilen, metallischen Matrix auf die harte, keramische Verstärkung über die Grenzfläche zwischen Matrix und Verstärkung übertragen wird. Das Bruchverhalten von MMCs ist abhängig von der Festigkeit dieser Grenzfläche. Eine schwache Grenzfläche besitzt eine geringe Festigkeit, jedoch eine hohe Bruchdehnung. Im Gegensatz dazu hat eine

starke Grenzfläche eine hohe Festigkeit, jedoch eine geringe Bruchdehnung, die sich in einem spröden Bruchverhalten äußert. In der Grenzfläche sind Unstetigkeiten der chemischen Zusammensetzung, der Kristall- und molekularen Struktur und der mechanischen Eigenschaften, wie z.B. des Elastizitätsmoduls, aber auch der physikalischen Eigenschaften, wie z.B. den Wärmeausdehnungskoeffizienten, und der thermodynamischen Eigenschaften vorhanden. Folglich sind die charakteristischen Merkmale der Grenzfläche von den Unstetigkeiten dieser Eigenschaften bestimmt und damit spezifisch für jede Matrix-Verstärkungs-Kombination.

In einigen Fällen existiert eine ausgeprägte Grenzschicht, die durch eine chemische Reaktion zwischen der Matrix und der Verstärkung entstanden ist, wie z.B. die Spinell-Phase bei dem im Rahmen der vorliegenden Arbeit verwendeten Werkstoff AA6061+22%(Al₂O₃)_p (vgl. Abschnitt 2.4.2). In anderen Fällen wiederum besteht die Grenzfläche lediglich in einer nahezu ebenen Anordnung von nur wenigen Atomen, sodass sich die Eigenschaften von denen der Matrix zu denen der Verstärkung sprunghaft ändern. Die chemischen Interaktionen und Reaktionen bestimmen die Haftfestigkeit der Grenzfläche zwischen der Matrix und den Verstärkungen. Weiterhin verändern und beeinflussen sie signifikant die mechanischen und physikalischen Eigenschaften der Verbundkomponenten. Neben den chemischen Vorgängen ist die Oberflächenrauigkeit der Verstärkungsphase von Bedeutung. Eine gute Benetzbarkeit der Verstärkung durch die Matrix, sodass die raue Oberfläche der Verstärkung durchgängig bedeckt ist, ist eine wichtige Voraussetzung für mechanische und chemische Haftfestigkeit (Abb. 2.4) [MAT03]. Die Grenzflächenhaftung beruht somit auf der chemischen und mechanischen Adhäsion zwischen Matrix und Verstärkungskomponente.



Abb. 2.4 Benetzung der Verstärkungsfläche durch die Matrix [MAT03]

Für den Einsatz von MMCs bei hohen Temperaturen ist die Stabilität der Mikrostruktur über einen langen Zeitraum von großer Bedeutung. Veränderungen in der Mikrostruktur und an den Grenzflächen Matrix/ Verstärkung, wie z.B. Ausscheidungen sowie deren Vergrößerung oder chemische Reaktionen zwischen Matrix und Verstärkung, beeinflussen die Temperaturfestigkeit und das Werkstoffversagen der Verbundwerkstoffe.

2.2 Grundlagen des Kriechens

Eine statische Last unterhalb der Streckgrenze ($\sigma < R_{p0,2}$) führt bei Raumtemperatur zu elastischer Dehnung eines metallischen Werkstoffes. Bei erhöhter Temperatur ($T > 0,4T_m$) stellt sich für eine Last unterhalb der Streckgrenze zusätzlich eine zeitabhängig fortschreitende plastische Dehnung (Kriechdehnung) ein. Dabei können Werkstoffschädigungen auftreten, die die Lebensdauer von Bauteilen begrenzen und letztlich zum Versagen führen.

Der normgerecht als Zeitstandversuch (nach DIN EN ISO 204) bezeichnete Kriechversuch ist ein Werkstoffprüfverfahren zur Ermittlung der zeit- und temperaturabhängigen plastischen Verformung von Werkstoffen unter Einwirkung einer konstanten mechanischen Spannung σ und einer konstanten Prüftemperatur T , die in der Regel oberhalb der Raumtemperatur liegt. Das Werkstoffverhalten wird hierbei in Kriechkurven beschrieben, in denen die Dehnung ε als Funktion der Zeit t aufgetragen wird (Abb. 2.5 a). Die Funktion ist von den Versuchsparametern der Temperatur T und der Spannung σ abhängig. Die erste Ableitung der Funktion $\varepsilon_{(t)}$ nach der Zeit $d\varepsilon/dt$ liefert die Dehnrates $\dot{\varepsilon}$, die auch als Kriechgeschwindigkeit bezeichnet wird. Es gilt:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{d\varepsilon}{dt} = f(\sigma, T, t) \quad (\text{Gl. 2.9})$$

Die Kriechkurve wird in die drei technischen Kriechbereiche I (primär), II (sekundär) und III (tertiär) eingeteilt. Abb. 2.5 a zeigt schematisch den Vergleich einer idealen Kriechkurve unter konstanter Spannung σ mit einer „realen“ Kriechkurve unter konstanter Last F .

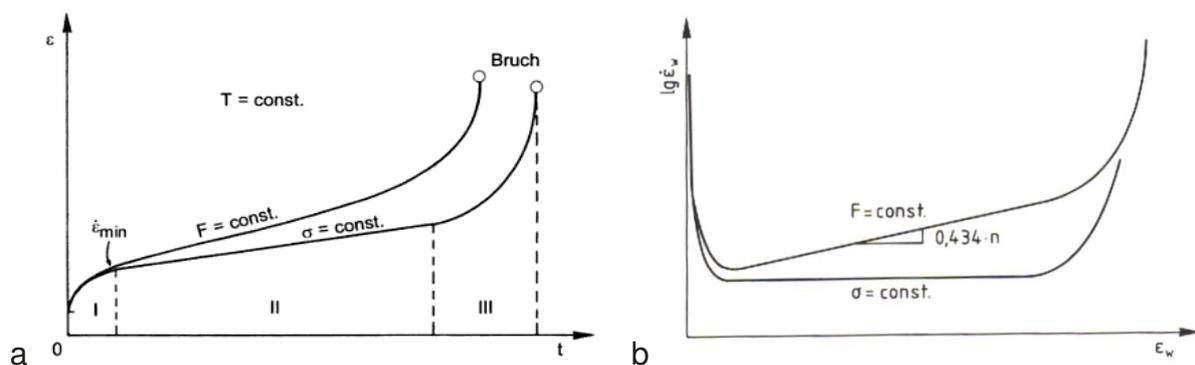


Abb. 2.5 Vergleich idealer und realer Kriechversuch: a) Kriechkurven, b) Kriechgeschwindigkeit [BÜR11]

Ein idealer Verlauf setzt voraus, dass die Gefügestruktur des Werkstoffes und die Spannung im Bauteil während des Kriechens konstant bleiben. Eine über die gesamte Kriechzeit konstante Spannung lässt sich jedoch nur erreichen, wenn die Zugbelastung entsprechend der Abnahme des Querschnittes durch die Kriechdehnung kleiner würde, was in technischen Anwendungen meist nicht zu realisieren ist. Der unter idealen Bedingungen ($\sigma = \text{const}$) lineare Anstieg im sekundären Kriechbereich weist unter konstanter Last ($F = \text{const}$) eine stetige Zunahme der Kriechgeschwindigkeit entsprechend der kontinuierlichen Zunahme der Spannung auf, sodass der Bruch unter diesen Bedingungen frühzeitiger erfolgt (Abb. 2.5 b). Ebenso bewirken höhere Versuchstemperaturen bei einigen Werkstoffen mikrostrukturelle Veränderungen, z.B. die Vergrößerung von Ausscheidungen in ausscheidungsgehärteten Werkstoffen. In diesen Fällen stellt sich kein stationärer Kriechbereich ein, sondern die Dehnrates nimmt nach dem Durchlaufen eines Minimums stetig zu. Die Abb. 2.5 a verdeutlicht, dass die Kriechstadien nur bei Spannungskonstanz exakt zu identifizieren sind [BÜR11].

Die Gesamtdehnung ε_{ges} berechnet sich aus der Summe einer Anfangsdehnung ε_0 und einer zeitabhängigen Dehnung ε_f zu:

$$\varepsilon_{ges} = \varepsilon_0 + \varepsilon_f \quad (\text{Gl. 2.10})$$

Dabei ist ε_0 die Anfangsdehnung, die einen elastischen ε_e aber auch bereits plastischen Anteil ε_i besitzen kann:

$$\varepsilon_0 = \varepsilon_e + \varepsilon_i \quad (\text{Gl. 2.11})$$

Im primären Kriechbereich, oder auch Übergangskriechbereich genannt, ist nach einem sprunghaften, zeitunabhängigen Ansteigen der Anfangsdehnung ε_0 , eine kontinuierliche Abnahme der Dehnrates zu beobachten. Ursächlich für die Verringerung der Verformungsgeschwindigkeit sind Verfestigungsmechanismen, die aus einer Zunahme von Versetzungen bzw. der Versetzungsdichte resultieren. Bei hohen Temperaturen kann die Versetzungsdichte jedoch nicht beliebig zunehmen, da durch thermische Aktivierung das Klettern von Versetzungen möglich wird, sodass es zu Erholungsvorgängen durch Annihilation kommt. Die Erzeugung neuer Versetzungen durch plastische Verformung und die Abnahme der Versetzungsdichte durch Erholung führen in den sekundären Kriechbereich. Für die Gesamtdehnung

$$\varepsilon_{ges} = \varepsilon_e + \varepsilon_i + \varepsilon_f \quad (\text{Gl. 2.12})$$

bedeutet dies, dass die stetig zunehmende Kriechdehnung ε_f die elastischen und plastischen Anteile der Anfangsdehnung ε_e und ε_i übertrifft.

Im sekundären Kriechbereich besteht ein dynamisches Gleichgewicht zwischen Verfestigungs- und Entfestigungsmechanismen. Deshalb ist in diesem Kriechstadium die Dehnrates näherungsweise konstant und wird deshalb der auch als stationärer Kriechbereich bezeichnet. Da bei technischen Kriechvorgängen in der Regel kein stationäres Kriechen im mikrostrukturellen Sinne auftritt, ist die Bestimmung der minimalen Kriechgeschwindigkeit $\dot{\varepsilon}_{\min}$ gebräuchlich. Norton entwickelte im Jahr 1929 aus den Untersuchungen des sekundären Kriechbereichs eine Beschreibung der minimalen Kriechrate $\dot{\varepsilon}_{\min}$ als Potenzfunktion der Spannung σ , gültig für niedrige und mittlere Spannungen:

$$\dot{\varepsilon}_{\min} = K \cdot \sigma^n \quad (\text{Gl. 2.13})$$

Der Spannungs- oder auch Nortonexponent n und die Konstante K sind temperaturabhängige Materialkonstanten. Der Nortonexponent n gilt als Indikator für den Verformungsmechanismus (vgl. Abschnitt 2.2.1). Der Exponent n entspricht der Geradensteigung, die sich aus der doppellogarithmischen Auftragung der minimalen Kriechgeschwindigkeit als Funktion der Spannung ergibt (Abb. 2.6).

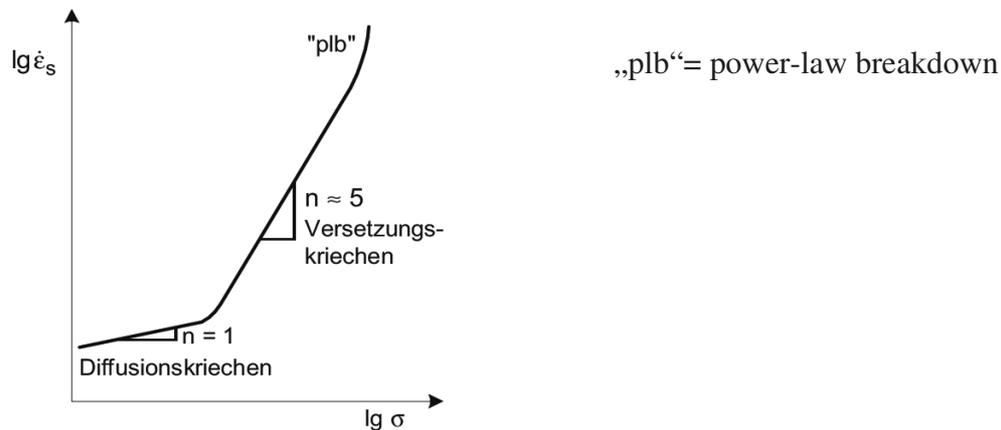


Abb. 2.6 Ermittlung des Norton-Exponenten n [BÜR11]

Es gilt der Zusammenhang:

$$\log \dot{\epsilon}_{min} = a + n \cdot \log \sigma \quad (\text{Gl. 2.14})$$

Die Konstante a bezeichnet hierbei den Ordinatenabschnitt der Geradengleichung. Die Bedeutung dieser Konstanten lässt sich anhand der Bestimmung einer eventuell vorhandenen Schwellwertspannung σ_{th} erläutern (vgl. Abschnitt 2.3, [Li99]): Ist bei einem sehr kleinen Wert von $\dot{\epsilon}_{min} \approx 10^{-10} \text{ s}^{-1}$ die Spannung $\sigma > 0$, so ist eine Schwellwertspannung vorhanden. In diesem Fall ist $a \neq 0$ und ergibt sich aus der Extrapolation der Geraden bis zum Spannungswert $\sigma = 0$.

Die Temperaturabhängigkeit der Kriechgeschwindigkeit bei konstant anliegender Spannung lässt sich mittels des empirischen Arrhenius-Ansatzes für thermisch aktivierte Prozesse beschreiben:

$$\dot{\epsilon} \sim e^{\left(-\frac{Q}{RT}\right)} \quad (\text{Gl. 2.15})$$

Es sind Q die Aktivierungsenergie, R die allgemeine Gaskonstante und T die absolute Temperatur in Grad Kelvin. Die Aktivierungsenergie Q wird durch die halblogarithmische Auftragung der minimalen Kriechrate $\dot{\epsilon}_{min}$ als Funktion der reziproken Temperatur $1/T$ aus der Geradensteigung bestimmt und lässt sich berechnen mit:

$$Q = -R \cdot \left[\frac{d(\ln \dot{\epsilon})}{d(1/T)} \right]_{\sigma} \quad (\text{Gl. 2.16})$$

Durch Verknüpfung des Nortongesetzes (Gl. 2.13) mit dem Arrhenius-Ansatz (Gl. 2.15) ergibt sich für die Kriechgeschwindigkeit:

$$\dot{\epsilon} = A \sigma^n e^{\left(-\frac{Q}{RT}\right)} \quad (\text{Gl. 2.17})$$

Die Konstante A ist eine Materialkonstante, die experimentell ermittelt werden muss.

Der tertiäre Kriechbereich, in dem mesoskopische Schädigungen des Werkstoffes zu beobachten sind, zeichnet sich durch eine überproportional zunehmende Dehnrates aus (Abb. 2.5 b). Das Potenzgesetz (Gl. 2.17) versagt demgemäß außerhalb des sekundären Kriechbereichs bei

der Beschreibung der Dehnrates. Der Übergang zum tertiären Kriechbereich wird daher als „power-law breakdown“ bezeichnet und als Wechsel vom Versetzungsklettern zum Kriechen durch thermisch aktivierte Gleitvorgänge gedeutet. Entfestigende Mechanismen, z.B. thermisch aktivierte Annihilation, bestimmen in diesem Bereich die Kriechverformung. Eine effektive Abnahme des Probenquerschnitts durch Bildung innerer Hohlräume (Poren) oder Einschnürungen führt letztendlich zum Kriechbruch (vgl. Abschnitt 2.2.2., Abb. 2.8, Abb. 2.9).

2.2.1 Kriechmechanismen in Metallen

Die mikrostrukturellen Mechanismen, die beim Kriechprozess in Metallen auftreten, sind abhängig von der Versuchstemperatur und mechanischen Belastung. Frost und Ashby entwickelten eine anschauliche Darstellung, die „Deformation Mechanism Maps“, in denen die verschiedenen Kriechmechanismen werkstoffabhängig dargestellt sind. Die angelegte Spannung σ ist auf den Schubmodul G normiert und in Abhängigkeit von der homologen Temperatur T/T_m aufgetragen [FRO82] (Abb. 2.7).

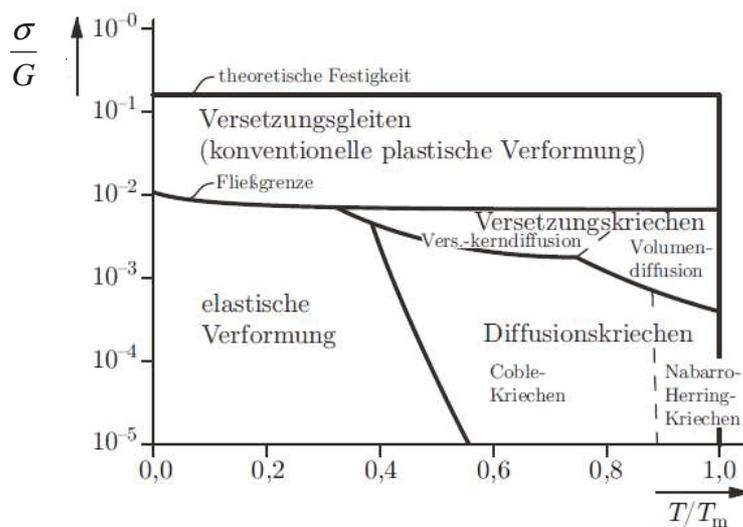


Abb. 2.7 Idealisierte „Deformation mechanism map“ nach [RÖS08]

Technisch relevante Kriechbelastungen liegen typischerweise im Temperaturbereich von ca. $0,4 \cdot T_m < T < T_m$ und bei mittleren Spannungen im Bereich von $10^{-4} < \sigma/G < 10^{-2}$. Hier sind das Diffusions- und Versetzungskriechen die dominierenden Verformungsmechanismen (Abb. 2.7). Beim Diffusionskriechen diffundieren Leerstellen oder Zwischengitteratome durch das Kristallgitter [RÖS08]. Das Versetzungskriechen beinhaltet Versetzungsbewegungen (Versetzungsklettern), wobei Barrieren durch thermisch aktivierte Prozesse überwunden werden. Bei hohen Temperaturen weicht die Versetzung einem Hindernis aus und bewegt sich weiter, indem sie Leerstellen anlagert oder aussendet. Bei diesem Kletttervorgang bewegt sich die Versetzung aus ihrer ursprünglichen Gleitebene heraus [RÖS08].

2.2.2 Kriechschädigung und Kriechbruch

Kriechbelastete Werkstoffe versagen vorwiegend an den Korngrenzen, da es hier bevorzugt zur Bildung von Poren und Mikrorissen kommt (Abb. 2.8).

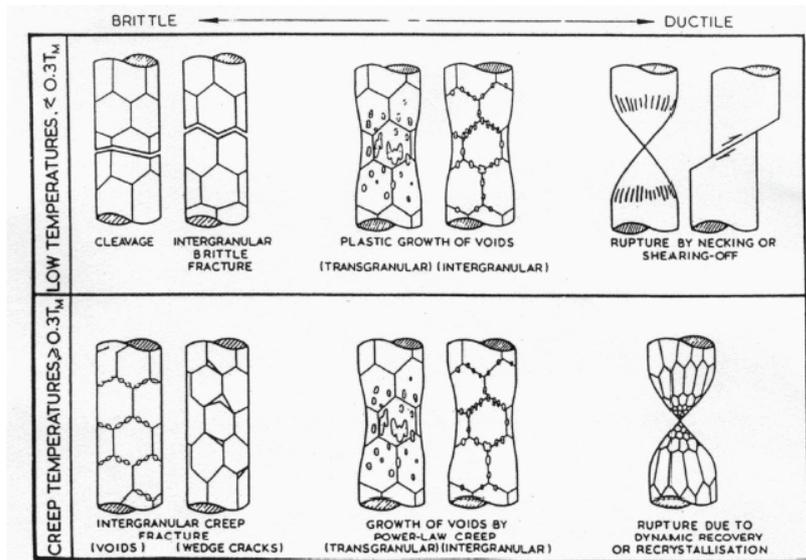


Abb. 2.8 Klassifizierung der Kriechbruchmechanismen [ASH79]

Die interkristalline Kriechschädigung durch Korngrenzengleiten und Kriechporen/ Kavernenporen auf den Korngrenzen beschreibt ausführlich die Grundlagenliteratur [BÜR11, RÖS08]. In Abb. 2.9 sind die Entwicklungen der Gefügevorgänge der Kriechschädigungen im Verlauf der Kriechkurve dargestellt.

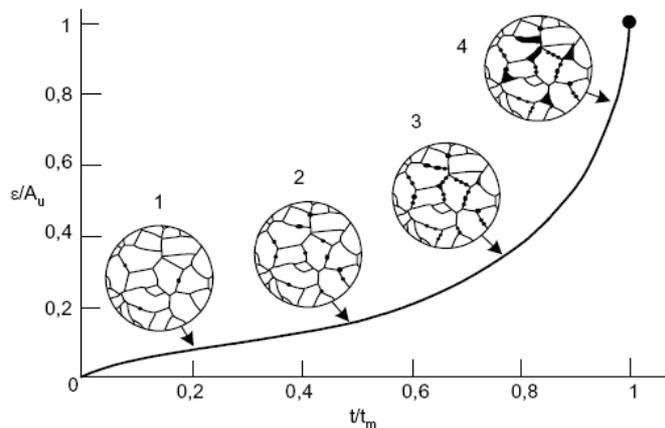


Abb. 2.9 Entwicklung der Kriechschädigung, normierte Kriechkurve [BÜR11]

- 1 Keimbildung: Schädigung noch nicht nachweisbar
 - 2 Einzelne Mikroporen (Cavities)
 - 3 Mikroporenketten; deutlich nachweisbar
 - 4 Mikrorisse
- Bruch durch Makrorisse

Hohe Temperaturen, lange Kriechzeiten sowie lokale Spannungskonzentrationen, wie z.B. an Ausscheidungen, an den Verstärkungen bzw. Verstärkungs-Clustern bei MMCs oder Versetzungsaufstau, begünstigen die Porenbildung. Schädigungsmechanismen, wie Riss- bzw. Po-

renentstehung, -wachstum und -zusammenwachsen, bewirken eine Verringerung des effektiv tragenden Probenquerschnitts. Damit einher gehen eine Spannungserhöhung und Spannungsüberhöhungen durch Kerbeffekte, die zu größerer Dehnung sowie einer Beschleunigung der Dehnrate im tertiären Kriechbereich und letztendlich zum Kriechbruch führen.

2.2.3 Modelle der Porenbildung und des Porenwachstums in Metallen

Die Porosität bietet eine gute Möglichkeit, die makroskopischen Kriechphänomene mit den mikrostrukturellen Vorgängen zu korrelieren, beschreibt als integrale Größe die Abläufe der Porenbildung und –entwicklung jedoch nur unzureichend. Für eine detaillierte Betrachtung und Bewertung der mikrostrukturellen Kriechmechanismen sind neben der Porenanzahl, dem Porenvolumen ebenso die Porengeometrie und –orientierung in Bezug auf die Belastungsrichtung von Bedeutung.

2.2.3.1 Das Modell von Greenwood

Greenwood untersuchte die Porenbildung und das Porenwachstum im Kriechverlauf [GRE69]. Er analysierte dafür die Entwicklung der Porenanzahl und des Porenvolumens in den einzelnen Kriechstadien. Er fand für den Prozess der Porenbildung in den frühen Kriechstadien eine lineare Abhängigkeit der Porenanzahl von der Kriechdehnung:

$$\Delta N_p = N_0 + N_p(\varepsilon, t) \quad (\text{Gl. 2.18})$$

Es sind ΔN_p die Änderung der Gesamtporenanzahl, N_0 die Porenanzahl im Ausgangszustand ($N_0 = \text{const}$) sowie $N_p(\varepsilon, t)$ die Porenanzahl in Abhängigkeit von der Kriechdehnung und -zeit. Aus experimentellen Daten schloss Greenwood auf die Kriechdehnung als die hauptsächliche Einflussgröße für die Porenbildung und beschrieb die Zeit sowie die Verformungsrate als untergeordnete Faktoren. Greenwood leitete daraus ab, dass geometrische Merkmale des Deformationsvorganges hauptsächlich für die Porenbildung verantwortlich sind. Diese Schlussfolgerung beinhaltet, dass unterschiedliche Mechanismen für die Porenbildung einerseits und deren Wachstum andererseits ursächlich sein müssen. Der beschriebene lineare Zusammenhang gilt nach Greenwood für genügend weit voneinander entfernte Poren. Diese Bedingung ist im fortlaufenden Kriechprozess, bei dem die Poren wachsen und sich deren Abstand zueinander verringert, nicht mehr erfüllt. Folglich wird das Porenwachstum im Kriechverlauf zunehmend vom abnehmenden Porenabstand bestimmt. In Abhängigkeit von der Spannung sind verschiedene Prozesse für das Porenwachstum maßgeblich. Bei geringen Spannungen wachsen Poren überwiegend aufgrund der „Kondensation“ von Versetzungen, während die Rissbildung nur nebensächlich ist. Hingegen tritt bei höheren Spannungen verstärkt Rissbildung auf. Als weitere Einflussgröße bekommen im fortschreitenden Kriechverlauf Spannungskonzentrationen eine größere Bedeutung, sodass Mikrorisse zwischen den

Poren auftreten können. Greenwood beschreibt die dehnungs-, zeit- und spannungsabhängige Änderung des Porenwachstums in den späteren Kriechstadien durch die Änderung des Gesamtporenvolumens ΔV_p , die proportional zu einer Funktion $f(p)$ ist:

$$\Delta V_p \sim \varepsilon \cdot t \cdot \sigma^n \cdot f(p) \quad (\text{Gl. 2.19})$$

Hierbei beschreibt die Funktion $f(p)$ den Einfluss der Porengröße auf das Porenwachstum in Relation des Abstandes der Poren zueinander.

2.2.3.2 Das Modell von Cocks und Ashby

Cocks und Ashby betrachten das Kriechverhalten von kristallinen Festkörpern. Sie beschreiben für auf Korngrenzen liegende aufgrund von Inhomogenitäten, wie Ausscheidungen, Teilchen, Gleitbändern, Versetzungsaufstau sowie einmündende Subkorngrenzen, gebildete Poren mathematisch umfassend die Modellvorstellungen der Diffusion (Abb. 2.10 a, b) und des Versetzungskriechens der Matrix (power law creep) (Abb. 2.10 c) als mögliche Mechanismen des Porenwachstums [COC82]. Für das Porenwachstum durch Diffusion unterscheiden Cocks/Ashby zwei Fälle: Die Korngrenzen- und die Oberflächendiffusion. Für den Mechanismus der Korngrenzendiffusion wird angenommen, dass Material an den Korngrenzen aus der wachsenden Pore diffundiert, während weiteres Material über die Oberflächendiffusion auf der Porenoberfläche schnell wieder verteilt wird, sodass die Pore Kugelgestalt behält (Abb. 2.10 a). Erfolgt die Materialverteilung durch die Oberflächendiffusion auf der Porenoberfläche langsamer als die Korngrenzendiffusion, so verlässt mehr Material die Pore am Äquator und das kugelförmige Wachstum endet. Infolgedessen nimmt die Pore eine linsenförmige Gestalt an, die durchaus rissähnlich sein kann (Abb. 2.10 b). Die die Poren umgebenden Körner werden bei den Wachstumsprozessen durch Diffusion als unelastisch betrachtet [COC82].

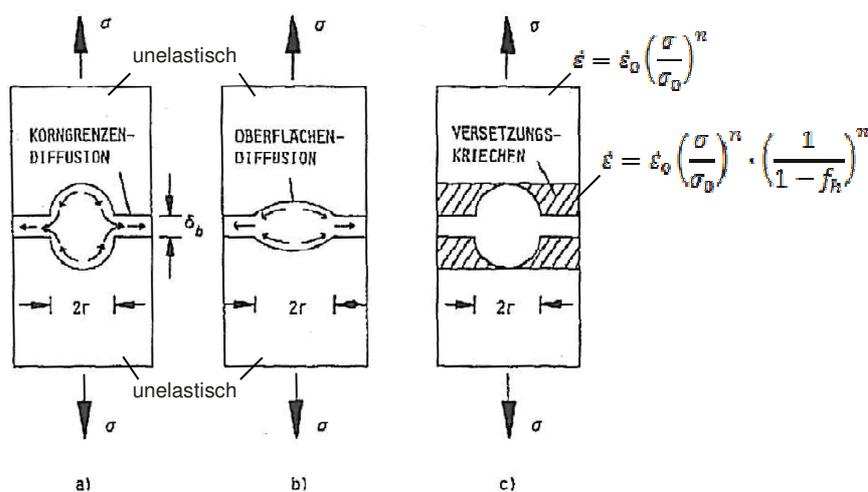


Abb. 2.10 Porenwachstumsmechanismen nach Cocks/ Ashby, Illustration nach Arzt [ARZ84]

Welcher Mechanismus der beiden Diffusionsprozesse stattfindet, ist abhängig von den vorhandenen Spannungszuständen. Dafür geben Cocks und Ashby als Kriterium das Verhältnis

eines hydrostatischen Drucks p zu der von Mises Vergleichsspannung σ_e an, die auf ein Volumenelement wirken, das eine Pore enthält. Ist das Verhältnis von p/σ_e groß, so behält die Pore ihre Kugelgestalt, ist das Verhältnis klein, so wird sie linsenförmig [COC80].

Der hydrostatische Druck p ist gegeben mit:

$$p = -\frac{1}{3}(\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3) \quad (\text{Gl. 2.20})$$

und die von Mises Vergleichsspannung σ_e mit:

$$\sigma_e = \left[\frac{1}{2} \{ (\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2 \} \right]^{1/2} \quad (\text{Gl. 2.21})$$

Es sind $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ die Normalspannungen. Im einachsigen Belastungsfall gilt, dass die von Mises Vergleichsspannung σ_e gleich der angelegten Zugspannung σ_1 ist.

Die Schädigungsrate df_h/dt , für die das Porenwachstum aufgrund der Korngrenzendiffusion ursächlich ist, berechnet sich nach [COC82] zu:

$$\frac{1}{\dot{\varepsilon}_0} \frac{df_h}{dt} = \frac{\phi_0}{f_h^{1/2} \ln(1/f_h)} \left(\frac{\sigma_1}{\sigma_0} \right) \quad (\text{Gl. 2.22})$$

Mit der Kriechrate $\dot{\varepsilon}_0$ unter einfacher Zugbelastung σ_1 , der materialabhängigen Kriechkonstanten σ_0 , der Porenfläche f_h und dem werkstoffabhängigen Parameter ϕ_0 , der gegeben ist durch:

$$\phi_0 = \frac{2D_B \delta_B \Omega}{kTl^3} \frac{\sigma_0}{\dot{\varepsilon}_0} \quad (\text{Gl. 2.23})$$

Mit dem Korngrenzen-Diffusionskoeffizienten D_B , der Dicke der Korngrenzen δ_B , dem Atomvolumen Ω , der Boltzmann-Konstanten k und dem halben Porenabstand l .

Die Dehnrate $d\varepsilon/dt$, für die nach [COC82] das Porenwachstum aufgrund von Korngrenzendiffusion ursächlich ist, ist gegeben durch:

$$\frac{1}{\dot{\varepsilon}_0} \frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{2\phi_0}{\ln(1/f_h)} \left(\frac{l}{d} \right) \left(\frac{\sigma_1}{\sigma_0} \right) \quad (\text{Gl. 2.24})$$

Für die Schädigungsrate df_h/dt verursacht durch die Oberflächendiffusion gilt:

$$\frac{1}{\dot{\varepsilon}_0} \frac{df_h}{dt} = \frac{\psi_0 f_h^{1/2}}{(1-f_h)^3} \left(\frac{\sigma_1}{\sigma_0} \right)^3 \quad (\text{Gl. 2.25})$$

Mit dem Materialparameter ψ_0 , der gegeben ist durch:

$$\psi_0 = \frac{1}{\sqrt{2}} \frac{D_S \delta_S \Omega}{kTl\gamma_S^2} \frac{\sigma_0^3}{\dot{\varepsilon}_0} \quad (\text{Gl. 2.26})$$

Mit dem Oberflächen-Diffusionskoeffizienten D_S , der Dicke der Materialschicht δ_S , in der die Oberflächendiffusion stattfindet, und der freien Oberflächenenergie γ_S .

Für die Dehnrate $d\varepsilon/dt$, verursacht durch die Oberflächendiffusion, ergibt sich:

$$\frac{1}{\dot{\varepsilon}_0} \frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{4\psi_0 f_h^{1/2}}{(1-f_h)^3} \frac{\gamma_S}{d\sigma_0} \left(\frac{\sigma_1}{\sigma_0} \right)^2 \quad (\text{Gl. 2.27})$$

Die diffusionsbasierten Wachstumsprozesse finden an kleinen Poren statt. Bei fortgeschrittener Kriechschädigung, wenn die Poren größer sind, oder bei hohen Spannungen kann das Po-

renwachstum zudem durch Versetzungskriechen erfolgen. Hierbei ist die Kriechrate der Matrix, die die Poren direkt umgibt, um den Faktor $\left(\frac{1}{1-f_h}\right)^n$ beschleunigt (Abb. 2.10 c).

Für die Schädigungsrate df_h/dt verursacht durch das Versetzungskriechen (power law creep) gilt:

$$\frac{1}{\varepsilon_0} \frac{df_h}{dt} = \beta \left[\frac{1}{(1-f_h)^n} - (1-f_h) \right] \left(\frac{\sigma_1}{\sigma_0} \right)^n \quad (\text{Gl. 2.28})$$

Hierbei ist β ein Parameter, der den Einfluss des Spannungszustandes auf die Porenwachstumsrate wiedergibt:

$$\beta = \sinh - \left[2 \frac{\left(\frac{n-1}{2} \right) p}{\left(\frac{n+1}{2} \right) \sigma_1} \right] \quad (\text{Gl. 2.29})$$

Bei einfacher Zugbelastung gibt [COC82] für $\beta = 0,6$ an.

Cocks und Ashby formulieren die Kopplung der Diffusionsprozesse, d.h. Korngrenzen- sowie Oberflächendiffusion, mit dem Versetzungskriechen für das Porenwachstum. Sie beschreiben den Wechsel des jeweils dominierenden Mechanismus in Abhängigkeit von den Materialparametern ϕ_0 und ψ_0 durch einen kritischen Flächenanteil der Porosität f_t^b für die Korngrenzendiffusion und f_t^s für die Oberflächendiffusion.

Es gilt für den Mechanismuswechsel von der Korngrenzendiffusion zum Versetzungskriechen:

$$\phi_0 = \beta f_h^{1/2} \ln \left(\frac{1}{f_h} \right) \left[\frac{1}{(1-f_h)^n} - (1-f_h) \right] \left(\frac{\sigma_1}{\sigma_0} \right)^n \left(\frac{\sigma_0}{\sigma_1} \right) \quad (\text{Gl. 2.30})$$

Mit dem kritischen Flächenanteil:

$$f_t^b = \frac{1}{\{a_1[\ln(a_1)-1]\}^{3/2}} \quad (\text{Gl. 2.31})$$

Wobei a_1 sich berechnet zu:

$$a_1 = \frac{4(n+1)}{3\phi_0} \left(\frac{\sigma_1}{\sigma_0} \right)^n \left(\frac{\sigma_0}{\sigma_1} \right) \beta \quad (\text{Gl. 2.32})$$

Für den Mechanismuswechsel von der Oberflächendiffusion zum Versetzungskriechen gilt:

$$\psi_0 = \beta \frac{(1-f_h)^4}{f_h^{1/2}} \left[\frac{1}{(1-f_h)^{n+1}} - 1 \right] \left(\frac{\sigma_1}{\sigma_0} \right)^n \left(\frac{\sigma_0}{\sigma_1} \right)^3 \quad (\text{Gl. 2.33})$$

Mit dem kritischen Flächenanteil:

$$f_t^s = \left[\frac{\psi_0}{(n+1)\beta} \left(\frac{\sigma_0}{\sigma_1} \right)^n \left(\frac{\sigma_1}{\sigma_0} \right)^3 \right]^2 \quad (\text{Gl. 2.34})$$

Eine Kopplung aller drei Porenwachstumsmechanismen wird von Cocks und Ashby nicht beschrieben.

2.3 Kriechen von Leichtmetall-Verbundwerkstoffen

Das Maß für die Kriechfestigkeit ist die Kriechrate im sekundären Kriechstadium. Die erhöhte Kriechfestigkeit von MMCs resultiert wesentlich aus der Einschränkung der plastischen Verformung der Matrix. Entscheidend hierfür sind im Verbundwerkstoff das Verhältnis der Volumenanteile der Verstärkung zur Matrix und die Geometrie der Verstärkungsphase. Sind die Werte der Moduln und der thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Matrix und Verstärkungsphase stark unterschiedlich, wirkt sich dieses auf die anfängliche Kriechrate und die Eigenspannungsverteilung aus [DAV95].

Krajewski et al. fanden bei Untersuchungen an partikelverstärkten Al-Matrices, dass Ausscheidungen in der Matrix als sogenannte indirekte Festigkeitssteigerung einen zusätzlichen Einfluss auf die Kriecheigenschaften von Verbundwerkstoffen haben. Die Kriechfestigkeit und die Aktivierungsenergie von MMC-Werkstoffen sind im Vergleich zu einphasigen Matrices im Wesentlichen von den Ausscheidungen in der Matrix bestimmt [KRA95]. Die in Kriechversuchen an MMCs ermittelten sehr hohen Werte für den Spannungsexponenten n und die Aktivierungsenergie Q können erheblich von denen einphasiger Werkstoffe abweichen. Die hohen Spannungsexponenten n sind mit der Theorie der Annahme eines Schwellspannungsanteils σ_{th} erklärbar. Die Schwellspannung σ_{th} wird zu dem Spannungsanteil σ_i addiert, der durch die Versetzungen hervorgerufen wird [CHA01]. Unter der Annahme der Erholungstheorie nach Weertmann, dass die von außen anliegende Spannung σ_a das Gleichgewicht mit den inneren Spannungen σ_i hält [WEE95], gilt:

$$\sigma_a \approx \sum \sigma_i = \alpha \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho} + \sigma_{th} \quad (\text{Gl. 2.35})$$

Hierbei sind α der Wärmeausdehnungskoeffizient, G der Schubmodul, \bar{b} der Burgers-Vektor, ρ die Versetzungsdichte und σ_{th} die Schwellspannung, der verschiedene Mechanismen der Versetzungsbehinderung zugrunde liegen. Wird die angelegte Spannung σ_a durch Abzug des Schwellspannungsterms σ_{th} korrigiert, kann das Kriechverhalten mehrphasiger Werkstoffe auf die charakteristischen Größen des wahren Spannungsexponenten n_w und der Aktivierungsenergie für die Selbstdiffusion Q_{SD} zurückgeführt werden. Aus der Gleichung (Gl. 2.17) ergibt sich somit

$$\dot{\epsilon}_s = A' \cdot \left(\frac{\sigma_a - \sigma_{th}}{E} \right)^{n_w} \cdot e^{-\left(\frac{Q_{SD}}{RT} \right)} \quad (\text{Gl. 2.36})$$

Diese Gleichung beschreibt das Kriechverhalten des entsprechenden unverstärkten Werkstoffes.

In der Literatur besteht für die Ursache des Auftretens der Schwellspannung σ_{th} weitestgehend Einigkeit darüber, dass die Verstärkungsphase hierfür nicht der Grund ist. Nachweislich wurden Ausscheidungen, losgelöste Spinellteilchen und feine Oxide, die im Falle einer pulvermetallurgischen Herstellung entstehen, als Ursache für die Behinderung der Versetzungsbewegung gefunden. Die Höhe der Schwellspannung wird jedoch sehr wohl von der Verstärkungsphase bestimmt, da diese die Ausscheidungskinetik und daraus folgend die Größe sowie die Verteilung der feinen Teilchen in der Matrix maßgeblich beeinflusst [BRO01]. Die Schwellspannung σ_{th} mehrphasiger Werkstoffe, die auch als Teilchenhärtungsbeitrag bezeichnet wird, ist eine Funktion mehrerer Parameter

$$\sigma_{th} = f(\text{Wechselwirkungsmechanismus}, \sigma_a, \Phi_T, d_T, \lambda_T, T)$$

Hierbei sind Φ_T der Volumenanteil der Teilchen, d_T deren Größe und λ_T der mittlere Teilchenabstand. Die physikalische Erklärung für die Schwellspannung σ_{th} in teilchenverstärkten Werkstoffen beschreiben detailliert [BÜR11] und [BRO01].

Die Diskrepanz der thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Matrix und der keramischen Verstärkungen erzeugt thermische Spannungen, die genügend hoch sind, um eine Verformung der Matrix zu bewirken. Daraus resultiert eine erhöhte Versetzungsdichte und damit eine Festigkeitssteigerung. Weiterhin trägt im Kriechversuch ein Versetzungsaufstau an den Verstärkungen über den Abstand der Verstärkungen zur Festigkeit des Verbundes analog der Hall-Petch-Beziehung bei. Die Verstärkungen behindern die Gleitbandausbildung, auf denen sich die Versetzungen bewegen, da diese auf die Matrixbereiche zwischen den Verstärkungen beschränkt sind (vgl. Abschnitt 2.1.3, Abb. 2.2).

2.3.1 Kriechen von MMC_p

Partikelverstärkte Werkstoffe, die zu den diskontinuierlich verstärkten MMCs gehören, zeigen typische Kriechverläufe mit primärem, sekundärem und tertiärem Kriechstadium.

Bei vergleichenden Studien der Kriecheigenschaften der unverstärkten Al-Legierung AA6061 mit der partikelverstärkten Legierung AA6061+20%(SiC)_p fand Nieh eine sehr viel höhere Kriechfestigkeit des Verbundwerkstoffes im Vergleich zum unverstärkten Matrixwerkstoff, verbunden mit einem sehr viel höheren Spannungsexponenten n [NIE84]. Webster zeigte, dass bei mittleren Temperaturen die Festigkeit von Verbundwerkstoffen durch die Verstärkungen bestimmt wurde. Nach Webster erfolgt eine Lastübertragung der angelegten Spannung auf die Verstärkungen, die über einen höheren E-Modul und einen höheren Formfaktor verfügen [WEB82]. Bei sehr viel höheren Temperaturen ist die Festigkeit durch die Matrixeigenschaften bestimmt. Dieses beschreiben ebenso Krajewski et al., die einen deutlichen Einfluss von Ausscheidungsstrukturen, d.h. die Abstände der Ausscheidungsteilchen, in der Matrix auf die Kriechrate bei der Untersuchung von einphasigem Aluminium und der Al-

Legierung 2219/TiC/15p-T6 fanden [KRA93, KRA95]. Sie postulieren aufgrund ihrer Ergebnisse, dass sich die Ausscheidungsstrukturen in Abhängigkeit von der Anwesenheit der Partikelverstärkung ausbilden.

2.3.2 Kriechen von MMC_f

Nieh beschreibt den charakteristischen Verlauf der Kriechkurve eines kurzfaserverstärkten MMCs mit einem sehr kurzen primären, gefolgt von einem ausgedehnten sekundären und einem nahezu vernachlässigbaren tertiären Kriechstadium [NIE84]. Eggeler hat in Kriechversuchen an einer Aluminiumlegierung mit 15% Saffil[®]-Kurzfaserverstärkung eine Koppelung des primären mit dem tertiären Stadium gefunden, da die Fasern bereits früh im Kriechversuch brechen. Die minimale Kriechrate schildert Eggeler als eine Überlagerung zweier Prozesse: Einerseits die Abnahme der Kriechgeschwindigkeit aufgrund des Lasttransfers von der Matrix auf die Fasern und andererseits die Zunahme der Kriechgeschwindigkeit aufgrund brechender Fasern. Das Kriechen kurzfaserverstärkter Aluminiumwerkstoffe fasst Eggeler aus drei Grundprozessen bestehend zusammen: (i) Lastaufnahme durch die Faser aufgrund der Bildung einer Verfestigungszone in der Matrix nahe der Matrix/Faser-Grenzfläche, (ii) Erholungsvorgänge durch Versetzungsbewegung von der die Fasern umgebenden Verfestigungszone zu den Faserenden, wo sie kleiner werden und ausgelöscht werden sowie (iii) mehrfache Faserbrüche [EGG94]. Abb. 2.11 zeigt mögliche Mechanismen, wie sie von Dlouhy et al. basierend auf den Arbeiten von Eggeler [EGG94] zur Erklärung der Kriechverformung von faserverstärkten MMCs vorgeschlagen wurden [DLO95].

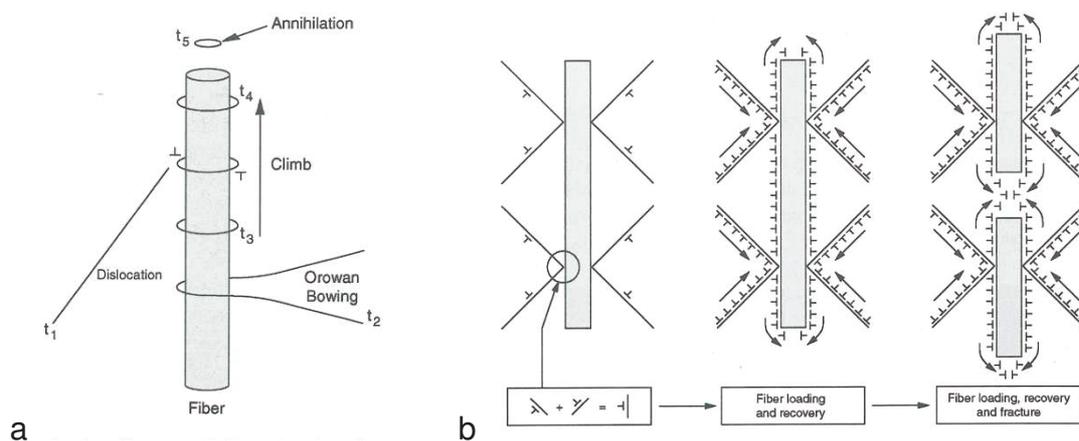


Abb. 2.11 Mögliche Kriechvorgänge in faserverstärkten MMCs nach [DLO95], a) Umgehungsmechanismus nach Orowan, b) Faserbruch durch Spannungsüberhöhung durch Versetzungsaufstau

In Abb. 2.11 a umgehen Versetzungen nach dem Orowanmechanismus die Faserverstärkung. Der zurückbleibende Orowanring klettert parallel zur Faserachse und wird am Faserende ausgelöscht. Abb. 2.11 b zeigt eine mögliche Erklärung für das Versagen von Fasern. Ein Auf-

stau von Versetzungen an der Matrix/ Faser-Grenzfläche führt zu einer lokalisierten Spannungsüberhöhung, wodurch die Faser bricht.

Analog zu den diskontinuierlich mit Partikeln verstärkten MMCs finden sich bei den diskontinuierlich mit Kurzfasern verstärkten MMCs hohe Werte für den Spannungsexponenten n und die Aktivierungsenergie Q im Vergleich zum unverstärkten Matrixwerkstoff. Entscheidend bei den faserverstärkten MMCs ist neben dem Lasttransfer der Spannung von der Matrix auf die Verstärkung, die Orientierung, der Volumenanteil, der Formfaktor, der Abstand und die Überlappung der Fasern, da dieses den Grad der Einschränkung der fließenden Matrix und die Verformungsrate beeinflusst. Ein Modell, basierend auf zufällig orientierten Kurzfasern in einer nach dem Potenzgesetz kriechenden Matrix und unter Berücksichtigung einer fortschreitenden Schädigung der Fasern, wurde von Dragone und Nix kontinuumsmechanisch mittels finiter Elemente entwickelt. Die Ergebnisse weisen darauf hin, dass sich in der Matrix hohe dreiachsige Spannungen entwickeln und dass diese Spannungen die Kriechrate des Werkstoffes stark verringern [DRA90].

2.3.3 Kriechschädigung und -bruch von MMCs

Abhängig von den Temperatur- und Spannungsbelastungen zeigen MMCs ebenso wie die metallischen Werkstoffe die nach Frost und Ashby klassifizierten Bruchmechanismen (Abb. 2.8) und könnten ebenfalls in Bruchmechanismenschaubildern eingetragen werden. Obwohl die Bruchmechanismen der unverstärkten Matrixwerkstoffe und der Verbundwerkstoffe identisch sind, sind die Gründe für die Porenbildung, das Porenwachstum und dessen Auswirkung auf die makroskopische Bruchdehnung verschieden. Als Schädigungsmechanismen treten neben der Porenbildung (Keil- und Kavernenporen, vgl. Abschnitt 2.2) in der Matrix (Abb. 2.12 a, b), Brüche in der Verstärkungsphase (Abb. 2.12 c, d) und die Ablösung der Matrix von den keramischen Phasen in der Grenzfläche auf (Abb. 2.12 e, f).

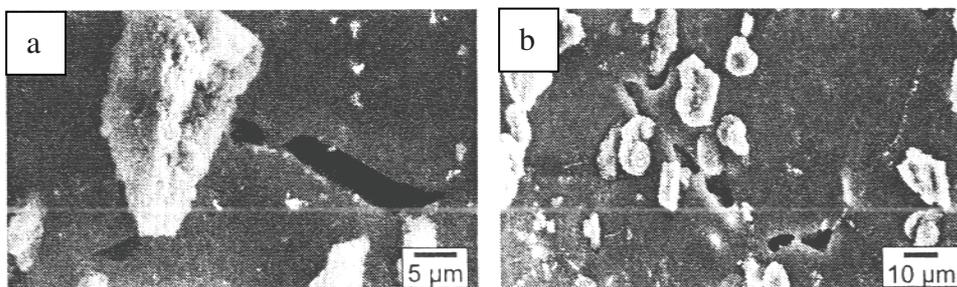


Abb. 2.12 a, b) Keil- und Kavernenporen im kriechverformten AA6061+(Al₂O₃)_p [BRO01]

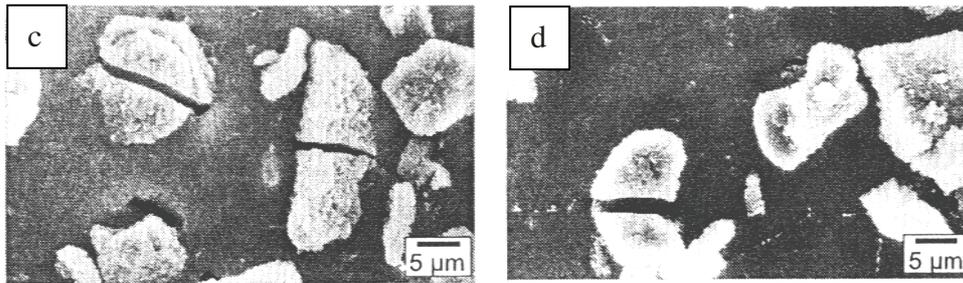


Abb. 2.12 c, d) Partikelbrüche im kriechverformten AA6061+(Al₂O₃)_p [BRO01]

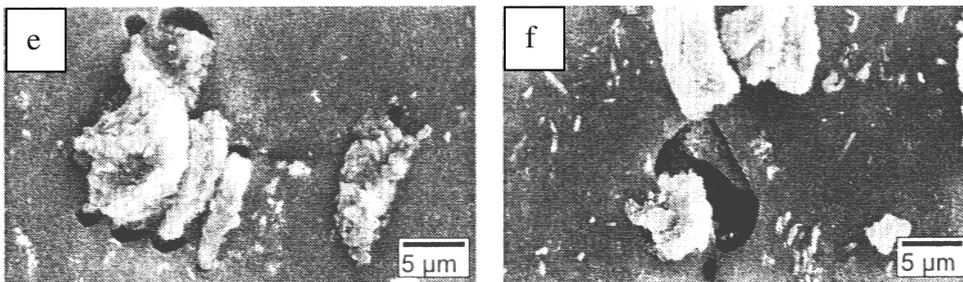


Abb. 2.12 e, f) Matrixablösung von Partikeln bei kriechverformtem AA6061+(Al₂O₃)_p [BRO01]

2.3.3.1 Porenbildung in MMCs

Die Entwicklung der Schädigung eines metallischen Werkstoffes, der durch Porenbildung und -wachstum versagt, kann nach den Modellrechnungen von Rice und Tracey mittels Schädigungsindikator ω_{RT} beschrieben und berechnet werden (Gl. 2.37) [RIC69]. Rice et al. betrachten das Wachstum von zylinder- und kugelförmigen Poren in einem makroskopisch homogenen Dehnungsfeld und berücksichtigen die Bruchdehnung des Werkstoffes im einachsigen Zugversuch ε_{fr} und die auftretende Spannungsmehrachsigkeit ζ .

$$\omega_{RT} = \int_0^{\varepsilon_p^{eq}} \frac{e^{\frac{3}{2}\zeta}}{1,65\varepsilon_{fr}} d\varepsilon_p^{eq} \quad (\text{Gl. 2.37})$$

Hierbei ist ε_p^{eq} die plastische Vergleichsdehnung. Der Schädigungsindikator nach Rice und Tracey, der die Extremwerte von $\omega_{RT} = 0$ im ungeschädigten Werkstoff und $\omega_{RT} = 1$ beim Bruch annimmt, gilt als Maß für die plastische Dehnung bezogen auf die Bruchdehnung. In Finite-Elemente-Simulationen basierend auf dem Schädigungsindikator nach Rice und Tracey wurde an einer kurzfaserverstärkten Al-Legierung gezeigt, dass die Schädigung an den Enden der als zylinderförmig angenommenen Fasern beginnt. In Simulationen konnten die Pole von Partikeln als die Orte identifiziert werden, an denen die Schädigung der Matrix beginnt (Abb. 2.13). Hier wurde das Modell nach Gurson zugrundegelegt, bei dem es sich um eine Weiterentwicklung der Gedanken von Rice und Tracey in ein quantitatives Modell handelt, dem die Annahme kugelförmiger Poren zugrunde liegt. Die Ergebnisse der Simulationen, die in Experimenten bestätigt werden konnten, zeigten, dass Poren an Orten mit hoher hydrostatischer Spannung sowie großer plastischer Dehnung entstehen. Das Maximum der hydrostatischen

Spannung liegt sowohl bei den Partikeln als auch bei den Fasern ober- und unterhalb der Pole, wobei sich der Betrag der Spannung mit zunehmendem Streckungsgrad erhöht [BRO01].

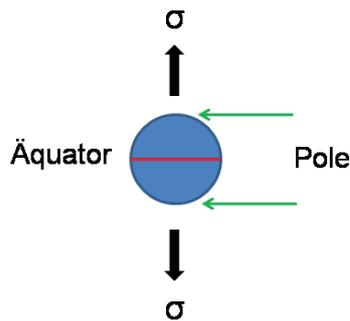


Abb. 2.13 Lage der Pole und des Äquators in Relation zur Belastungsrichtung

Eine Pore führt, ähnlich wie z.B. ein Partikel, unter Zugbelastung zu einer inhomogenen Spannungsverteilung in der sie umgebenden Matrix. Xu et al. zeigten anhand von Simulationsrechnungen basierend auf dem Eshelby-Modell die Spannungszustände um und in einem einzelnen sphärischen, elastischen SiC-Einschluss in einer Aluminium-Matrix [XU94]. Sie berechneten als Variablen des Störfeldes, das sich dicht um den Einschluss ausbildet, die von Mises Vergleichsspannung, den hydrostatischen Druck, die Normalspannung, die Dehnung in Normalenrichtung und die spezifische Formänderungsarbeit. Für den sphärischen Einschluss zeigt die von Mises Spannung, dass die Matrix zuerst an den Polen etwas entfernt vom Einschluss beginnt zu fließen. Die größte hydrostatische Zugspannung tritt an der Grenzfläche in der Matrix am Pol des Einschlusses auf. Xu et al. beschreiben dieses als wahrscheinlich wichtigen Faktor für das Ablösen der Matrix vom Einschluss. Die Normalspannung hat ebenso wie die Dehnung in Normalenrichtung ihren größten Wert in der Matrix an den Polen des Einschlusses in einer kleinen Entfernung von der Grenzfläche. Neben den Berechnungen für den elastischen Einschluss betrachten Xu et al. die Grenzfälle für einen unelastischen Einschluss und eine sphärische Pore. Abb. 2.14 zeigt die von Xu et al. ermittelten Werte für diese drei betrachteten Systeme.

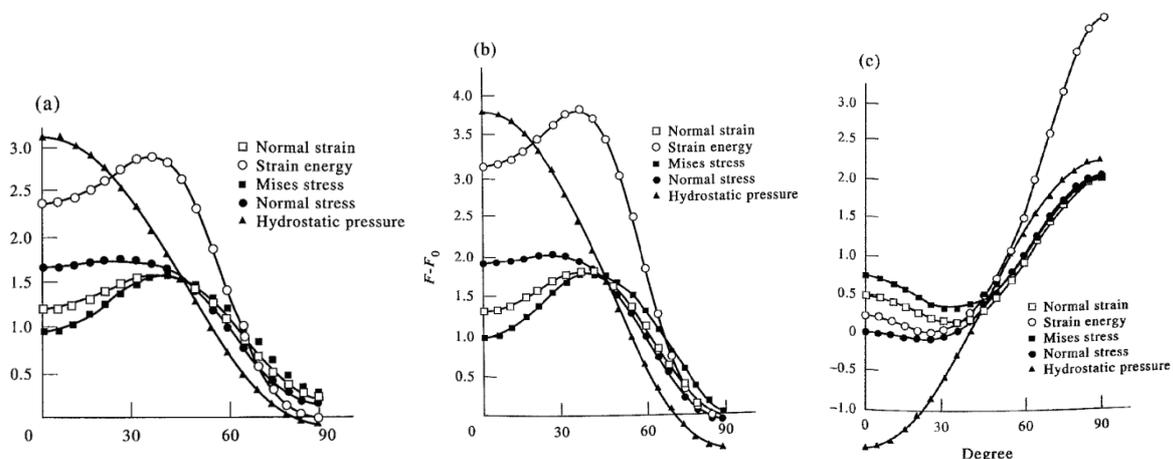


Abb. 2.14 Winkelabhängigkeit der Störfeldvariablen der Systeme: a) Al/ SiC, b) Al/ unelastischer Einschluss, c) Al/ Pore [XU94]

Der Winkel 0° bedeutet hierbei die Belastungsrichtung des Werkstoffs und kennzeichnet somit die Lage der Pole der betrachteten Einschlüsse, während der Winkel 90° senkrecht zur Belastungsrichtung liegt und den Äquator der Einschlüsse charakterisiert (Abb. 2.13). Die „Störung“ ($F - F_0$) ist die Differenz der Werte für die Variablen des lokalen Spannungs- und Dehnungsfeldes F am Einschluss und des homogenen Fernfeldes F_0 durch die von außen anliegende Spannung. Es zeigt sich, dass im Falle des elastischen und unelastischen Einschlusses (Abb. 2.14 a, b) die größte hydrostatische Zugspannung, die nach Xu et al. für die Ablösung der Matrix wahrscheinlich ursächlich ist, am Pol liegt. Im Falle der Pore jedoch besitzen alle Störfeldvariablen, insbesondere die Verformungsenergie, ihre Maximalwerte am Äquator der Pore (Abb. 2.14 c), was zu einem Wachstum senkrecht zur makroskopischen Belastungsrichtung führt.

2.3.3.2 Bruch der Verstärkungsphase

Ein Bruch der Verstärkungsphase kann nur dann auftreten, wenn die Normalspannung in der Verstärkung deren Zugfestigkeit übersteigt. Das Shear-lag Modell, ursprünglich für Faserverstärkungen entwickelt, beschreibt, dass in der lastparallelen Grenzfläche auftretende Schubspannungen in der Faser Normalspannungen bewirken. Daraus folgt, dass ein Verstärkungsbruch durch die Spaltung kristallographischer Ebenen erfolgt, die senkrecht zur maximalen Hauptspannungsrichtung orientiert sind. Im Falle der Partikelverstärkung beschreiben Clyne und Withers aus experimentellen Ergebnissen an Al-SiC_p-MMC-Werkstoffen die Partikelgröße als Einflussfaktor für den Partikelbruch. Bei einem großen Streubereich der Partikelgröße in einem Verbundwerkstoff tendieren die größten Partikel zum Bruch [CLY95]. Dabei findet der Bruch häufig in der Mitte des Partikels statt oder liegt in der Verlängerung einer Korngrenze der Matrix. Broeckmann beschreibt den Einfluss der Partikelstreckung mit $h/b \geq 2,0$ und die Orientierung der Partikellängsachse parallel zur makroskopischen Lastachse als entscheidend für die Zunahme der Partikelspannung in Abhängigkeit von der Kriechzeit [BRO01]. Für andere Geometrien und Ausrichtungen beschreibt er eine Abnahme der Partikelspannung in Abhängigkeit von der Beanspruchung durch Relaxation. In diesen Fällen kann ein Partikelbruch lediglich während der Lastaufgabe erfolgen und hängt ausschließlich von der aufgetragenen, äußeren Last ab. Weiterhin werden von Broeckmann am Beispiel des MMC-Werkstoffes AA6061+(Al₂O₃)_p die Spinelle, die sich als scharfkantige Teilchen an der Partikeloberfläche während der Herstellung bilden, neben Defekten der Grenzfläche als Ursache für lokale rissauslösende Spannungsüberhöhungen in den Partikeln identifiziert. Zudem beschreibt Broeckmann für diesen Werkstoff, dass hohe Spannungen in Kombination mit niedrigen Temperaturen zu vermehrten Partikelbrüchen führen [BRO01].

2.3.3.3. Ablösung der Matrix von der Verstärkung in der Grenzfläche

Clyne und Withers beschreiben für das Ablösen der Matrix von der Verstärkung eine stark inhomogene Verteilung des Spannungszustandes im Verbundwerkstoff als ursächlich. Selbst ohne plastisches Fließen verteilt sich die angelegte äußere Spannung ungleich auf die verschiedenen Phasen des MMCs. Finite-Elemente-Berechnungsmethoden basierend auf dem Eshelby-Modell haben gezeigt, dass plastisches Fließen an den Enden der Längsachse der Verstärkung, den Polen, beginnt und nachfolgend in die Matrix sowie zum Äquator der Verstärkung, der mittig zwischen den Polen liegt, fortschreitet (Abb. 2.15) [CLY95].

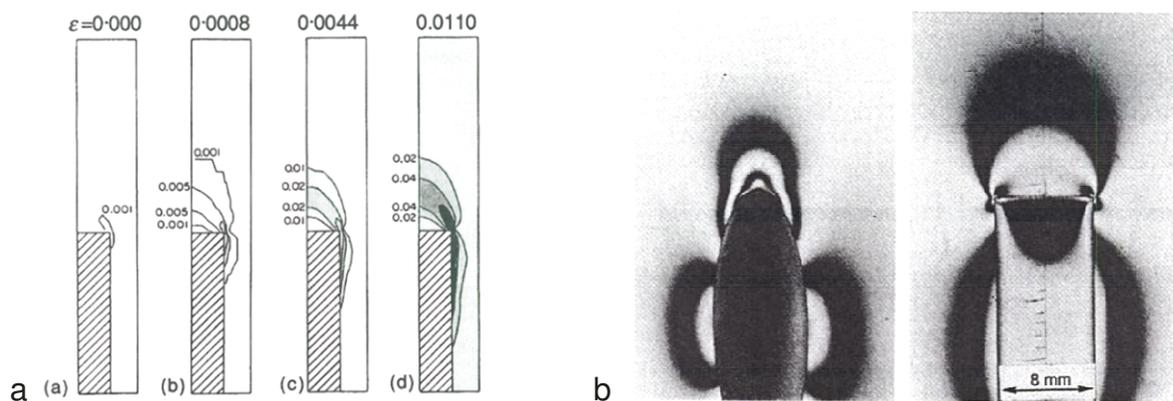


Abb. 2.15 Matrix-Ablösung, a) Start des plastischen Fließens an der Verstärkungskante, b) Mit dem photoelastischen Effekt dargestellte Spannungsfelder an Einschlüssen, ellipsoidal (links), zylindrisch (rechts) [CLY95]

In faserverstärkten Werkstoffen beobachtet man zudem das Abgleiten von lastparallelen Grenzflächen, das in partikelverstärkten Werkstoffen nicht auftritt. Erfolgt die Ablösung in partikelverstärkten Werkstoffen an in Lastrichtung orientierten scharfen Kanten der Partikel, so bilden sich Poren. Hingegen delaminiert die Matrix an senkrecht zur Belastungsrichtung orientierten Verstärkungsphasen bei faser- und partikelverstärkten MMCs entlang der Grenzfläche, was zur Bildung großer Poren und Rissen führt. Broeckmann beschreibt, dass sich lange Ablösungen wie Risse verhalten, während kurze Ablösungen nicht an der Risspitze weiterwachsen, sondern das Wachstum durch weitere Ablösungen an noch ungeschädigter Grenzfläche erfolgt. Grenzflächenablösung setzt ein, wenn die äußere Spannung einen kritischen Wert übersteigt und ist in der Kriechkurve makroskopisch durch einen überproportionalen Anstieg der Kriechgeschwindigkeit zu beobachten [BRO01]. Broeckmann fasst die Aussagen von Simulationsrechnungen zum Zusammenwirken der Schädigungsmechanismen mehrerer Autoren zusammen, die sich in ihren Ergebnissen mit den Beobachtungen aus Experimenten decken, und überträgt sie unter Berücksichtigung der Erholungsprozesse der sich zeitabhängig plastisch verformenden Matrix auf Verbundwerkstoffe mit kriechender Matrix [BRO01]:

- Niedrige Werte der makroskopischen Spannungsmehrachsigkeit ζ , ein hoher Streckungsgrad h/b der Verstärkung, eine relativ zur Grenzflächenfestigkeit niedrige Partikelfestigkeit und ein niedriges Verfestigungsvermögen fördern den Partikelbruch.
- Hohe Werte der makroskopischen Spannungsmehrachsigkeit, ein niedriger Streckungsgrad der Verstärkung, eine relativ zur Partikelfestigkeit hohe Grenzflächenfestigkeit und ein hohes Verfestigungsvermögen der Matrix fördern die Grenzflächenablösung.
- In den meisten Fällen tritt entweder der Partikelbruch oder die Grenzflächenablösung als primärer Schädigungsmechanismus auf. Sowohl Bruch als auch Ablösung findet man nur bei Partikeln mit einem extrem hohen Streckungsgrad bzw. bei Fasern.
- In Partikel-Clustern kann Porenbildung in der Matrix als primärer Schädigungsmechanismus erwartet werden.
- Scharfkantige Partikel fördern die Porentstehung in der grenzflächennahen Matrix, runderlich geformte Partikel die Ablösung der Matrix.
- Bei hoher Grenzflächenfestigkeit führt der Partikelbruch zu transversalem Wachstum des Mikrorisses, bei niedriger Grenzflächenfestigkeit wird durch den Partikelbruch die Entstehung einer Ablösung initiiert.

2.4 Leichtmetall-Verbundwerkstoffsysteme Titan+SiC, Aluminium AA6061+Al₂O₃ und Magnesium AE42+Saffil[®]+SiC

Titan, Aluminium, Magnesium und deren Legierungen sind metallische Konstruktionswerkstoffe des Leichtbaus. Die Vorteile von Magnesium und Aluminium ihrer sehr geringen Dichte, der guten Zerspanbarkeit, Gießfähigkeit und Aushärtbarkeit stehen im Gegensatz zu geringer Festigkeit. Titan wiederum verfügt über eine sehr gute Festigkeit, ist jedoch schlecht zerspanbar und sehr reaktiv. Aluminium und Titan sind als Reinelemente korrosionsbeständiger als Magnesium.

Aluminiumoxid (Al₂O₃) und Siliziumcarbid (SiC) sind preiswerte Partikelwerkstoffe, deren konventioneller Einsatz in der Schleif- und Poliermittelindustrie erfolgt. Die Geometrie der Partikel ist aus herstellungstechnischen Gründen überwiegend unregelmäßig, zum Teil mit scharfen Spitzen und Kanten, was sich unter Umständen nachteilig auf die Verbundwerkstoffe auswirkt. Gleichmäßig geformte Partikel haben eine günstige Wirkung auf die mechanischen Eigenschaften der Verbundwerkstoffe [KAI03].

Kurzfasern, überwiegend aus Aluminiumoxid (Al₂O₃), können preiswert mit verschiedenen Durchmesser und Längen hergestellt werden. Mit Zusätzen, wie z.B. Siliziumoxid (SiO₂), kann in Abhängigkeit von dessen Gehalt Einfluss auf die Struktur und damit die Eigenschaften der Fasern genommen werden. Die in dieser Arbeit verwendeten Saffil[®]-Kurzfasern (96-97% δ -Al₂O₃, 3-4% α -SiO₂) wurden 1974 von der Firma ICI entwickelt und 1980 erstmals als MMC-Verstärkung eingesetzt [DIE06].

Die im Laufe der weiteren Arbeit gewählte Reihenfolge zur Beschreibung der Werkstoffe basiert in erster Linie auf dem Werkstoffzustand der Matrix und in zweiter Linie auf der Verstärkungsphase. So wird der partikelverstärkte Titan-MMC als Rein-Metall basierender Werkstoff zuerst genannt, gefolgt von dem partikelverstärkten Aluminium-basierten MMC, dessen Legierung AA6061 aushärtbar ist. Im Anschluss daran wird der auf der aushärtbaren Magnesiumlegierung AE42 basierende MMC beschrieben, der hybrid verstärkt ist.

2.4.1 Titan+(SiC)_p-MMC

Das Kristallgitter des Rein-Titans (α -Titan) weist eine hexagonal dichte Kugelpackung auf, die bis ca. 882°C stabil bleibt. Das hexagonale Kristallgitter ist ursächlich für ein mechanisch anisotropes Verhalten der Titan-Matrix, insbesondere einer elastischen Anisotropie. Rein-Titan als Matrixwerkstoff zeichnet sich neben seinen guten Hochtemperatureigenschaften und seiner hohen Korrosionsbeständigkeit durch gute mechanische Festigkeitseigenschaften aus. Nachteilig dem gegenüber ist die hohe Reaktivität der Titanschmelzen gegenüber allen gängigen Tiegelmaterien und auch Verstärkungskomponenten. Die schmelzmetallurgische Herstellung diskontinuierlich mit Partikeln verstärkter MMCs ist somit unmöglich. Die im festen Zustand ebenfalls erhöhte Reaktivität führt in einem Einsatz bei höheren Temperaturen zu Schädigungen der Verstärkungskomponenten. Es bilden sich spröde Phasen an der Grenzfläche zwischen dem Matrixwerkstoff und der Verstärkung. Um Reaktionen des Matrixwerkstoffes Titan mit der Verstärkungskomponente während der Herstellung bzw. im Endprodukt zu vermeiden, müssen die Verstärkungen beschichtet werden. Bei höheren Herstelltemperaturen und sogar im festen Zustand ist eine Titan/ SiC-Paarung, wie sie in dieser Arbeit untersucht wird, in einem thermodynamisch instabilen Zustand, sodass sich zwischen der Matrix und der Verstärkungsphase eine Reaktionszone ausbildet. Abb. 2.16 zeigt das ternäre Zustandsdiagramm Ti-Si-C bei der Temperatur $T=1000^\circ\text{C}$. Gorsse und Le Petitcorps haben die Zusammensetzung sowie Morphologie der Titan-SiC Reaktionszone als Funktion der Zeit und der Wärmebehandlungstemperatur $T = 900^\circ\text{C}$ untersucht.

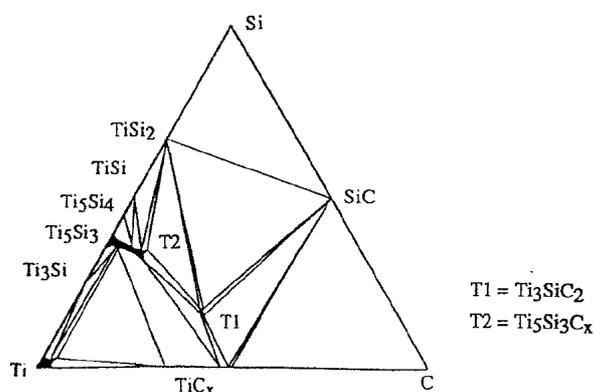


Abb. 2.16 Ternäres Zustandsdiagramm von Ti-Si-C bei 1000°C [WAK91]

Gorsse et al. fassen neben eigenen chemischen und morphologischen Analysen der Titan-/SiC-Reaktionszone mittels Augerspektroskopie, Röntgen-Mikrosonde sowie Rasterelektronenmikroskopie die Untersuchungsergebnisse verschiedener Autoren zur Grenzflächenbildung zusammen [GOR98]. Von allen Autoren wurde übereinstimmend eine zweiphasige Zone als Reaktionsprodukt in der Grenzschicht gefunden. Diese zweiphasige Zone besteht größtenteils aus TiC_x -Kristallen eingebettet in einer $Ti_5Si_3C_x$ -Matrix.

Martineau et al. untersuchten die Titan-/ SiC-Grenzfläche bei einer Temperatur von $T = 950^\circ C$ über 100-300 Stunden. Die sich einstellende Morphologie der Grenzfläche ist schematisch in Abb. 2.17 dargestellt [MAR84].

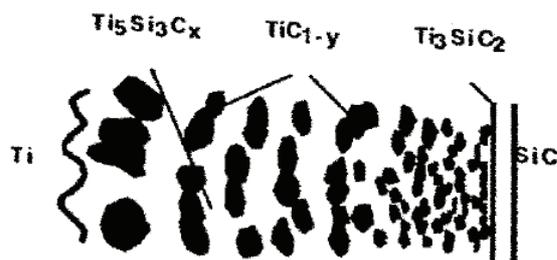


Abb. 2.17 Morphologie einer SiC-/ Ti-Grenzfläche bei $T = 950^\circ C$ über 100-300 Stunden [MAR84]

Gorsse und Le Petitcorps interpretieren diese Beobachtungen dahingehend, dass die Bildung der TiC_x -Kristalle an der Oberfläche der SiC-Partikel beginnt und ihre Größe bei ihrer Wanderung mit konstanter Geschwindigkeit zur titanseitigen Grenze der zweiphasigen Zone zunimmt. Die Dicke der sich ausbildenden Reaktionszone e bei $T = 900^\circ C$ wird durch Diffusionsmechanismen bestimmt und lässt sich berechnen mit:

$$e = k \cdot \sqrt{t} \quad (\text{Gl. 2.38})$$

Die Diffusionsratenkonstante k für die zweiphasige Zone wird von Gorsse und Le Petitcorps mit $k = 0,02 \mu m \cdot s^{-1/2}$ angegeben.

Allgemein gilt, dass die keramischen Verstärkungen mechanisch durch Druckspannungen mit der Matrix dann verbunden sind, wenn der Ausdehnungskoeffizient der metallischen Matrix deutlich größer ist als der Ausdehnungskoeffizient der keramischen Verstärkung. Der geringe thermische Ausdehnungskoeffizient des Titans, dessen Wert nahe den Werten der Ausdehnungskoeffizienten für keramische Werkstoffe liegt (vgl. Tabelle A1 im Anhang), lässt im Bereich der Grenzfläche Matrix/ Keramikpartikel Zugeigenspannungen in der Matrix entstehen. Diese können, wenn sie nicht durch eine plastische Verformung der Matrix abgebaut werden, zu Schädigungen, wie z.B. Rissbildung an der Grenzfläche Metall/ Keramik, führen [PET02].

2.4.2 AA6061+(Al₂O₃)_p-MMC

Die Aluminiumlegierung AA6061 gehört aufgrund ihrer Legierungsbestandteile zu den aushärtbaren Aluminium-Legierungen. Eine Wärmebehandlung erhöht zusätzlich die mechanischen Festigkeitseigenschaften. Das Ausscheidungsverhalten der Legierung AA6061 mit kubisch-flächenzentriertem Kristallgitter hängt von den Faktoren der chemischen Zusammensetzung, der Herstellung des Werkstoffes, der Auslagerungstemperatur bei der Wärmebehandlung und möglichen Fehlstellen des Gefüges ab. Die im wärmebehandelten Werkstoff AA6061 auftretenden intermetallischen Phasen und Ausscheidungssequenzen sind ausführlich in [DAF93, LLO93, PAC96, STA95] beschrieben.

Die Herstellung des diskontinuierlich mit Partikeln verstärkten MMC-Werkstoffes AA6061+(Al₂O₃)_p erfolgt üblicherweise über ein schmelzmetallurgisches Verfahren, bei dem ein mechanisches Rührwerk für eine möglichst gleichmäßige Verteilung der Partikel in der Schmelze sorgt [SCH98]. Benetzungshilfen für die Partikel sorgen für eine Verminderung der Porosität. In der Schmelze und in der Phase des Lösungsglühens einer Wärmebehandlung bei der Temperatur von z.B. $T \approx 560^\circ\text{C}$ befinden sich die Al₂O₃-Partikel in einem thermodynamisch instabilen Zustand, weshalb es zur Ausbildung des Spinells MgAl₂O₄ an der Grenzfläche der Partikel kommt (Abb. 2.18).

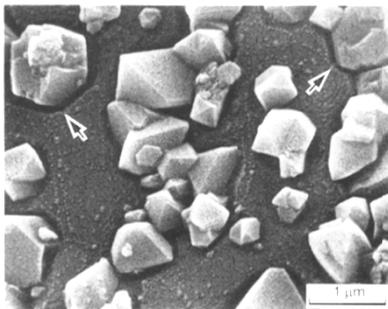
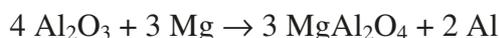


Abb. 2.18 MgAl₂O₄-Spinelle (Pfeile) auf Al₂O₃-Partikel [LEE94]

Die Reaktionsgleichung für die Spinell-Bildung lautet:

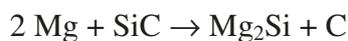
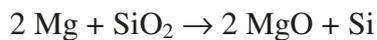
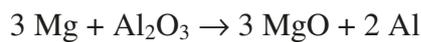


Einerseits verbessert die Spinell-Phase die mechanische Haftfestigkeit der Grenzfläche, andererseits entstehen in den Al₂O₃-Partikeln kleine Gräben, die durch ihre Kerbwirkung die Spannungsverteilung beeinflussen und zu Partikelbrüchen führen können [LEE94]. Die Spinell-Bildung reduziert die mögliche Ausscheidungsmenge an Mg₂Si im Matrixwerkstoff [BRO01].

2.4.3 Hybridverstärkter AE42+(Saffil[®])_r+(SiC)_p-MMC

Die Magnesiumlegierung AE42 ist eine Gusslegierung. Diese Legierung mit hexagonalem Kristallgitter wurde von der Firma DOW für Hochtemperaturanwendungen entwickelt. Durch das Hinzulegieren Seltener Erden werden feine Mg₉RE-Ausscheidungen im Gefüge erzielt

und die Bildung der β -Phase $Mg_{17}Al_{12}$ unterdrückt [ARU07b]. Die Zugabe von Aluminium verbessert die Gießbarkeit und die Raumtemperatureigenschaften des Werkstoffes. Die deutlich verbesserten Kriecheigenschaften werden auf feine Al_x-RE_y -Ausscheidungen in der Matrix zurückgeführt, die sich während der kurzen Erstarrungszeit beim Druckgießen ausbilden [ARU07a, DIE06]. Der MMC-Werkstoff $AE42+(Saffil^{\circledR})_f+(SiC)_p$ besitzt als sogenannter Hybridverbundwerkstoff eine Verstärkung bestehend aus Saffil[®]-Kurzfasern und SiC-Partikeln. Dadurch erhält man Werkstoffeigenschaften, die mit einem Verstärkungstyp allein nicht erreicht werden können. Die Herstellung des Werkstoffs $AE42+10\%(Saffil^{\circledR})_f+10\%(SiC)_p$, ist in [DIE06, ARU07b] ausführlich beschrieben. Eine vorgefertigte Preform aus Fasern und Partikeln, für deren Stabilität ein anorganischer SiO_2 -Binder sorgt, bildete hierfür die Grundlage. Die $(Saffil^{\circledR})_f$ -Preform besitzt eine Verteilung der Fasern mit planar isotropen Längsebenen [ARU07a]. Die Reaktionszone zwischen Matrix und den Saffil[®]-Kurzfasern (96-97% $\delta-Al_2O_3 + 3-4\% SiO_2$) enthält überwiegend MgO, sowie Mg_2Si zwischen Matrix und den SiC-Partikeln. Die Reaktionsgleichungen für die Bildung der Reaktionszone zwischen Matrix und den keramischen Verstärkungen lauten:



Die Reaktionszone zwischen den Saffil[®]-Kurzfasern und der Matrix ist dicker im Vergleich zur Reaktionszone zwischen den SiC-Partikeln und der Matrix. Verantwortlich kann hierfür einerseits eine Reaktion mit dem in der Saffil[®]-Faser enthaltene Anteil von SiO_2 sein, andererseits ebenso eine Reaktion der Magnesium-Matrix mit dem SiO_2 -Binder. Die dickere Grenzschicht zwischen Faser und Matrix bewirkt eine Schwächung der Grenzfläche, aus der eine schlechtere Lastübertragung bei Beanspruchung des Verbundwerkstoffes resultiert. Arunachaleswaran et al. beschreiben entlang der Verstärkungen kleine globulare Ausscheidungen Mg_2Si mit einer Größe von 1-2 μm , die die mechanische Haftfestigkeit zwischen Matrix und Verstärkung verbessern (Abb. 2.19) [ARU07a].

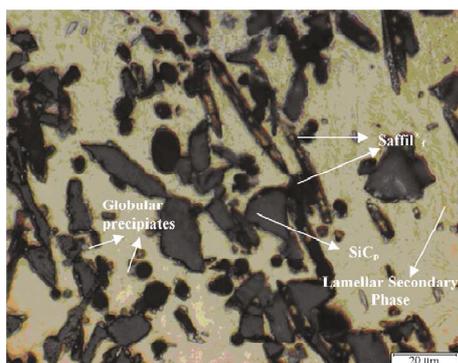


Abb. 2.19 Lichtmikroskopische Aufnahme $AE42+Saffil^{\circledR}_f+SiC_p$ [ARU07a]

2.5 Computer-Tomographie mit Synchrotronstrahlung

Die Computer-Tomographie mit Synchrotronstrahlung etablierte sich in den 1980er Jahren als zerstörungsfreie Werkstoffprüfung in den Materialwissenschaften und ist heute eine gebräuchliche Methode der Charakterisierung von Werkstoffen sowie innerer Werkstoffvorgänge. Sie bietet die Möglichkeit, in Verbundwerkstoffen die Matrix, die Verstärkungskomponente, aber auch innere Defekte wie Poren und Risse, sowie Ausscheidungen qualitativ sowie quantitativ zu ermitteln und räumlich zuzuordnen. An der ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) sind heutzutage 3-dimensionale Auflösungen von $0,3^3 \mu\text{m}^3$ Voxelgröße bei Probenvolumina von ca. $0,6^3 \text{mm}^3$ möglich. Größere Probenabmessungen gehen einher mit einer schlechteren Auflösung. Es werden große Anstrengungen unternommen, zukünftig Ortsauflösungen von 100nm zu erzielen, um Strukturanalysen im Sub-Mikrometerbereich durchführen zu können [ESRFe]. Tomographische Aufnahmen sind mittels sogenannter Fast-Tomographie im Minutenbereich möglich, sodass neben guter 3-dimensionaler Ortsauflösung zeitaufgelöste Messungen möglich sind. Demnach können zeitabhängige Werkstoffveränderungen während thermischer und/ oder mechanischer Belastung untersucht werden [DIM05]. Die Analysenmethode der in dieser Arbeit durchgeführten Experimente ist die Absorptions-Tomographie in Transmission, auf die deshalb im Folgenden ausschließlich eingegangen werden wird. Der Vollständigkeit halber seien die weiteren Verfahren der Diffraktions-, Phasenkontrast-, Refraktions-, Fluoreszenz- und Holotomographie erwähnt, auf deren Beschreibung im Rahmen dieser Arbeit verzichtet wird.

2.5.1 Absorptions-Tomographie

Die Grundlage für die Absorptions-Tomographie bildet das Lambert-Beersche Gesetz:

$$I = I_0 \cdot e^{-\mu x} \quad (\text{Gl. 2.39})$$

Es beschreibt die Schwächung der Strahlungsintensität eines Primärstrahles I_0 als Funktion der Weglänge x durch eine absorbierende Substanz, die durch den Schwächungskoeffizienten μ charakterisiert ist. Wird der Strahl in dem transmittierten Objekt von mehreren Substanzen n mit verschiedenen Schwächungskoeffizienten μ_i geschwächt, addieren sich die Exponentialanteile. Bei stark inhomogenen Werkstoffen, zu denen auch die Verbundwerkstoffe gehören, sind die Weglängen x_i klein und daher die sich addierenden Schwächungskoeffizienten μ_i für n schwächende Komponenten integral zu berücksichtigen. Es gilt für monochromatische Strahlung und n schwächende Komponenten entlang einer Linie in Integralschreibweise (Abb. 2.20):

$$I(x) = I_0(E) \cdot e^{-\int \mu(x,y_i) dx} \quad (\text{Gl. 2.40})$$

Für polychromatische Strahlung und n schwächende Komponenten entlang einer Linie gilt nach [BLE07]:

$$I(x) = \int_E I_0(E) \cdot e^{-\int_x \mu(x,y_1) dx} dE \quad (\text{Gl. 2.41})$$

Hierbei ist I_0 die Intensität des Primärstrahles, $I(x)$ die Intensität nach der Transmission des Synchrotronstrahles durch den Werkstoff entlang einer einzelnen Linie x und μ ist der lineare Schwächungskoeffizient, der eine Funktion der Dichte ρ , der Atomordnungszahl Z und der Energie E ist. Der Term $\mu(x, y)$ beschreibt den Betrag des linearen Schwächungskoeffizienten am Punkt mit den Koordinaten (x, y) (Abb. 2.20).

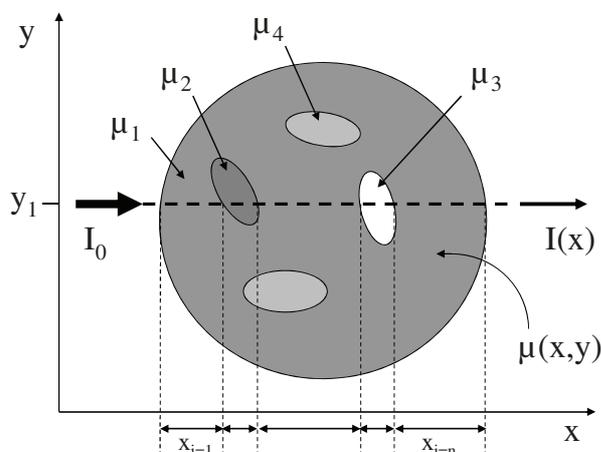


Abb. 2.20 Schwächung des Primärstrahles entlang der Linie x in der Absorptions-Tomographie, Erweiterung der Illustration nach Baruchel [BAR00]

Nach dem von Johann Radon bereits im Jahr 1917 veröffentlichten mathematischen Verfahren zur Berechnung von Integralwerten einer reellen Funktion zweier Variablen entlang von Geraden, kann eine 2-dimensionale Objekteigenschaft exakt beschrieben werden, wenn eine unendliche Anzahl von Linienintegralen vorliegt [RAD17]. Angewendet auf radiographische Projektionsdaten eines Objekts in der Computertomographie bildet das als Radon-Transformation bezeichnete mathematische Verfahren die Grundlage für die Rekonstruktion innerer, räumlicher Strukturen eines Objektes. Da bei der Synchrotron-Tomographie das Objekt mit einem Bündel paralleler Strahlen durchstrahlt wird, enthalten die Radiographen die Menge aller möglichen Linienintegrale. Für die Rekonstruktion der 3-dimensionalen Abbildung wird eine größere Anzahl 2-dimensionaler radiographischer Projektionen benötigt, die unter verschiedenen Betrachtungswinkeln aufgenommen werden müssen (Abb. 2.21). Um aus den Radiographen eine 3-dimensionale Abbildung der inneren Struktur eines Objektes zu erzeugen, hat sich die Methode der sogenannten gefilterten Rückprojektion (Filtered Back-projection: FBP) als robuster Algorithmus erwiesen und findet daher eine verbreitete Anwendung. Einzelheiten hierzu finden sich bei [BAR00, LEH10, RAC06]. Die experimentelle Realisierung der Tomographie am Synchrotronstrahlungsring erfolgt über eine schrittweise oder

kontinuierliche Rotation des Objektes um einen Winkel von 180° , während der Detektor ortsfest im Strahlengang angeordnet ist (Abb. 2.21).

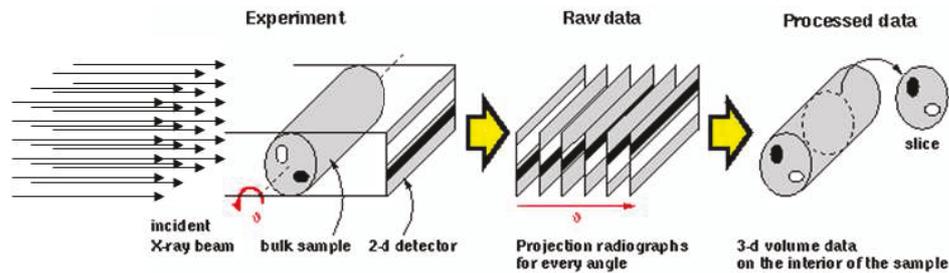


Abb. 2.21 Schematische Darstellung der Computertomographie [ESRF]

Wird die Synchrotron-Tomographie für die quantitative Analyse oder lokale Charakterisierung von Werkstoffen genutzt, muss den Rekonstruktionsartefakten eine besondere Aufmerksamkeit geschenkt werden. Bei Rekonstruktionsartefakten handelt es sich um künstliche Strukturen, die nicht im originalen Objekt vorhanden sind, sondern durch die Rekonstruktion erzeugt werden und im experimentellen Aufbau begründet sind. Baruchel beschreibt als Artefakte die Strahlauhhärtung (beam hardening), Teilvolumenartefakte, Streustrahlartefakte, Bewegungsartefakte, Kantenartefakte, Detektorsättigungsartefakte, Ringartefakte, Rotationsachsenartefakte und sternenförmige Artefakte [BAR00]. Neben der Ursache für die Entstehung dieser Artefakte nennt Baruchel Möglichkeiten zu ihrer Vermeidung bzw. Korrektur.

2.5.2 Tomographie an der Europäischen Synchrotronstrahlungsquelle (ESRF)

Die tomographischen Untersuchungen wurden an der Europäischen Synchrotronstrahlungsquelle ESRF (European Synchrotron Radiation Facility, Grenoble, Frankreich) an den Beamlines ID15A und ID19 durchgeführt. Die ESRF ist eine Synchrotronstrahlungsquelle der dritten Generation. Die Elektronenenergie liegt bei ca. 6 GeV bei einem Strom von ca. 200 mA. Ein kleiner Elektronenstrahlquerschnitt ($<100\mu\text{m}$) sorgt für eine hohe Brillanz, Parallelität und Kohärenz. Es sind Photonenenergien von mehreren 100 keV erreichbar. Diese Eigenschaften ermöglichen die sogenannte Mikrotomographie, d.h. es werden Auflösungen im Mikrometerbereich pro Detektorpixel erreicht. Da an der ID15A und an der ID19 sowohl verschiedene Tomographiekameras als auch verschiedene Primärstrahlcharakteristika verwendet werden, werden im Folgenden beide Beamlines getrennt beschrieben.

2.5.2.1 Tomographie an der Beamline ID15A

Die Beamline ID15A ist eine sogenannte High Energy Beamline. Die Kombination eines 7 Pol 1.84 T Asymmetrischen Multipole Wiggler (AMPW) und eines in-Vakuum Undulators (U22) ermöglichen einerseits Energien bis 500 keV (AMPW), andererseits liefert der U22 unterhalb von 120 keV einen sehr hohen Photonenfluss. Die Beamline arbeitet üblicherweise bei Energien zwischen 70 und 400 keV [ESRFb]. Der Photonenfluss von polychromatischer

im Vergleich zu monochromatischer Synchrotronstrahlung ist um mehrere Größenordnungen höher, bei gleichzeitig einer lediglich 10%-igen Verschlechterung des Signal-Rausch-Verhältnisses, sodass sehr kurze Belichtungszeiten realisiert werden können [ESRFc].

An der Beamline ID15A steht für die Tomographie eine Kamera der Firma Dalsa vom Typ Dalstar1M60 zur Verfügung (Abb. 2.22). Die 12-bit Kamera verfügt über einen 1024*1024 CCD-Chip (Charge-coupled device). Bei einer Pixelgröße der Detektorkamera von $14^2\mu\text{m}^2$ ergibt sich eine Gesamtauflösung von $2^3\mu\text{m}^3$ pro Voxel im Tomogramm bei einem field-of-view von $1,2^2\text{mm}^2$.

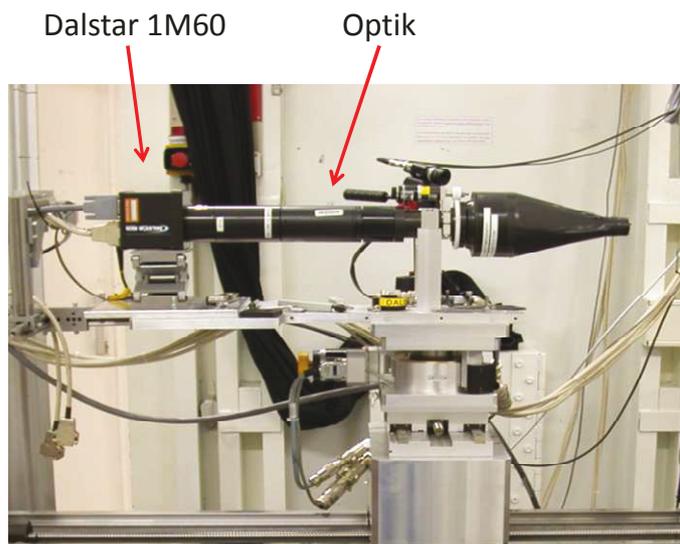


Abb. 2.22 Tomographiekamera an der Beamline ID15A

Der Mikrotomographieaufbau an der ID15A wurde für in-situ Experimente entwickelt, in denen hohe Zeitauflösungen erforderlich sind (Ultra fast micro-tomography). Es können volle 3D-Datensätze in weniger als einer Sekunde aufgenommen werden [DIM05].

2.5.2.2 Tomographie an der Beamline ID19

Die Beamline ID19 ist eine auf Topographie- und Mikrotomographieexperimente spezialisierte „High-resolution“ Beamline. Sie ist ausgerüstet mit zwei Undulatoren sowie einem Wiggler und ist 145m vom Speicherring entfernt aufgebaut. Dieses ermöglicht in Verbindung mit einer kleinen Quellengröße von $30\mu\text{m}$ vertikal und $120\mu\text{m}$ horizontal einerseits die Ausnutzung der Kohärenzeigenschaften des Synchrotronstrahles sowie andererseits je nach Anforderung des Experiments die Auswahl zwischen entweder einem weiten, homogenen oder einem fokussierten Strahl unter 100nm . Der einstellbare Energiebereich liegt zwischen $6\text{-}100\text{keV}$, wobei die meisten Experimente monochromatisch im Energiebereich zwischen $10\text{-}35\text{keV}$ durchgeführt werden. Die monochromatische Strahlung kann entweder über einen Doppel-Si (111) Monochromatorkristall mit $\Delta E / E = 10^{-4}$ oder einer hochmodernen Multilayer-Komponente mit $\Delta E / E = 10^{-2}$ erzeugt werden. Zusätzlich ist ein sogenannter „pink Beam“ verfügbar.

Hierbei wird der volle Undulator-Beam genutzt, der zunächst über einen Spiegel, der als Tiefpassfilter dient, reflektiert und anschließend durch einen 0,5mm dicken Aluminiumfilter transmittiert wird, der als Hochpassfilter wirkt. So erhält man einen polychromatischen Strahl mit hohem Fluss und einer Energieauflösung von $\Delta E / E \approx 10^{-2}$ [RAU01].

An der Beamline ID19 steht als Detektor die an der ESRF entwickelte FreLoN- (Fast Readout Low Noise)-Kamera zur Verfügung (Abb. 2.23).

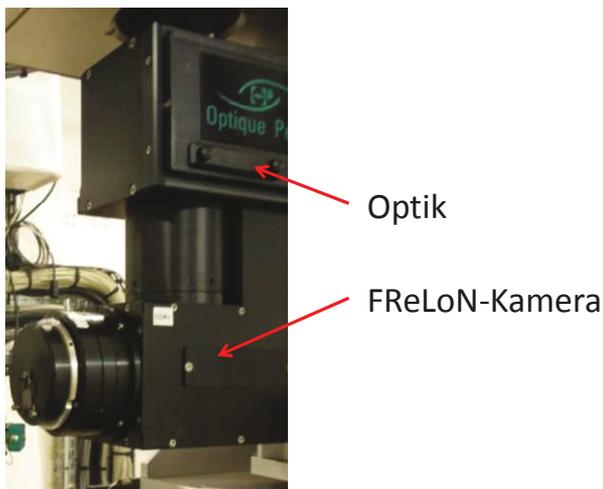


Abb. 2.23 Tomographiekamera an der ID19

Die Kamera ist eine 14 bit dynamische CCD-Kamera, die über einen 2048*2048 Pixel-Chip verfügt, wobei die Detektorpixelgröße $14^2\mu\text{m}^2$ beträgt. Ein kommerzielles Optik-System der Firma Optik Peter ermöglicht die Einstellung unterschiedlicher Vergrößerungen. Dadurch sind Auflösungen mit einer minimalen Pixelgröße von $0,28^2\mu\text{m}^2$ (no binning-Mode) und einem davon abhängigen field-of-view von $0,57^2\text{mm}^2$ bis zu einer Pixelgröße von $5,6^2\mu\text{m}^2$ (binning-Mode) und einem field-of-view von $5,73^2\text{mm}^2$ in der „High Resolution Microtomography“ erreichbar [ESRFd].

3. Zielsetzung

In der letzten Hälfte des 20. Jahrhunderts sind zahlreiche Untersuchungen an Metallen mit dem Ziel durchgeführt worden, Kriechschädigungsmechanismen identifizieren, quantifizieren und ihre Zeitabhängigkeit beschreiben zu können, um die Erkenntnisse für die Verbesserung der Kriecheigenschaften von Werkstoffen zu nutzen. Grundlegende Arbeiten hierzu sind von Weertmann, Greenwood, Ashby, Cocks, Frost sowie weiteren Autoren durchgeführt und in Modellen formuliert worden [WEE55, GRE69, ASH79, COC80, COC82, FRO82]. Für die Verbesserung der gewichtsspezifischen mechanischen Eigenschaften und damit auch der Kriecheigenschaften von Metallen hat sich in den vergangenen Jahrzehnten die Werkstoffgruppe der Metall-Matrix-Verbundwerkstoffe etabliert. Die Untersuchung des Kriechverhaltens und der Kriechschädigungsmechanismen in MMC-Werkstoffen ist ebenfalls Gegenstand zahlreicher Publikationen. Autoren wie Cox, Nieh, Withers, Eggeler, Clyne, Dlouhy sowie Whitehouse haben wichtige Arbeiten für das Verständnis des Kriechverhaltens von Verbundwerkstoffen publiziert und in Modelle gefasst [COX52, NIE84, WIT89, EGG94, CLY95, DLO95, WHI98]. Die Analyse der Kriechschädigung erfolgte bisher anhand 2-dimensionaler licht- sowie elektronenmikroskopischer Darstellungen abgebrochener Kriechexperimente. Je nach Wahl der Abkühlbedingungen sowie der anschließenden metallographischen Präparation kann das Untersuchungsergebnis gegebenenfalls fehlerbehaftet sein. Es können sich z.B. Poren und Mikrorisse wieder schließen oder wachsen bzw. Verstärkungsbrüche induziert werden sowie ein „back flow“ von Matrix in die Hohlräume der Spalte gebrochener Verstärkungsphasen erfolgen [KUR12]. Eine Beurteilung der Kriechschädigungsentwicklung gelingt nur mittels aufwendiger Vergleiche vieler Längs- und Querschliffe anhand zu unterschiedlichen Zeiten abgebrochener Experimente. Die metallographische Präparation gestaltet sich durch die keramische Zweitphase schwierig. Einerseits kann die keramische Verstärkungsphase herausfallen oder brechen. Andererseits können Poren in der vergleichsweise weichen Matrix zugeschmiert bzw. unkenntlich werden. Die Analyse der Kriechschädigung durch Verstärkungsbrüche, insbesondere der Faserbrüche faserverstärkter Werkstoffe, kann bei der 2-dimensionalen Schliffpräparation nur exakte Werte von Fasern liefern, die genau in der Schliffebene liegen. Dieses gestaltet sich insbesondere bei regellos orientierten Fasern schwierig. Gleiches gilt für die Analyse von Faserdurchmessern. Diese können nur dann eindeutig bestimmt werden, wenn bei der Präparation genau die Fasermittelpunkte getroffen werden. Die 3-dimensionale Darstellung tomographischer Aufnahmen hingegen ermöglicht die Ermittlung korrekter Faserdurchmesser und -längen bzw. Faserbruchstücklängen regellos orientierter Fasern im Volumen.

Die hochauflösende Mikro-Tomographie mittels Synchrotronstrahlung erlaubt die zerstörungsfreie Analyse der Kriechschädigungen im Volumen. Hierzu haben in jüngerer Zeit Buf-

fière, Maire, Pyzalla, Isaac, Huppmann und Kurumlu ihre Arbeiten präsentiert [BUF99, MAI01, PYZ05a, PYZ05b, PYZ06a, PYZ06b, ISA07, ISA08, ISA09, ISA11, HUP10, KUR12]. Buffière, Maire, Requena und Kurumlu haben die Schädigungsmechanismen in der Werkstoffgruppe der Metall-Matrixverbundwerkstoffe untersucht. In ihren Arbeiten fehlt jedoch die in-situ Betrachtung. Pyzalla et al. [PYZ05b, PYZ06a] sowie Isaac et al. [ISA07, ISA08, ISA09, ISA11] zeigen die zeitliche Zuordnung der Kriechschädigung anhand einer unverstärkten Messinglegierung. Pyzalla et al. [PYZ05a, PYZ06b] sowie Huppmann et al. [HUP07, HUP10] präsentieren in-situ Ergebnisse der Kriechschädigung an einem partikelverstärkten Al-Al₂O₃-MMC.

Die Ziele dieser Arbeit sind die Ermittlung des Kriechverhaltens, die zeitabhängige sowie lokale Entstehung und Entwicklung der Kriechschädigung im Volumen sowie die Bestimmung der Versagensmechanismen in den drei MMC-Werkstoffen Titan+15%(SiC)_p, AA6061+22%(Al₂O₃)_p und AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p. Anhand bestehender Modelle von Greenwood [GRE69], Cocks/ Ashby [COC82], Cox [COX52], Eggeler [EGG94] und Dlouhy [DLO95] sollen die zugrundeliegenden mikrostrukturellen Mechanismen für die Porenbildung sowie das Porenwachstum in der Matrix, der Einfluss der Verstärkungsphase auf die Kriechschädigung und folglich auf das Kriechverhalten, sowie das Versagen des Gesamtverbundes unter verschiedenen Kriechbelastungen untersucht werden. Greenwood beschreibt in seinem Modell die Verknüpfung der Porosität mit dem zeitlichen Kriechverlauf. Die Zusammenhänge der Porenbildung und des -wachstums in den frühen und späteren Kriechstadien betrachtet Greenwood anhand der Porenanzahl und des -volumens [GRE69]. Cocks/ Ashby formulieren in ihrem Modell für das Porenwachstum drei mikrostrukturelle Kriechmechanismen [COC82]. Diese beiden Modelle, die für die Untersuchung der Kriechschädigung von Metallen entwickelt wurden, werden in dieser Arbeit kombiniert, auf MMC-Werkstoffe angewendet und für den 3-dimensionalen Anwendungsfall modifiziert. Es wird die Übertragbarkeit der beiden zusammengeführten Modelle für die zeitabhängige Analyse der mikrostrukturellen Mechanismen der Kriechschädigung durch Porenbildung und -wachstum in der Matrix von Leichtmetall-Verbundwerkstoffen gezeigt werden. Die Kriechschädigung durch Verstärkungsbrüche wird lokal im Volumen sowie zeitabhängig betrachtet und mit den Modellen von Eggeler [EGG94] sowie Dlouhy [DLO95] verglichen. Weiterhin werden die Matrixablösung von der Verstärkungsphase und das Wachstum der zum Versagen führenden Mikrorisse untersucht. Es werden die Kriechschädigung und die Schädigungsentwicklung 3-dimensional im in-situ Tomographieexperiment erstmals an nur einer einzelnen MMC-Kriechprobe für eine Kriechbelastung untersucht. Die jeweiligen Schädigungsanteile werden zeitlich der Kriechdehnung ε sowie der Dehnrates $\dot{\varepsilon}$ und der lokalen Lage im Volumen zugeordnet. Es wird die Korrelation der mikrostrukturellen Kriechschädigungen mit den makroskopischen Kriechphänomenen gezeigt.

4. Experimentelles

4.1 Verwendete Leichtmetall-Verbundwerkstoffe (MMC)

Es wurden die drei Leichtmetallverbundwerkstoffe Titan+15%(SiC)_p, AA6061+20%(Al₂O₃)_p und AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p untersucht.

Der Metallmatrixverbundwerkstoff Titan+15%(SiC)_p besteht aus einer Rein-Metall (commercial pure) cp-Titanmatrix (99,5%) und ist mit 15% SiC-Partikeln verstärkt. Der Werkstoff wurde von der TU Wien, Priv.-Doz. Dr. Cecilia Poletti, zur Verfügung gestellt. Die Zusammensetzung, Herstellung und Charakterisierung des Werkstoffs sind ausführlich in [POL08] beschrieben.

Der Verbundwerkstoff AA6061+22%(Al₂O₃)_p basiert auf der aushärtbaren Aluminiumlegierung AA6061 als Matrix und ist mit 22% Al₂O₃-Partikeln verstärkt. Der Werkstoff wurde von der Technischen Universität Wien, Dr. Guillermo Requena, zur Verfügung gestellt. Die Zusammensetzung, Herstellung, und Charakterisierung des Werkstoffs stellt Requena in [REQ02] und [REQ04] dar. Die nach der von Requena durchgeführten T6-Wärmebehandlung mit Überalterung zu erwartende Mikrostruktur der Matrix wird in [DAF93, DUT89 und PAC96] detailliert erörtert.

Als Hybrid-Verbundwerkstoff wird der Werkstoff AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p bezeichnet, da er mit zwei unterschiedlichen keramischen Phasen verstärkt ist. Den Matrixwerkstoff bildet die aushärtbare Magnesiumlegierung AE42, die mit Saffil[®]-Kurzfasern und SiC-Partikeln zu je einem Anteil von 10% verstärkt ist. Der Werkstoff wurde vom Helmholtz-Zentrum Geesthacht (HZG), Dr. Hajo Dieringa, zur Verfügung gestellt. Die Zusammensetzung, Herstellung, Mikrostruktur und Charakterisierung des Werkstoffs behandeln [ARU07b] und [DIE06].

4.2 Probenherstellung

Aus den drei Werkstoffen wurden durch spanende Bearbeitung Miniaturkriechproben gemäß der Abmessungen in Abb. 4.1 hergestellt. Die Abmessungen waren experimentell bedingt (vgl. Abschnitt 4.4.1).

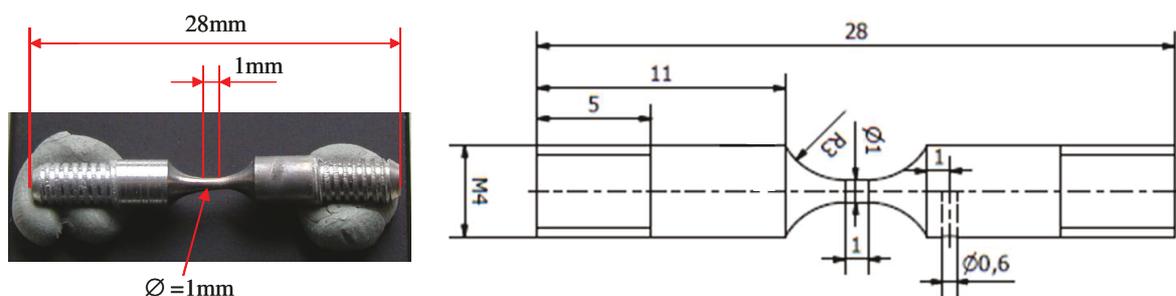


Abb. 4.1 Miniaturkriechprobe

Die Proben der stranggepressten Werkstoffe Titan+15%(SiC)_p und AA6061+22%(Al₂O₃)_p wurden axial zur Strangpressrichtung entnommen (Abb. 4.2). Die Probenlängsachsen entsprechen demzufolge der Strangpressrichtung.

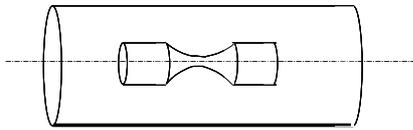


Abb. 4.2 Lage der Kriechprobenentnahme bei den stranggepressten MMC-Werkstoffen

Aus dem von der EMPA (Eidgenössische Materialprüfungs- und Forschungsanstalt), Thun (Schweiz) hergestellten Gussblock des Werkstoffs AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p wurden am Helmholtz-Zentrum Geesthacht zylindrische Stangen funkenerosiv herausgetrennt. Die Proben wurden durch spanende Drehbearbeitung entlang der Mittelachse der Stangen gefertigt (Abb. 4.3).

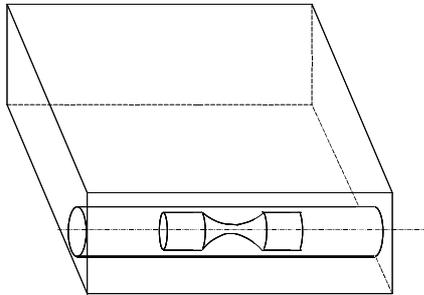


Abb. 4.3 Lage der Kriechprobenentnahme aus dem Gussblock des Mg-MMCs AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p

Die Proben wurden entlang der isotropen Ebene der Faserorientierung entnommen [ARU07a].

4.3 Mikroskopie

Es wurden Werkstoffstrukturanalysen mittels Lichtmikroskopie (Axioskop der Firma Zeiss) und Rasterelektronenmikroskopie (JSM 6400 der Firma Jeol) der Grundwerkstoffzustände vor der Probenfertigung zur Charakterisierung der Mikrostruktur der Matrixwerkstoffe, wie Korngröße, Ausscheidungen, Ausscheidungsgröße, Verstärkungsverteilung sowie -orientierung durchgeführt. Hierfür wurden die Proben metallographisch durch Schleifen, Polieren und Ätzen präpariert.

Nach dem Bruch der Proben durch die Kriechbelastung wurden die Bruchflächen mittels Rasterelektronenmikroskopie charakterisiert.

Die Auswertung der 2-dimensionalen mikroskopischen Bilder bezüglich der Partikelgröße, -gehalte sowie -orientierungen erfolgte mit dem Bildbearbeitungs- und Bildverarbeitungsprogramm ImageJ. Die Korngrößenbestimmung wurde mit der Bildbearbeitungssoftware „aquito a4i“ der Firma Excel Technologies durchgeführt.

4.4 Tomographie mit Synchrotronstrahlung

4.4.1 Versuchsapparatur für in-situ Kriechversuche mit Synchrotronstrahlung

Um tomographische Untersuchungen an Kriechexperimenten in-situ unter Synchrotronbedingungen durchführen zu können, bedarf es der Einhaltung mehrerer Randbedingungen, die sich aus den Gegebenheiten der an den Beamlines ID15A und ID19 (ESRF) vorhandenen Aufbauten, wie z.B. Rotationstische, Detektoren, und dem Verfahren selbst ergeben:

- Die zulässige Traglast der Rotationstische ist an beiden Beamlines auf ca. 10 kg begrenzt.
- Der Experimentaufbau muss weitestgehend vibrationsfrei sein.
- Die Probenabmessungen im Messbereich sollten nicht größer als das „field-of-view“ der Detektoren sein, damit die zu untersuchenden Effekte auch detektiert werden können.
- Ableitung der aufzubringenden Kräfte und Zuführung der Wärme ohne störende Einflüsse im Bereich des Messvolumens.

Die genannten Randbedingungen konnten erfüllt werden, indem Miniaturkriechproben (Abb. 4.1) verwendet wurden. Damit einher ging eine Miniaturisierung des experimentellen Aufbaus (Abb. 4.4). Bei einem Probendurchmesser und einer Messbereichslänge von je 1mm, die die Anforderungen an das „field-of-view“ beider Beamlines erfüllen, beträgt das Messvolumen ca. $0,8\text{mm}^3$. Die Probe ist über zwei M4-Gewinde an den Enden in je einer Macor[®]-Halterung befestigt, die als Thermobarriere verhindert, dass die aufgebrachte Temperatur vollständig über das Gehäuse abfließt (Abb. 4.4 c). Macor[®] ist eine spanend bearbeitbare Glaskeramik, die bei einer Dauer-Betriebstemperatur von 800°C verwendet werden kann und deren Wärmeleitfähigkeit (25°C) bei lediglich $1,46\text{ W/m}^\circ\text{C}$ liegt. Während die untere Einspannung der Probe fest mit dem Gehäuse verbunden ist, wird die obere Einspannung im Deckel gleitend geführt, sodass eine axiale Bewegung möglich ist. Über die obere Spindel wird die mechanische Last auf die Probe aufgebracht. Hierzu werden vibrationsfreie Druckfedern verwendet, über deren lineare Kennlinie die genaue Last berechnet und eingestellt werden kann. Aus experimentellen und geometrischen Gründen kann die Längenänderung der Probe während des Experiments nicht direkt am Messvolumen erfasst werden. Daher wird die Längenänderung der Probe am oberen Spindelkopf mit einem axial angebrachten LVDT-Wegaufnehmer der Firma WayCon, Typ SM2-T-KA, Messbereich $\pm 1\text{mm}$ mit einer Messgenauigkeit von $0,1\mu\text{m}$, gemessen (Abb. 4.4 a) und mittels Computer sowie des Messwerterfassungsprogramms PAXProlog aufgezeichnet.

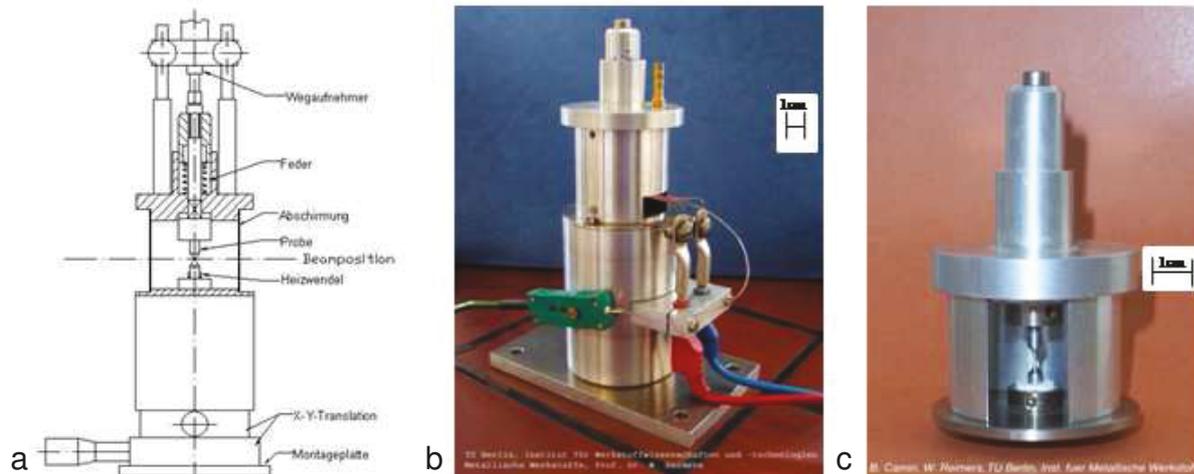


Abb. 4.4 Miniaturkriechapparatur: a) Querschnittszeichnung, b) Aufbau mit Heizung und Thermoelement, c) Innenansicht der Apparatur mit Probeneinbaulage

Die sonst üblichen zwei Stützsäulen an kommerziellen Zug-/ Druck- bzw. Kriechapparaturen, die die horizontalen Traversen führen, wurden hier durch einen Hohlzylinder mit einer Wanddicke von 0,5mm ersetzt, der den Kraftfluss ermöglicht. Im in-situ Experiment sorgt der Hohlzylinder für eine gleichmäßige Absorption, sodass während der Rotation um 180° keine sprunghaften Änderungen erfolgen. Der Zylinder ist aus einer homogenen Magnesiumlegierung gefertigt, sodass die Absorption gering ist und keine Ausscheidungen die Bildqualität beeinflussen. Die Temperatur wird am unteren Ende der Probe über eine Heizwendel aufgebracht, mittels Thermoelement möglichst nahe am Messvolumen gemessen und über eine Regelung konstant gehalten (Abb. 4.4 b). Aus konstruktiven Gründen der Miniaturkriechapparatur ist es nicht möglich, die Kriechversuche normgerecht nach DIN EN ISO 204 durchzuführen. In den in-situ Experimenten wurde zuerst die konstante Kraft aufgebracht. Das Aufheizen auf die Versuchstemperatur erfolgte anschließend. Da die Probendehnung im Vergleich zur Länge der Feder und der Federkonstanten klein ist, ist die mechanische Belastung durch die Federkraft bis zum Versuchsende als konstant anzusehen. Die eingestellte Versuchstemperatur war am Probenort nach ca. 1 Minute erreicht und mit einer Abweichung von max. $\pm 1\text{K}$ über die gesamte Kriechzeit stabil. Innerhalb des Messvolumens trat aufgrund einer Gradientenbildung eine maximale Abweichung der Solltemperatur von $\pm 1\%$ auf. Die Messung der Längenänderung wurde vor dem Heizvorgang gestartet und nach dem Experiment entsprechend korrigiert, indem der Beitrag durch das Aufheizen subtrahiert wurde. Die Dauer bis zum Erreichen des Temperaturgleichgewichts der gesamten Miniaturkriechapparatur ist abhängig von der Versuchstemperatur. Bei den im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Experimenten war das Temperaturgleichgewicht nach einer Zeit von maximal 10 Minuten erreicht. In Laborvorversuchen wurde die Temperatur der Apparatur im Feder- und Wegmessbereich mit 40-50°C ermittelt. Die thermische Ausdehnung der gesamten Apparatur wird durch die Macor[®]-Thermobarriere folglich gering gehalten.

Obwohl die Versuchsdurchführung der Kriechversuche nicht normgerecht erfolgte, wird im Folgenden in Anlehnung an DIN EN ISO 204 eine Abschätzung der Messunsicherheiten einer Messung vorgenommen. Das Verfahren der Abschätzung ist im Anhang D der Norm für den einachsigen Zeitstandversuch unter Zugbeanspruchung für metallische Werkstoffe beschrieben. Eine absolute Unsicherheitsangabe wird gemäß DIN EN ISO 204 für das Prüfverfahren negiert. Für die Abschätzung der Gesamtunsicherheit wird in dieser Arbeit das Verfahren vom Typ B verwendet. Aus der Wurzel der quadrierten Einzelunsicherheiten u_s der Herstellerangaben und Kalibrierzertifikate für alle Bauelemente der Miniaturkriechapparatur berechnet sich die kombinierte Standardunsicherheit $u_c = \pm 0,43\%$. Daraus wird nach der Multiplikation mit dem Reichweitenfaktor $k = 2$ die erweiterte Unsicherheit $U_{E,K} = k \cdot u_c = \pm 0,9\%$ für einen 95%-Vertrauensbereich berechnet. Die werkstoffbedingte Unsicherheit für den Spannungsexponenten n kann aufgrund der geringen Anzahl von Versuchen nicht abgeschätzt werden. Jedoch wird die werkstoffabhängige Unsicherheit als vernachlässigbar angenommen, da die Probenfertigung für jedes Material jeweils aus demselben Halbzeug erfolgte. Die Unsicherheiten aufgrund der Synchrotronmessungen sind im geringer werdenden Strahlstrom während der Messung, dem Detektor sowie der Optik begründet und berechnen sich zu $U_{E,S} = \pm 14\%$. Für die Unsicherheit aufgrund der Auswertung wurde ein Wert von $U_{E,A} = \pm 6\%$ ermittelt. Die gesamte erweiterte Messunsicherheit $U_{E,ges}$ ergibt sich bei einer werkstoffunabhängigen Abschätzung für die Experimente dieser Arbeit demzufolge zu $U_{E,ges} = \pm 15\%$ bei einem 95%-Vertrauensbereich. Die Fehlerbalken der Messpunkte in den Ergebnisdiagrammen wurden folglich auf den maximalen Wert von $\pm 15\%$ jedes Messpunktes festgelegt.

4.4.2 Versuchsaufbau für die Tomographie an der ID15A

Die Tomographieexperimente an den Leichtmetall-Verbundwerkstoffen Titan+15%(SiC)_p und AA6061+22%(Al₂O₃)_p wurden an der ID15A in zwei verschiedenen Messzeiten durchgeführt. In beiden Messzeiten war der Messaufbau identisch und die Experimente wurden unter Verwendung polychromatischer Synchrotronstrahlung („white beam“) durchgeführt. Da der Synchrotronstrahl einen langen Weg durch die Experimentierhütte bis zur Probe zurücklegt, durchläuft er nach dem Verlassen der „optical hut“ bis zur Probe ein evakuiertes Aluminiumrohr, um Streueffekte in der Luft zu vermeiden. Der Abstand von der Optik des Detektors, eine DALSTAR 1M60-Kamera (vgl. Abschnitt 2.5.2.1), zur Probe betrug 100mm (Abb. 4.5). Die Auflösung berechnete sich zu $2 \cdot 2 \mu\text{m}^2$ pro Pixel bei einem field-of-view von $1,4 \cdot 1,4 \text{mm}^2$.

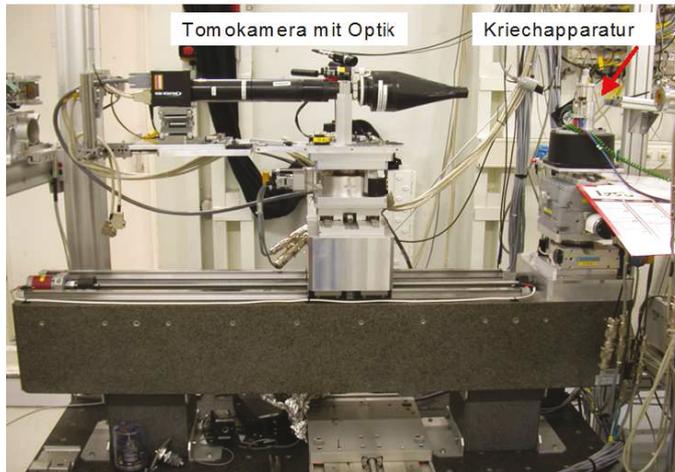


Abb. 4.5 Tomographieaufbau an der ID15A

Für die tomographischen Messungen am Werkstoff Titan+15%(SiC)_p wurde die Probe um einen Winkel von 180° um die Mittelachse des Rotationstisches gedreht, die identisch mit der Probenlängsachse ist. Die Winkelschrittgröße betrug 0,3° und mit einer Belichtungszeit von je 50 Millisekunden wurden 500 bzw. 600 Radiographen aufgenommen. Die Messzeit für ein Tomogramm ergab sich demzufolge zu ca. 1 bzw. 2 Minuten. Dieses machte es möglich, noch im tertiären Kriechstadium bei großer Dehnrate der Kriechproben scharfe Tomogramme zu erhalten, in denen keine messbedingten Bewegungsartefakte auftraten.

Für die tomographischen Messungen am Werkstoff AA6061+22%(Al₂O₃)_p wurden bei der Drehung der Probe um den Winkel von 180° bei einer Winkelschrittgröße von 0,24° und einer Belichtungszeit von je 1 Sekunde 750 Radiographen aufgenommen. Die Messzeit für ein Tomogramm betrug ca. 12 Minuten.

Die Datenverarbeitung für die Rekonstruktion der 3D-Volumina beschreiben Di Michiel et al. in [DIM05]. Über die ESRF Computer Infrastruktur NICE (Networked Interactive Computing Environment) steht diese den Nutzern zur Verfügung. Die Korrektur von Ringartefakten ist in der Rekonstruktionssoftware integriert.

4.4.3 Versuchsaufbau für die Tomographie an der ID19

Der hybridverstärkte Leichtmetall-Verbundwerkstoff AE42+10%(Saffil[®])_t+10%(SiC)_p mit Magnesium-Matrix wurde an der ID19 mit einem „pink beam“ gemessen. Der Abstand zwischen der Probe und der Optik des Detektors, einer an der ESRF entwickelten FreLoN-Kamera (vgl. Abschnitt 2.5.2.2), betrug 50mm (Abb. 4.6). Die Auflösung betrug 0,58*0,58μm² pro Pixel bei einem field-of-view von 1,2*1,2mm². Während einer Tomographiemessung wurde die Probe kontinuierlich um die Achse des Rotationstisches, die der Probenlängsachse entspricht, um den Winkel von 180° gedreht. Mit einer Belichtungszeit von je 0,1 Sekunde wurden 1500 Radiographen aufgenommen. Die Messzeit für ein Tomogramm betrug ca. 6 Minuten.

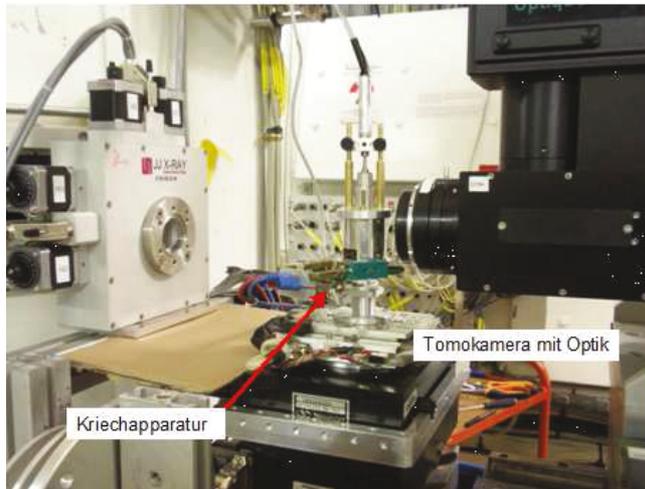


Abb. 4.6 Tomographieaufbau ID19

Die Rekonstruktion der 3D-Volumina erfolgte mittels einer an der ID19 entwickelten Rekonstruktionssoftware, in die ebenso wie an der ID15A eine Korrektur von Ringartefakten integriert ist und über die ESRF Computer Infrastruktur NICE (Networked Interactive Computing Environment) den Nutzern zur Verfügung steht. Weiterhin stehen an der ID19 Softwaretools zur Verfügung, um Bewegungsartefakte und sternenförmige Artefakte in den 3D-Rekonstruktionen zu entfernen.

4.5 Kriechversuche

Die begrenzte Messzeit an der Synchrotronstrahlungsquelle ESRF machte es nötig, thermische und mechanische Kriechbelastungen auszuwählen, die einerseits das Versagen des Materials innerhalb mehrerer Stunden herbeiführten und andererseits dem typischen Charakter von Kriechversuchen entsprachen. Für die Charakterisierung der Experimente als Kriechversuch wurde als Kriterium die minimale Dehnrage herangezogen. Nach Bürgel liegen die Dehnraten in Laborkriechversuchen in dem Bereich von ca. 10^{-6} bis 10^{-10}s^{-1} , während die Einordnung als Warmzugversuch bei Dehnraten oberhalb von $5 \cdot 10^{-5} \text{s}^{-1}$ erfolgt [BÜR11]. Für die Auswahl der Kriechbelastungen dienten Untersuchungen an normgerechten Proben gleicher oder vergleichbarer Werkstoffe. Auf die jeweils zugrundeliegende Literatur wird weiter unten in den einzelnen Abschnitten der entsprechenden Werkstoffe detaillierter eingegangen. Um die Übertragbarkeit der Kriechbelastungen normgerechter Proben, die aus den Literaturstellen entnommen wurden, auf Miniaturproben beurteilen zu können, wurden zunächst Vorversuche mit den Miniaturproben im Labor durchgeführt (vgl. Abschnitt 4.2). Für die Laborversuche wurde dieselbe Miniaturkriechapparatur verwendet, die bei den in-situ Experimenten am Synchrotronstrahlungsring eingesetzt wurde. Es zeigte sich in den Laborversuchen, dass bei der Wahl vergleichbarer Spannungen und Temperaturen für die Experimente an den miniaturisierten Kriechproben entsprechende Werte für die Kriechzeiten und -kurven wie für die

normgerechten Kriechproben der zugrundeliegenden Literatur [MA02, REQ02, BRO01, DIE06] erzielt werden konnten.

Die Kriechversuche wurden bei konstanter Kraft durchgeführt. Mit fortschreitender Kriechzeit führt die damit einhergehende Zunahme der Kriechschädigung durch Porenbildung zu einer Verringerung der Probenquerschnittsfläche. Dieses bewirkt einen kontinuierlichen Anstieg der Spannung und damit der Kriechgeschwindigkeit im stationären Kriechbereich [BÜR11]. Differenziert man die Kriechkurven, wird nach dem primären Stadium das Durchlaufen eines Minimums, der minimalen Dehnrates $\dot{\epsilon}_{min} = (d\epsilon/dt)_{min}$, und nachfolgend eine kontinuierlich ansteigende statt einer konstanten Dehnrates beobachtet. Die Spannungsexponenten n werden aus der minimalen Dehnrates $\dot{\epsilon}_{min}$ bestimmt.

Es sei vorweg darauf hingewiesen, dass es sich bei den Kriechversuchen, die an der Synchrotronstrahlungsquelle ESRF durchgeführt wurden, um jeweils einzelne Experimente handelt. Eine größere Anzahl von Kriechexperimenten unter gleichen Spannungs- und Temperaturbedingungen, wie sie für eine statistische Auswertung benötigt werden würden, konnte in-situ aufgrund der begrenzten Messzeiten an dem Synchrotronstrahlungsring nicht durchgeführt werden.

Für den Leichtmetall-Verbundwerkstoff Titan+15%(SiC)_p wurden je zwei unterschiedliche Versuchstemperaturen sowie mechanische Belastungen gewählt (Tabelle 4.1). Die Kriechexperimente an dem Leichtmetall-Verbundwerkstoff AA6061+22%(Al₂O₃)_p wurden bei zwei unterschiedlichen Versuchstemperaturen sowie vier verschiedenen mechanischen Belastungen durchgeführt (Tabelle 4.2).

Tabelle 4.1 Kriechbelastungen des MMCs Titan+15%(SiC)_p

Probe	Spannung σ [MPa]	T [°C]
Probe 1	180	480
Probe 2	150	510
Probe 3	180	510

Tabelle 4.2 Kriechbelastungen des MMCs AA6061+22%(Al₂O₃)_p

Probe	Spannung σ [MPa]	T [°C]
Probe B	70	300
Probe C	60	300
Probe D	50	300
Probe E	190	200

Für den Leichtmetall-Verbundwerkstoff AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p wurden zwei unterschiedliche Versuchstemperaturen sowie fünf verschiedene mechanische Belastungen gewählt (Tabelle 4.3).

Tabelle 4.3 Kriechbelastungen des MMCs AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p

Probe	Spannung [MPa]	T [°C]
Probe 1	60	300
Probe 2	50	300
Probe 3	50	270
Probe 4	40	270
Probe 5	40	300
Probe 6	45	300
Probe 7	35	300
Probe 8	50	300
Probe 9	35	300
Probe 10	45	270

4.6 Auswertung der Tomogramme

Die Auswertung der rekonstruierten 3D-Volumina der Werkstoffe Titan+15%(SiC)_p sowie AA6061+22%(Al₂O₃)_p erfolgte mit der kommerziellen grafischen Anwendersoftware VGStudioMax der Firma Volume Graphics, Version 1.2.1. Für den Werkstoff AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p kam die Version 2.1 zur Anwendung. Diese Visualisierungssoftware verfügt optional über eine „Defektanalyse“. Diese nutzt die grafische Darstellung der Grauwertverteilung der rekonstruierten Daten in einem Histogramm. Die Differenzierung zwischen Poren, Matrix und Verstärkungen wurde über die Segmentation des über 256 Tonwerte verfügenden Grauwert-Histogramms mittels Schwellwertverfahren (threshold) vorgenommen. Die Bestimmung der räumlichen Lage von Schwerpunktskoordinaten, der Orientierung anhand der Ausdehnung in den Raumrichtungen in Relation zur Belastungsrichtung, des Volumens, der Größe der Oberfläche und der Größe der ebenen Projektion der Oberfläche in den Raumrichtungen ermöglichte die örtliche Analyse der Porenentstehung sowie den Verlauf der Porenentwicklung einzelner Poren sowie der Porengesamtheit in den MMC-Werkstoffen. Die grafische Darstellung und mathematische Auswertung der Daten erfolgte mit der Datenanalyse-Software OriginPro 8 der Firma OriginLab Corporation.

5. Ergebnisse und Auswertung

5.1 Charakterisierungen der Werkstoffe im Ausgangszustand

Die Charakterisierungen der untersuchten Verbundwerkstoffe im Ausgangszustand umfassen die Mikrostrukturanalyse der Matrix, die Untersuchung der Grenzschicht zwischen Matrix und Verstärkungsphase, die Bestimmung des Verstärkungsgehalts, der -verteilung sowie -orientierung, der Partikelgrößen bzw. der Faserdurchmesser und -längen. Die Werkstoffuntersuchungen wurden mittels Lichtmikroskopie, Rasterelektronenmikroskopie und Tomographie durchgeführt.

Es wird ein einheitliches Probenkoordinatensystem eingeführt, bei dem die z-Achse der Probenlängsachse (Abb. 4.1) und zugleich der Belastungsrichtung entspricht (Abb. 5.1.1).

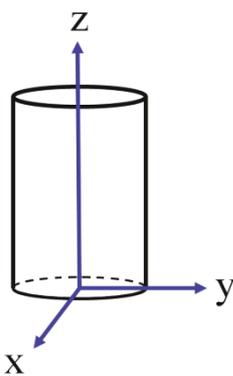


Abb. 5.1.1 Probenkoordinatensystem

Die z-Achse ist bei den Werkstoffen Titan+15%(SiC)_p und AA6061+22%(Al₂O₃)_p mit der Strangpressrichtung identisch (Abb. 4.2), bei dem Werkstoff AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p entspricht sie der Richtung der Probenentnahme aus dem Gussblock (Abb. 4.3).

5.1.1 Titan+15%(SiC)_p

Lichtmikroskopische Übersichtsaufnahmen des ungeätzten Ausgangsmaterials bei geringer Vergrößerung zeigen sowohl entlang als auch quer zur Strangpressrichtung eine makroskopisch im Wesentlichen homogene Partikel-Verteilung der dunklen SiC-Verstärkungsphase in der hellen Titan-Matrix (Abb. 5.1.2).

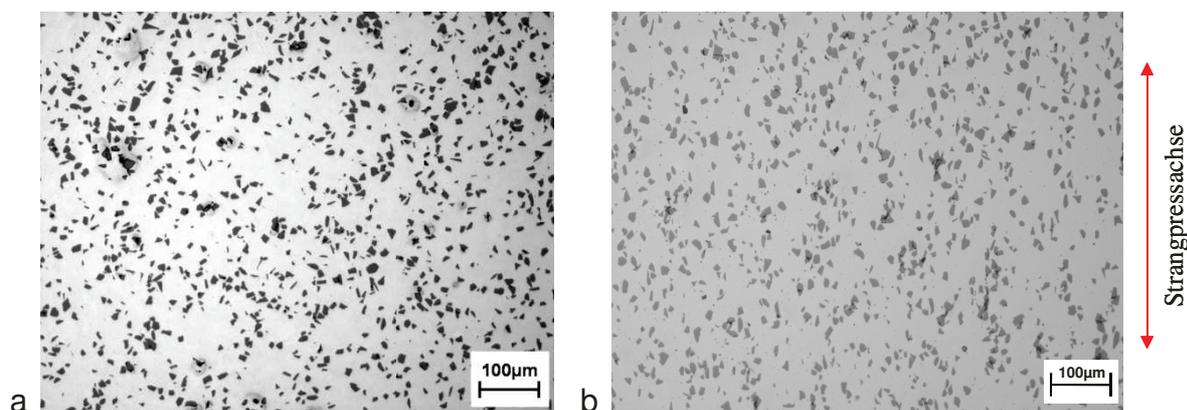


Abb. 5.1.2 Lichtmikroskopische Aufnahme, a) Querschnitt, b) Längsschnitt, ungeätzt

Die Querschnittsaufnahme weist keine bevorzugte Ausrichtung der Partikel auf (Abb. 5.1.2 a). Im Längsschnitt ist eine tendenzielle Ausrichtung der Längsachse der Partikel in Strangpressrichtung zu erkennen (Abb. 5.1.2 b). Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen zeigen die Partikelverteilung innerhalb der Matrix im Quer- und Längsschnitt (Abb. 5.1.3). Beide Schnittebenen, die bei 500-facher Vergrößerung aufgenommen wurden, zeigen lokal vorhandene Partikelanhäufungen, sogenannte Partikel-Cluster, und matrixreichere Gebiete. Gebrochene Partikel, die im Herstellprozess bzw. durch die Präparation entstehen können, sind in beiden Schnittebenen lediglich vereinzelt zu finden. Abb. 5.1.3 verdeutlicht in beiden Ansichten zudem die polygonale Morphologie der SiC-Partikelverstärkung.

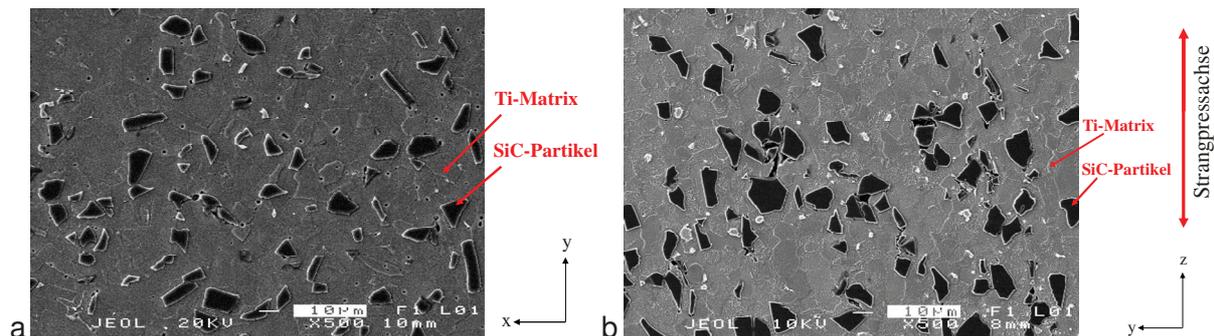


Abb. 5.1.3 REM-Aufnahme, a) Querschnitt, b) Längsschnitt, geätzt

Aus den Schnittansichten der Abb. 5.1.2 wurde der Flächenanteil der Partikel im Längsschnitt mit 13,5% und im Querschnitt mit 13,1% ermittelt, was einem mittleren Flächenanteil von 13,3% entspricht. Weiterhin wurden die durchschnittliche Partikelgröße und die Abmessungen der Projektionen der Partikellängen und -breiten zur Orientierungsbestimmung analysiert. In Tabelle 5.1 sind die Ergebnisse der Auswertung beider Schnittansichten aus Abb. 5.1.2 zusammengefasst.

Tabelle 5.1 Partikelgröße und -orientierung ermittelt aus Abb 5.1.2

Bildebene	Partikelgröße [µm]	Projektion von z Länge [µm]	Projektion von x oder y Breite [µm]	Verhältnis Länge zu Breite
quer (y/z)	10,8 ± 5,9	11,5 ± 6,4	11,9 ± 5,3	0,97
längs (x/z)	12,7 ± 7,2	15,2 ± 9	10,6 ± 5,4	1,43

Das pulverförmige Titanausgangsmaterial ist durch den Herstellprozess zu einer festen Matrix verbunden (Abb. 5.1.4 a). Das Gefüge der Matrix besitzt die hexagonale Kristallstruktur der α -Titan-Phase. In den rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen sind an den Partikeln und insbesondere in dem Zwischenraum der Partikel-Cluster Poren zu sehen, die aus ungenügender Benetzung der Partikel während des Herstellprozesses resultieren und auch durch den Strangpressprozess nicht geschlossen wurden (Abb. 5.1.4 b). In den Querschnittsaufnahmen finden sich Poren unterschiedlicher Gestalt: Sphärische und unregelmäßig geformte Poren, die

im Wesentlichen an den SiC-Verstärkungen lokalisiert sind (Abb. 5.1.4 b), sowie hexagonale Poren in den Körnern und an den Korngrenzen der Titanmatrix (Abb. 5.1.5 a).

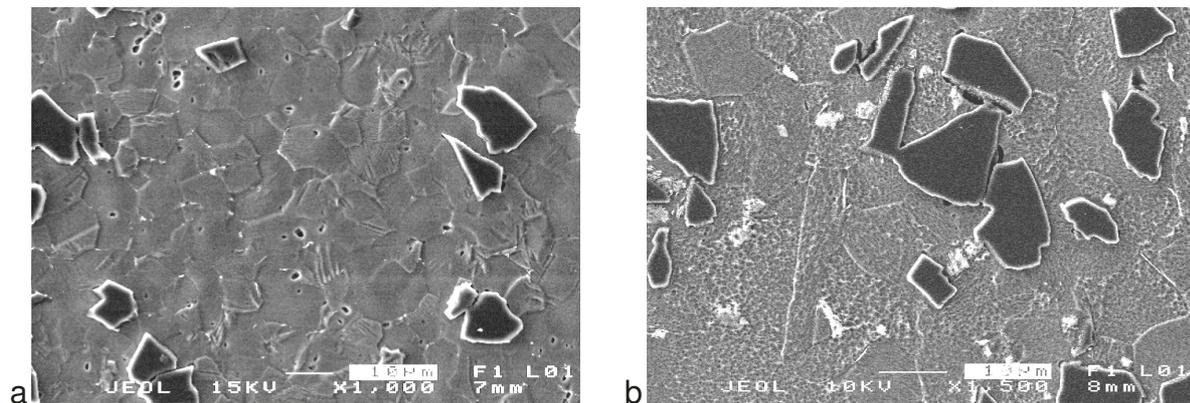


Abb. 5.1.4 REM-Aufnahme, a) Titanmatrix, b) Poren im Ausgangszustand an den Partikeln und in den Zwischenräumen von Partikel-Clustern im Längsschnitt, geätzt

Im Längsschnitt treten die hexagonale Porenquerschnittsflächen signifikant weniger auf, es zeigen sich jedoch langgestreckte, eckige Strukturen, die jeweils als ein Schnitt durch eine Pore mit hexagonaler Querschnittsfläche identifiziert werden können (Abb. 5.1.5 b). Die herstellungsbedingte Porosität wurde tomographisch mit 0,01–0,03 vol-% ermittelt.

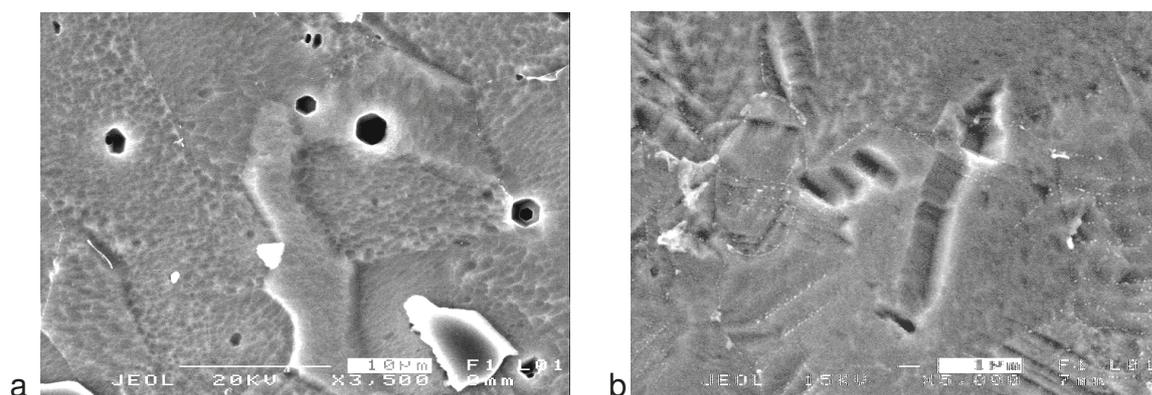


Abb. 5.1.5 REM-Aufnahme von hexagonalen Poren in der Titan-Matrix, a) Querschnitt, b) Längsschnitt, geätzt

Für die Korngrößenbestimmung ist das Ätzen des Gefüges erforderlich. Es wurde das Ätzmittel Tim11 für Titanlegierungen verwendet [PET94]. Die Ätzung wird zunächst mit einem Gemisch bestehend aus 100ml destilliertem Wasser, 15ml Salpetersäure (65%-ig) und 10ml Flußsäure (40%-ig) für ca. 15 Sekunden begonnen, gefolgt von ca. 15 Sekunden mit Ammoniumbifluoridlösung (20g/l Wasser). Die Ergebnisse der Korngrößenanalyse sind in Tabelle 5.2 zusammengefasst. Das Längen- zu Breitenverhältnis im Querschnitt zeigt mit dem Wert von 1 keine bevorzugte Orientierung der Körner. Im Längsschnitt beträgt der Wert des Verhältnisses 1,2. Dieses entspricht einer Ausrichtung der Längsachse der Körner entlang der Probenlängsachse.

Tabelle 5.2 Korngrößen der Titanmatrix

Bildebene	Mittlere Korngröße [μm]	Mittlere Projektionslänge von z (Länge) [μm]	Mittlere Projektionslänge von x oder y (Breite) [μm]	Verhältnis Länge zu Breite
quer (x/y)	8 ± 4	7 ± 4	7 ± 4	1
längs (z/y)	7 ± 3,5	6 ± 4	5 ± 3	1,2

In der Grenzfläche zwischen der Titan-Matrix und der SiC-Verstärkung hat sich eine Reaktionszone gebildet, die mit EDX als TiC_x -Verbindung identifiziert werden konnte (vgl. Abschnitt 2.4.1, Abb. 2.16). Die rasterelektronenmikroskopische Aufnahme zeigt die TiC_x -Grenzschicht (Abb. 5.1.6). Die Grenzschicht tritt einerseits geschlossen, den ganzen Partikel umhüllend (Abb. 5.1.6 a), und andererseits als vereinzelt stehende, kleine Partikel an der Oberfläche der SiC-Verstärkungen auf (Abb. 5.1.6 b).

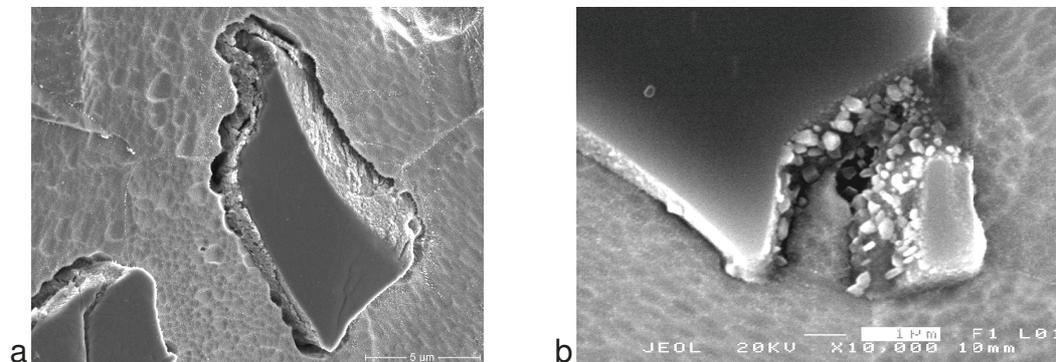


Abb. 5.1.6 TiC_x -Reaktionszone zwischen Titan-Matrix und SiC-Verstärkung, a) geschlossene Umhüllung, b) kleine Partikel, geätzt

Die Morphologie der Reaktionsschicht, die sich während des Herstellprozesses zwischen der Titan-Matrix und SiC_p -Verstärkung bildet, besteht aus nahezu globularen Einzelpartikeln, deren Durchmesser an der SiC-Partikeloberfläche kleiner sind und zur Titan-Matrixseite hin größer werden (Abb. 5.1.7, Abb. 2.17).

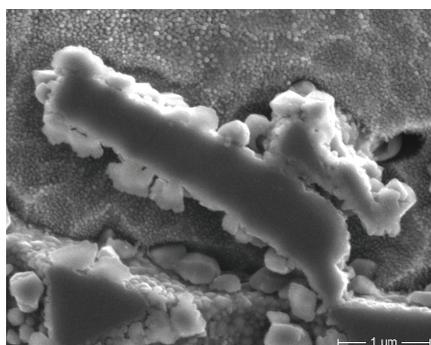


Abb. 5.1.7 Morphologie der Grenzschicht, globulare TiC_x -Phase, geätzt

Die gemessene Grenzschichtdicke beträgt $e_{gem} \approx 0,5\mu m$. Bei der Wärmebehandlungsdauer von $t = 15\text{min}$ berechnet sich nach (Gl. 2.38) die Grenzschichtdicke zu $e_{ber} = 0,6\mu m$. Beide Werte zeigen eine gute Übereinstimmung.

5.1.2 AA6061+22% $(\text{Al}_2\text{O}_3)_p$

Lichtmikroskopische Übersichtsaufnahmen des ungeätzten Ausgangsmaterials mit einer geringen Vergrößerung zeigen sowohl entlang als auch quer zur Strangpressrichtung eine makroskopisch im Wesentlichen homogene Partikel-Verteilung der dunklen Al_2O_3 -Verstärkungsphase in der hellen AA6061-Aluminium-Matrix (Abb. 5.1.8).

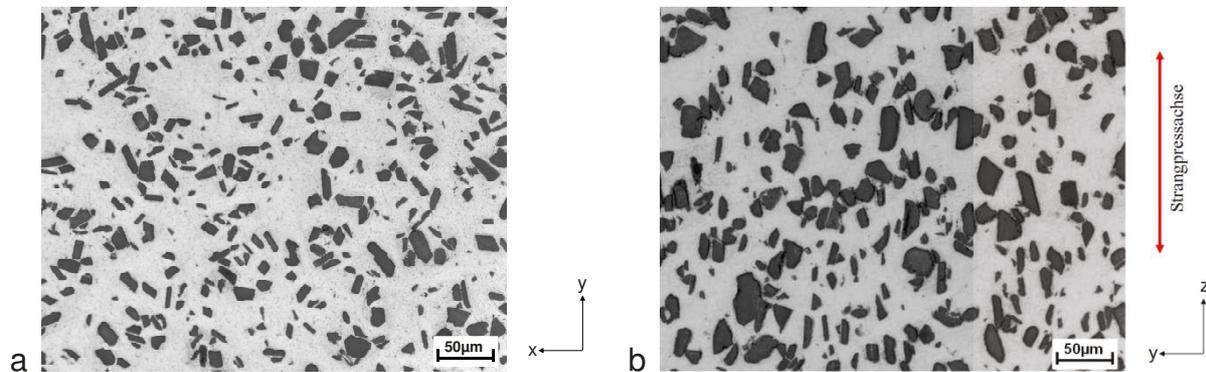


Abb. 5.1.8 Lichtmikroskopische Aufnahmen der Al_2O_3 -Partikelverteilung, a) Querschnitt, b) Längsschnitt, ungeätzt

Aus den Abbildungen 5.1.8 a und b wurde der Flächenanteil der Partikel im Querschnitt mit 21,2% und im Längsschnitt mit 23,8% ermittelt, was einem mittleren Flächenanteil von 22,5% entspricht. Weiterhin wurden die durchschnittliche Partikelgröße sowie die Abmessungen der Projektionen der Partikellängen und -breiten zur Orientierungsbestimmung analysiert. Tabelle 5.3 fasst die Ergebnisse der Charakterisierung der Partikelverstärkung anhand der lichtmikroskopischen Aufnahmen des Quer- und Längsschnittes aus Abb 5.1.8 zusammen. Das aus der Querschnittsaufnahme ermittelte Längen- zu Breitenverhältnis zeigt mit dem Wert von 0,97 keine bevorzugte Orientierung der Partikel. Der aus dem Längsschnitt bestimmte Wert des Verhältnisses beträgt 1,34. Dieses entspricht einer Ausrichtung der Partikel-längsachsen entlang der Längsachse und damit der Strangpressrichtung der Proben.

Tabelle 5.3 Partikelgröße und -orientierung ermittelt aus Abb 5.1.8

Bildebene	Partikelgröße [μm]	Projektion von z Länge [μm]	Projektion von x oder y Breite [μm]	Verhältnis Länge zu Breite
quer (x/y)	$12,9 \pm 8,5$	$13,9 \pm 5,9$	$14,3 \pm 6,6$	0,97
längs (z/y)	$17,3 \pm 6,2$	$20 \pm 10,0$	$14,9 \pm 5,7$	1,34

Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen verdeutlichen bei höheren Vergrößerungen in beiden Schnittebenen die Morphologie der verwendeten Al_2O_3 -Partikelverstärkung, die lokal vorhandenen Partikel-Cluster und matrixreicheren Gebiete (Abb. 5.1.9). An den Partikeln und insbesondere in dem Zwischenraum von Partikel-Clustern sind matrixfreie Bereiche, Poren, zu sehen, die aus ungenügender Benetzung der Partikel während des Herstellprozesses resultieren, die auch durch den Strangpressprozess nicht geschlossen wurden (Abb. 5.1.9, blaue Kreise). Die herstellungsbedingte Porosität wurde tomographisch mit 0,03-0,07vol-% be-

stimmt. Der die Partikel umgebende helle Saum, dessen chemische Zusammensetzung mit EDX bestimmt wurde, besteht aus $MgAl_2O_4$ -Spinellen.

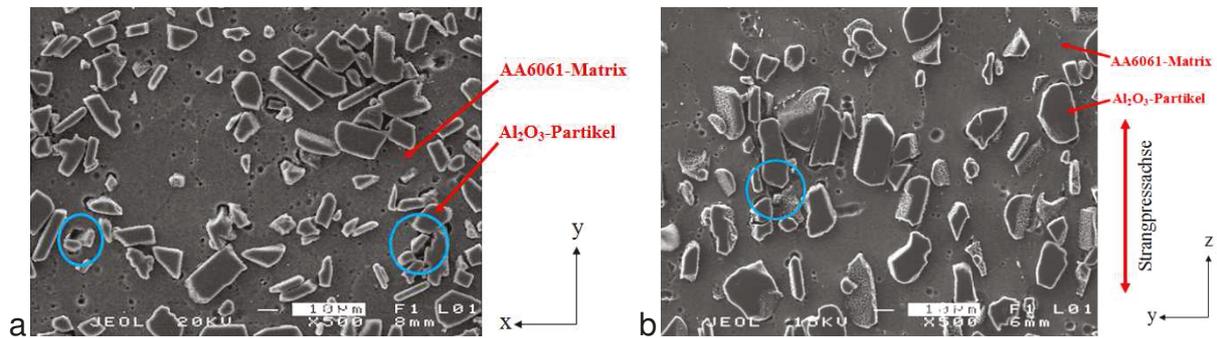


Abb. 5.1.9 REM-Aufnahme, a) Querschnitt, b) Längsschnitt, geätzt

Die Oberfläche der Al_2O_3 -Partikel ist entweder vollständig oder lückenhaft mit Spinellen besetzt, die die Grenzschicht zur Matrix bilden (Abb. 5.1.10). Die Dicke der Reaktionszone wurde aus den rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen mit ca. $1\mu m$ bestimmt.

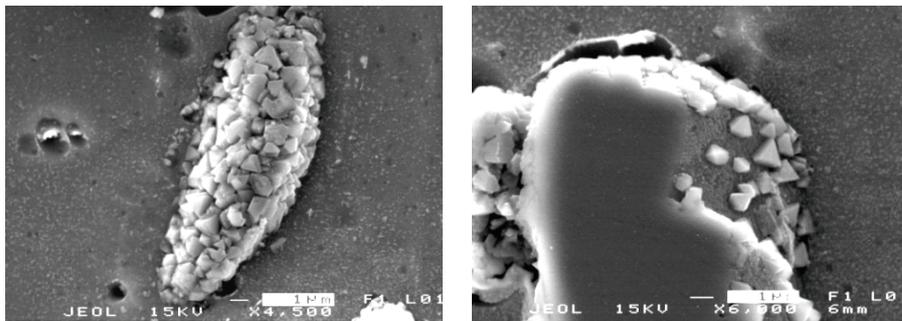


Abb. 5.1.10 $MgAl_2O_4$ -Spinelle auf den Al_2O_3 -Partikeln, geätzt

Zur Korngrößenbestimmung des T6-wärmebehandelten und überalterten Werkstoffes wurden die Korngrenzen der Aluminiummatrix mit einem Ätzmittel bestehend aus 25ml Methanol, 25ml HCl, 25ml HNO_3 und einem Tropfen HF angeätzt. Abb. 5.1.11 zeigt die rasterelektronenmikroskopische Aufnahme des geätzten Matrixgefüges im Längsschnitt.

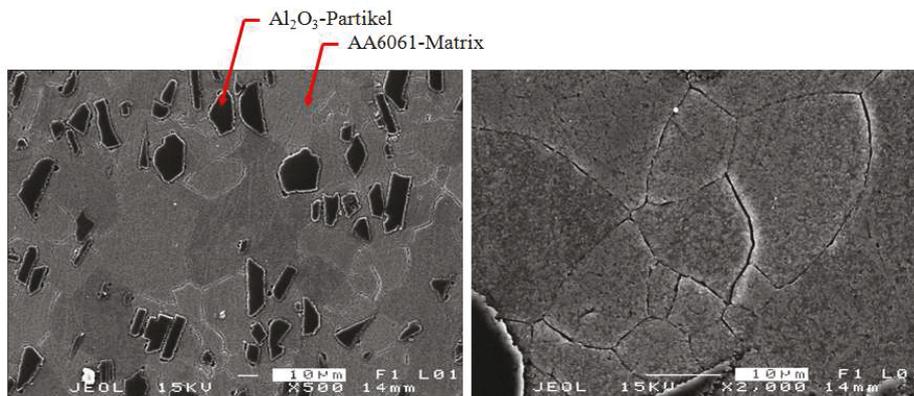


Abb. 5.1.11 REM-Aufnahme der Korngrenzen des geätzten Längsschnitts

Eine Bestimmung der durchschnittlichen Korngröße erschien wegen der stark unterschiedlichen Korngrößen zwischen ca. $2-80\mu m$ nicht sinnvoll. Eine bevorzugte Ausrichtung der Kör-

ner konnte weder in Quer- noch Längsrichtung nachgewiesen werden. In dem vorliegenden T6-wärmebehandelten und überalterten Werkstoffzustand befinden sich an vielen Al_2O_3 -Partikeln in der matrixseitigen Partikel-Grenzfläche Ausscheidungen in einer Größe von ca. 2-4 μm , die gemäß EDX-Analyse aus den Elementen Aluminium, Silizium und Sauerstoff ($\text{Al}_x\text{-Si}_y\text{-O}_z$) bestehen (Abb. 5.1.12).

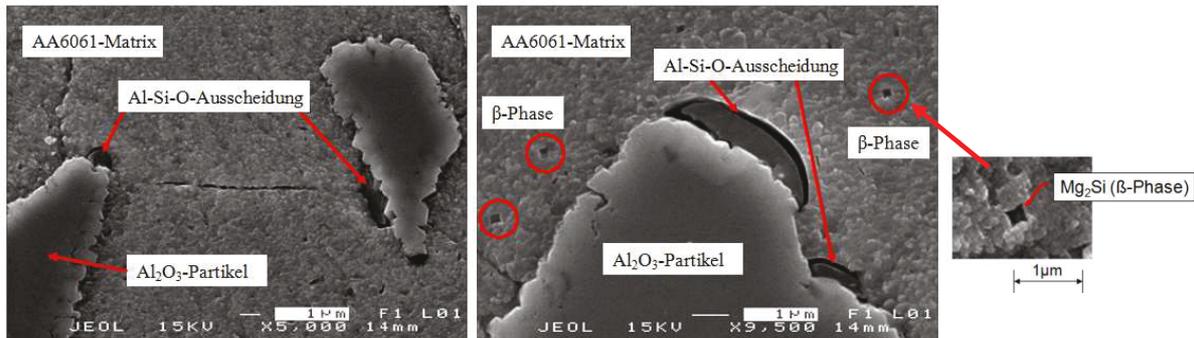


Abb. 5.1.12 Al-Si-O-Ausscheidungen an der Partikel-Matrixgrenzfläche, Matrixausscheidung, geätzt

Innerhalb der Matrixkörner sind durch die T6-Wärmebehandlung und Überalterung bei $T = 300^\circ\text{C}$ und $t = 120\text{min}$ feinverteilt die inkohärenten plättchenförmigen Ausscheidungen der stabilen β -Phase (Mg_2Si) zu finden (Abb. 5.1.12), wie sie gemäß ZTU-Diagramm zu erwarten sind [DAF93], von [DUT89] gezeigt wurden und die die Festigkeitssteigerung der AA6061-Matrix bewirken. Die Größe der Mg_2Si -Teilchen beträgt ca. 0,3 μm und der mittlere Abstand ca. 3 μm . An den Korngrenzen befinden sich wie auch in [REQ04] beschrieben keine Ausscheidungen.

5.1.3 AE42+10% (Saffil[®])_f+10% (SiC)_p

Die lichtmikroskopischen Übersichtsaufnahmen der Quer- und Längsschnitte des ungeätzten Werkstoffs mit geringer Vergrößerung zeigen eine weniger homogene Verteilung der Verstärkungsphasen verglichen mit den Werkstoffen Titan+15%(SiC)_p und AA6061+22%(Al₂O₃)_p. Sowohl die Kurzfasern als auch die Partikel besitzen eine Ausrichtung ihrer Längsachsen in der Querschnittsebene (Abb. 5.1.13). Im Längsschnitt weisen lediglich die Kurzfasern eine tendenzielle Orientierung der Faserlängsachsen auf. Eine Ausrichtung der Partikel ist in der Längsschnittebene nicht erkennbar (Abb. 5.1.14). Bei höherer Vergrößerung sind in beiden Schnittebenen Verstärkungsagglomerationen sowie matrixreiche Bereiche jedoch keine Poren oder Mikrorisse zu finden. Der Flächenanteil der Partikel und Fasern aus den Aufnahmen des Querschnitts (Abb. 5.1.13) mit 19,4% sowie des Längsschnitts (Abb. 5.1.14) mit 22,9% ermittelt, was einem mittleren Flächenanteil von 21,2% entspricht. Da die Partikel ähnliche Grauwerte wie die Kurzfasern besitzen, war eine differenzierte Analyse der jeweiligen Gehalte der beiden Verstärkungsphasen mittels Grauwert-Festlegung nicht durchführbar.

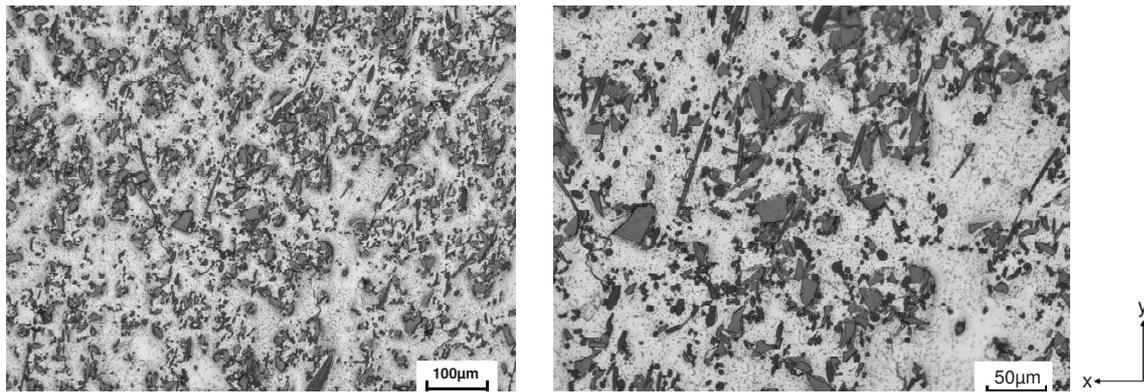


Abb. 5.1.13 Lichtmikroskopische Aufnahmen, Querschnitt, ungeätzt

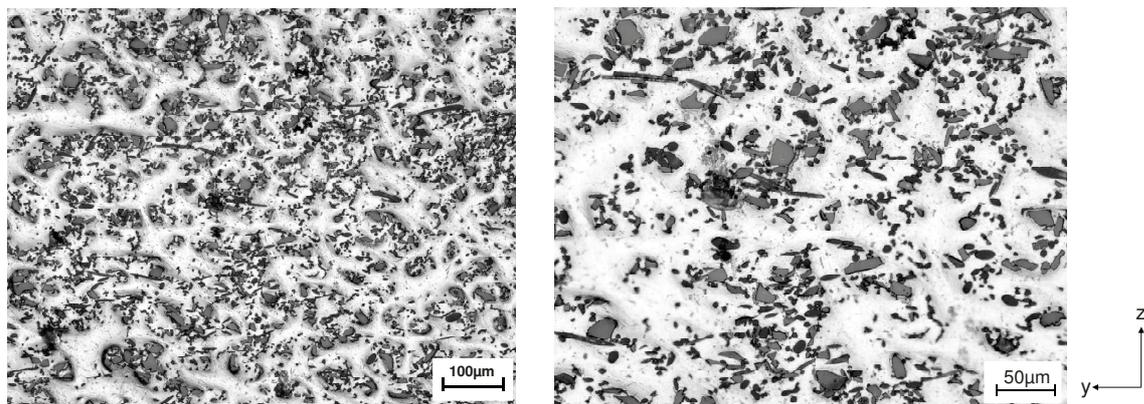


Abb. 5.1.14 Lichtmikroskopische Aufnahmen, Längsschnitt, ungeätzt

Durch die dreidimensionale Anordnung der Fasern wurden die durchschnittlichen Faserabmessungen tomographisch ermittelt. Neun zufällig ausgewählte Fasern ergaben eine durchschnittliche Faserlänge von $\bar{l} = 120\mu\text{m} \pm 21\mu\text{m}$. Anhand von 40 zufällig ausgewählten Fasern wurde ein durchschnittlicher Durchmesser von $\bar{d}_F = 4\mu\text{m} \pm 2,6\mu\text{m}$ bestimmt.

Für die Korngrößenbestimmung wurde der Werkstoff geätzt. Das Ätzmittel besteht aus 100ml Ethanol, 20ml Wasser, 6ml Essigsäure und 5g Pikrinsäure. Die Ätzzeit beträgt 1-3 Sekunden. Abb. 5.1.15 zeigt die lichtmikroskopischen Aufnahmen der Mikrostruktur der Matrix nach der Ätzung des Verbundwerkstoffes in der Quer- und Längsschnittdarstellung. Die Korngröße des Gussgefüges variiert von unter $50\mu\text{m}$ bis deutlich über $200\mu\text{m}$. Die Angabe einer durchschnittlichen Korngröße ist somit nicht sinnvoll.

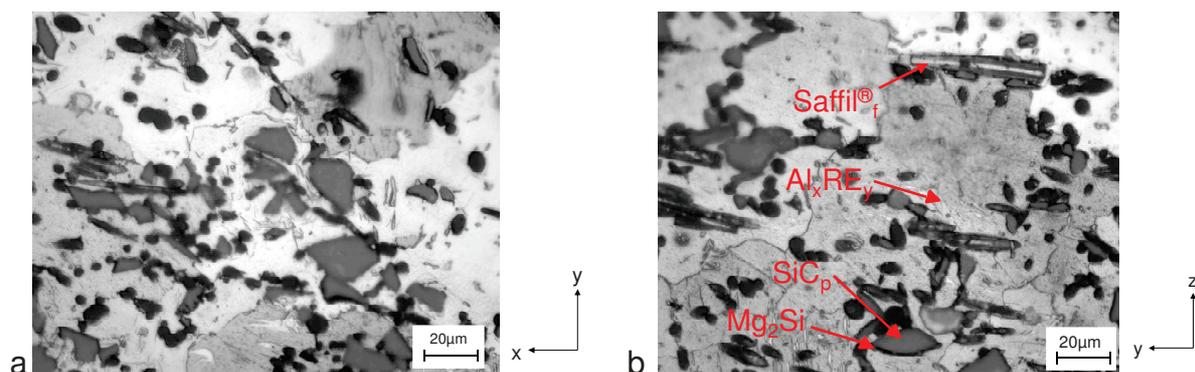


Abb. 5.1.15 Lichtmikroskopische Aufnahme, a) Querschnitt, b) Längsschnitt, geätzt

In den Körnern finden sich lamellare Strukturen, die auf eine zweite Phase hinweisen. Weiterhin sind kleine Ausscheidungen, die überwiegend an den Verstärkungen lokalisiert sind, erkennbar. Elementanalysen mit EDX-Messungen ergaben für die lamellaren Ausscheidungen in der Matrix (Abb. 5.1.16, rote Pfeile) eine Al_xRE_y -Zusammensetzung.

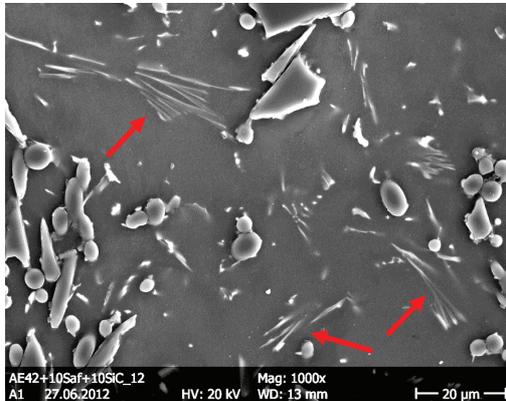


Abb. 5.1.16 Lamellare Al-RE-Ausscheidungen in der AE42-Matrix, geätzt

Bei den kleinen Ausscheidungen an den Verstärkungsphasen (Abb. 5.1.17, rote Pfeile) handelt es sich gemäß der EDX-Messungen um Mg_2Si -Ausscheidungen, wie es ebenso von Arunachaleswaran beschrieben wird [ARU07b].

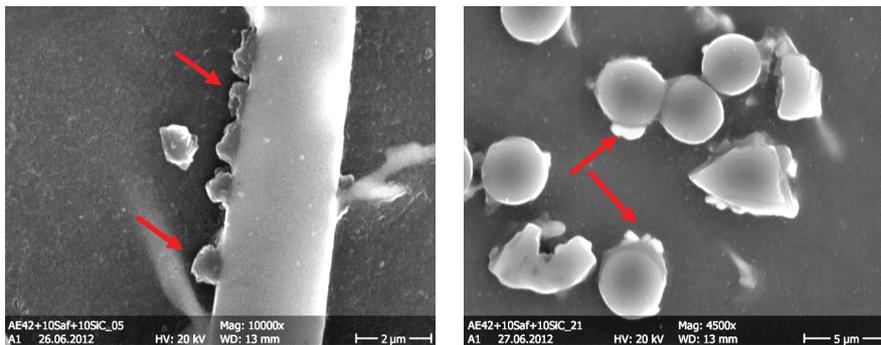


Abb. 5.1.17 Ausscheidungen an den keramischen Verstärkungen, geätzt

Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Bruchflächen nach dem Kriechversuch lassen erkennen, dass zwischen den keramischen Verstärkungen und den kleinen Ausscheidungen eine Grenzschicht vorhanden ist, die die Fasern und Partikel jeweils vollständig umhüllt (Abb. 5.1.18).

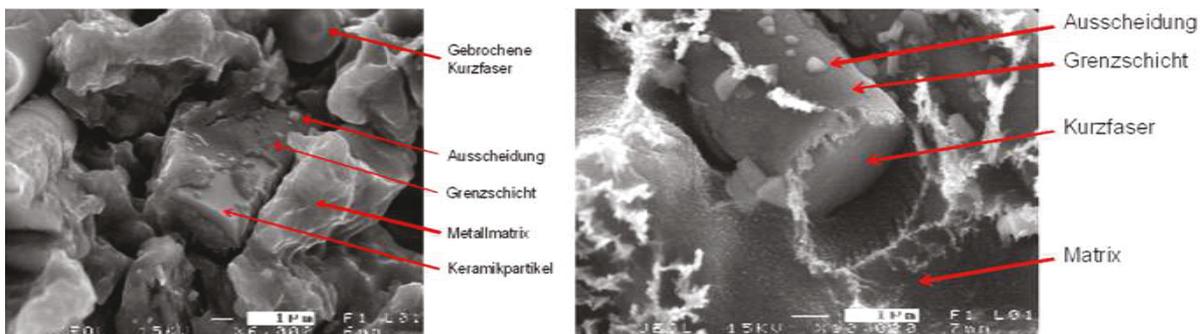


Abb. 5.1.18 REM-Aufnahmen der Grenzschicht zwischen Keramikverstärkungen und Matrix

Die Dicke der Grenzschicht zwischen den SiC-Partikel und der Matrix beträgt ca. $0,24\mu\text{m}$ und besteht gemäß EDX-Messungen überwiegend aus Mg_2Si . Die Grenzschicht zwischen der Safil[®]-Faser und der Matrix hingegen besitzt eine Dicke von bis zu ca. $0,52\mu\text{m}$, die am Umfang der Verstärkung nicht gleichmäßig ist (Abb. 5.1.17, rechts). Die chemische Zusammensetzung der Faser-Matrix-Grenzschicht wurde mit EDX bestimmt und enthält überwiegend MgO. Wie bereits aus den Abb. 5.1.13, Abb. 5.1.14 sowie Abb. 5.1.17 ersichtlich, treten Verstärkungs-Cluster auf. Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen verdeutlichen an den Clustern vorhandene herstellungsbedingte Poren (rote Pfeile) (Abb. 5.1.19).

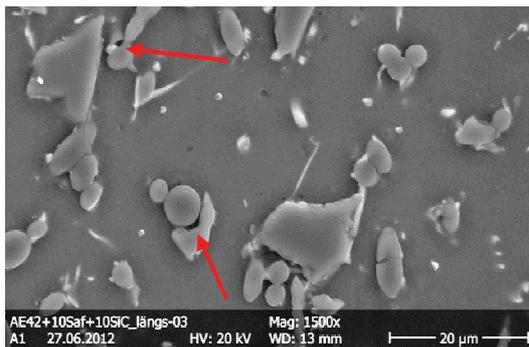


Abb. 5.1.19 Herstellungsbedingte Porosität, geätzt

Zwischen dicht beieinanderliegenden Verstärkungen sind Materialbrücken ausgebildet, die gemäß EDX aus einer Al-Si-Mg-Phase bestehen (Abb. 5.1.20, rote Pfeile). Aufgrund der geringen Abmessungen der Materialbrücken war die Bestimmung der Stöchiometrie der Zusammensetzung nicht möglich.

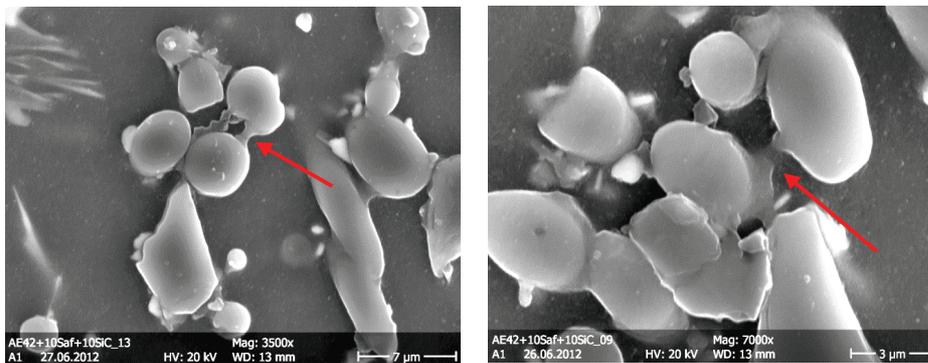


Abb. 5.1.20 Materialbrücken zwischen den Verstärkungen, geätzt

5.2 Kriechversuche

5.2.1 Titan+15% (SiC)_p

Der für die Hochtemperaturanwendung von kriechbelasteten Bauteilen aus near- α -Titanlegierungen interessante Temperaturbereich liegt zwischen $0,40-0,45T_s$ [PRE99]. Ma et al., deren Arbeit als Grundlage für die Abschätzung der zu wählenden mechanischen und thermischen Belastungen für die in-situ Kriechexperimente dieser Arbeit diente, führten ihre Experimente bei einer minimalen Versuchstemperatur von $T = 550^\circ\text{C}$ entsprechend der homologen Tem-

peratur von $T/T_m = 0,42$ durch [MA02]. Die in-situ Experimente dieser Arbeit wurden bei der maximalen Temperatur von $T = 510^\circ\text{C}$, die der homologen Temperatur von $T/T_m = 0,4$ entspricht, durchgeführt. Damit wurde eine zu große Wärmeübertragung auf die Komponenten (Kameraoptik und Rotationstisch) an der Beamline am Synchrotronstrahlungsring ESRF vermieden.

An der ESRF wurden drei Kriechexperimente durchgeführt (Tabelle 5.4). Probe 1 und 2 wurden in-situ bis zum Versagen durch Kriechbruch untersucht. Das Experiment der Probe 3 wurde im Kriechversuch abgebrochen, da die Messzeit an der Beamline ID15A am Synchrotronstrahlungsring der ESRF beendet war. Die Ergebnisse für die Kriechzeit, die Bruchdehnung und daraus resultierend die anteilige Verweildauer in den drei Kriechbereichen wurden für dieses Experiment nach der Gleichung von Monkman-Grant (vgl. Abschnitt 6.2.2, Gl. 6.1) extrapoliert, um eine Vergleichbarkeit zu den beiden anderen Experimenten herstellen zu können. Tabelle 5.4 zeigt für die drei in-situ Experimente zusammenfassend die Übersicht der Kriechbelastungen (Spannung, Temperatur), die Kriechzeiten, die Bruchdehnungen, die minimalen Dehnraten sowie die anteiligen Verweildauern in den drei Kriechbereichen bezogen auf die jeweilige Gesamtkriechzeit. Die minimalen Dehnraten wurden bei $0,12t_{cr}$ bestimmt.

Tabelle 5.4 Kriechbelastungen des MMCs Titan+15%(SiC)_p

Probe	Spannung σ [MPa]	Temperatur T [°C]	Kriechzeit t_{cr} [s]	Bruchdehnung ϵ_{fr} [%]	min. Dehnrate $(d\epsilon/dt)_{min}$ [s ⁻¹]	Kriechbereiche [% der Bruchzeit]		
						I	II	III
Probe 1	150	510	58970	36	$3,16 \cdot 10^{-6}$	4	46	50
Probe 2	180	510	23130	35	$3,85 \cdot 10^{-6}$	12	17	71
Probe 3	180	480	73070 (extrapol.)	25 (extrapol.)	$1,31 \cdot 10^{-6}$	2	32	66

Abb. 5.2.1 zeigt die Kriech- und Dehnratenkurven der in-situ Kriechexperimente, die bezgl. des Aufheizvorganges korrigiert sind (vgl. Abschnitt 4.4.1).

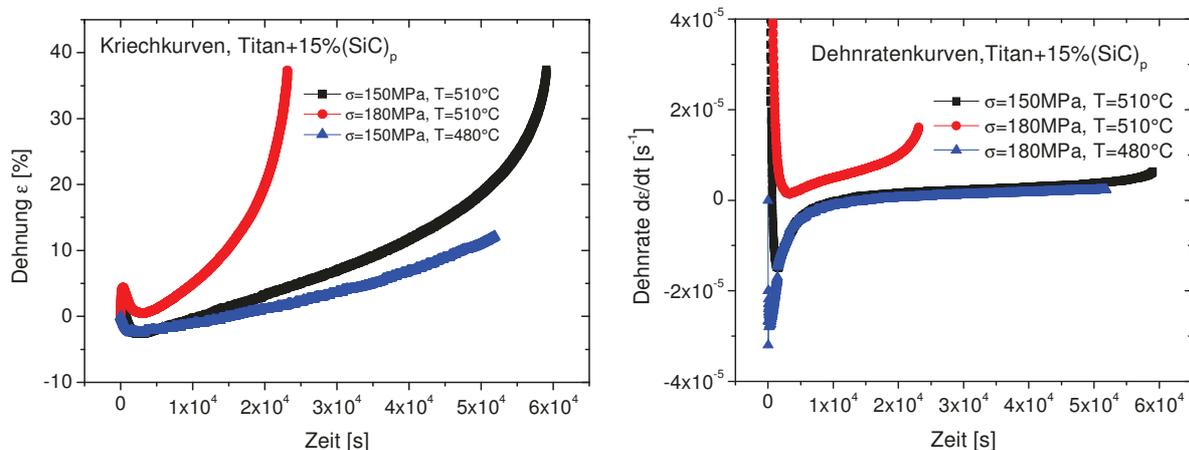


Abb. 5.2.1 Kriech- und Dehnratenkurven, Titan+15%(SiC)_p

Im Anfangsbereich der Kriechkurven ist ein für Zeitstandversuche ungewöhnlicher Kurvenverlauf zu erkennen. Der Abfall der Kriechkurve nach dem Erreichen einer maximalen Anfangsdehnung bis zum Erreichen der minimalen Kriechdehnung wird dem besonderen Aufbau der Miniaturkriechapparatur zugeschrieben (vgl. Abschnitt 4.4.1), die sich bei dem Heizvorgang ebenfalls erwärmt. Der Kurvenverlauf im Anfangskriechstadium wird der Einstellung stabiler Temperaturverhältnisse der gesamten Apparatur zugeordnet. Nach dem Erreichen der minimalen Kriechdehnung wird nur noch die tatsächliche Probendehnung gemessen (vgl. Abschnitt 4.4.1). Der Nullpunkt für den Beginn der Dehnungsmessung wurde für alle Proben zu dem Zeitpunkt gesetzt, zu dem die Versuchstemperatur am Messvolumen der Proben stabil erreicht war. Folglich haben negative Werte für die Dehnung bzw. die Dehnrates ihre Ursache in der rechnerischen Subtraktion der gemessenen Dehnung, die aus dem Aufheizvorgang resultiert und nicht aus der Dehnung der Probe selbst. Aufgrund dieser Besonderheiten wird innerhalb dieser Arbeit auf eine Interpretation des Anfangsbereichs des Kriechverlaufs verzichtet, jedoch für die Bestimmung der Gesamtkriechdauer und der Verweildauern in den einzelnen Kriechbereichen mit einbezogen. Es kann angenommen werden, dass sich die Einstellung stationärer Temperaturverhältnisse bei allen Experimenten gleich verhält, da sich der Aufbau der Miniaturkriechapparatur in seiner Gesamtheit nicht verändert.

Bei allen drei Proben sind die sekundären Kriechstadien eher kurz, während die tertiären Kriechstadien mit $\geq 50\%$ den größten zeitlichen Anteil an der Gesamtkriechzeit haben (Tabelle 5.4).

Die Bestimmung des Kriechmechanismus erfolgt anhand des Spannungsexponenten n . Dieser ergibt sich aus der doppeltlogarithmische Auftragung der minimalen Dehnrates $(d\varepsilon/dt)_{\min}$ als Funktion der Spannung σ . Da lediglich zwei Messpunkte für die Bestimmung des Spannungsexponenten aus den Experimenten bei der Temperatur $T = 510^\circ\text{C}$ zur Verfügung stehen, ist eine Auswertung kritisch zu betrachten und wird im Folgenden nicht weiter dargestellt. Der Vollständigkeit halber wurden die Spannungsexponent aus den Messwerten (Abb. A1 a, Anhang) und zusätzlich unter Hinzunahme eines Ergebnisses aus den Laborvorversuchen bestimmt (Abb. A1 b, Anhang). Die dabei erhaltenen und voneinander verschiedenen Spannungsexponenten $n_1 = 1,1$ bzw. $n_2 = 3,2$ verdeutlichen, dass der Spannungsexponent aus einer geringen Anzahl von Messergebnissen nicht zuverlässig bestimmt werden kann. Die gleiche kritische Betrachtung gilt der Bestimmung der Aktivierungsenergie, für die ebenfalls nur zwei Messergebnisse aus den in-situ Experimenten vorhanden sind (Abb. A2, Anhang).

5.2.2 AA6061+22%(Al₂O₃)_p

Als Grundlage für die Abschätzung der zu wählenden Kriechbelastungen für den Werkstoff AA6061+22%(Al₂O₃)_p dienen die Arbeiten von Requena et al. [REQ02]. Die in Laborvorversuchen durchgeführten Experimente zeigten eine gute Übereinstimmung der Kriechzeiten

und –kurven mit den von Requena beschriebenen Resultaten. Die Ergebnisse der in-situ gewonnenen Kriechkurven an der Synchrotronstrahlungsquelle ESRF, Beamline ID15A, sind in Tabelle 5.5 zusammengefasst. Die Werte für die Bruchdehnung, die minimale Dehnrates und den prozentualen Anteil der Kriechstadien an der Gesamtkriechzeit in Tabelle 5.5 weichen durch die Anwendung einer erweiterten Auswertemethode geringfügig von den in [HUP07, HUP10] genannten Werten ab.

Tabelle 5.5 Kriechbelastungen des MMCs AA6061+22%(Al₂O₃)_p

Probe	Spannung σ [MPa]	Temperatur T [°C]	Kriechzeit t_{cr} [s]	Bruchdehnung ϵ_{fr} [%]	min. Dehnrates $\dot{\epsilon}_{min}$ [s ⁻¹]	Kriechbereiche [% der Bruchzeit]		
						I	II	III
Probe B	70	300	5140	7,66	$4,4 \cdot 10^{-6}$	5	32	63
Probe C	60	300	11970	8,97	$2,7 \cdot 10^{-6}$	7	39	54
Probe D	50	300	46350	13,38	$8,2 \cdot 10^{-7}$	5	49	46
Probe E	190	200	20270	4,62	$8,6 \cdot 10^{-7}$	5	50	45

Abb. 5.2.2 zeigt die Kriech- und Dehnrateskurven der in-situ Experimente. Die Kriechkurven sind hinsichtlich des Aufheizvorganges korrigiert (vgl. Abschnitt 4.4.1).

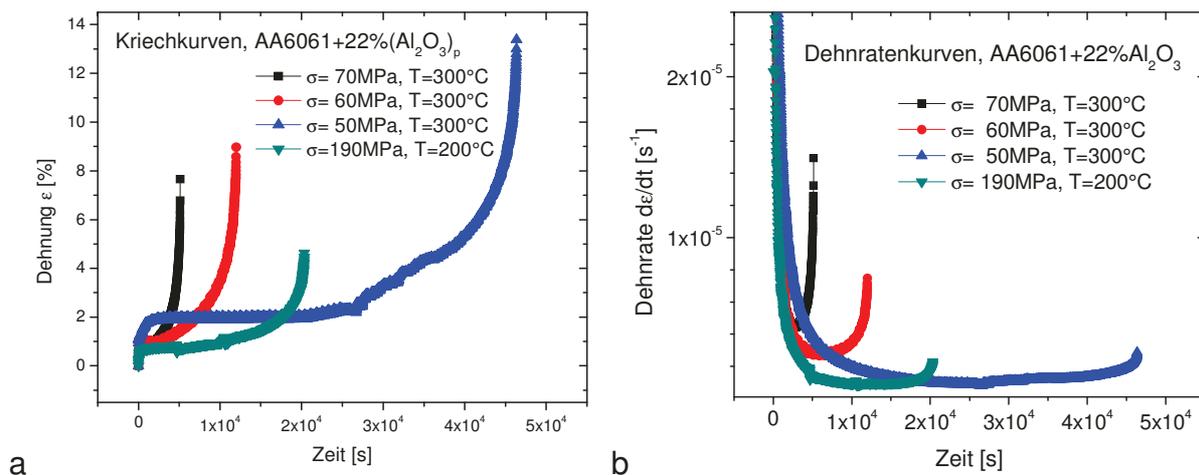


Abb. 5.2.2 AA6061+22%(Al₂O₃)_p, a) Kriechkurven, b) Dehnrateskurven

Das Anfangsstadium der Kriechversuche hat bei allen Belastungs- und Temperatureinstellungen nahezu unverändert einen prozentualen Anteil von ca. 5% an der gesamten Kriechzeit. Bei der Temperatur $T=300^{\circ}\text{C}$ nimmt mit abnehmender mechanischer Spannung von 70 auf 50MPa der prozentuale Anteil des sekundären Kriechstadiums von 32% auf 49% an der gesamten Kriechdauer zu. Der prozentuale Anteil des tertiären Stadiums sinkt demzufolge mit abnehmender Spannung von 63% auf 46%. Bei der Probe E mit den Kriechbelastungen von $T=200^{\circ}\text{C}$ und $\sigma=190\text{MPa}$ besitzt das primäre Kriechstadium einen prozentualen Anteil von ebenfalls ca. 5%, das sekundäre ca. 50% und das tertiäre ca. 45% an der Gesamtkriechdauer. Ebenso wie im Abschnitt 5.2.1 wurde vollständigshalber der Spannungsexponent n bestimmt (Abb. A3, Anhang), wird jedoch ebenfalls aufgrund der geringen Anzahl von Messwerten hier nicht weiter betrachtet bzw. diskutiert werden. Da keine Experimente bei gleichen

Spannungen und unterschiedlichen Temperaturen durchgeführt wurden, konnte die Aktivierungsenergie für das Kriechen des Werkstoffs AA6061+22%(Al₂O₃)_p nicht bestimmt werden.

5.2.3 AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p

Als Grundlage für die Abschätzung der zu wählenden Kriechregimes diene die Dissertation von Hajo Dieringa [DIE06], in der neben der unverstärkten Magnesiumlegierung AE42 zudem der MMC-Werkstoff AE42+20%(Saffil[®])_f in Druck- und Zugkriechversuchen untersucht wurde. Für den identischen Werkstoff AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p, wie er in dieser Arbeit verwendet wurde, waren in der Literatur keine Analysen des Zugkriechverhaltens zu finden. Die Ergebnisse der in-situ gewonnenen Kriechkurven an der Synchrotronstrahlungsquelle ESRF, Beamline ID19, sind in der Tabelle 5.6 zusammengefasst. Von zehn Proben wurden sechs Proben (1, 2, 3, 5, 6 und 8) bei den in-situ Experimenten bis zum Kriechbruch belastet. Vier Experimente (4, 7, 9 und 10) wurden vorzeitig beendet, da aus dem Verlauf der Kriechkurven abzuschätzen war, dass die Kriechzeiten deutlich länger als die zur Verfügung stehende Messzeit gewesen wären.

Tabelle 5.6 Kriechbelastungen des MMCs AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p

Probe	Spannung	Temperatur	Kriechzeit	Bruchdehnung	min. Dehnrate	Kriechbereiche		
	σ [MPa]	T [°C]	t_{cr} [s]	ϵ_{fr} [%]	$\dot{\epsilon}_{min}$ [s ⁻¹]	I [% der Bruchzeit]	II	III
Probe 1	60	300	1510	8,03		16,5	75	8,5
Probe 2	50	300	2910	5,3	1,66*10 ⁻⁵	6,7	85	8,3
Probe 3	50	270	11180	7,3	3,28*10 ⁻⁶	2,5	82,5	15
Probe 4	40	270	49670		2,95*10 ⁻⁷	-	-	-
Probe 5	40	300	30270	8,9	2,74*10 ⁻⁶	6,5	84	9,5
Probe 6	45	300	29240	4,4	1,17*10 ⁻⁶	7	86,5	6,5
Probe 7	35	300	34010		2,64*10 ⁻⁸	-	-	-
Probe 8	50	300	1780	13,2	2,1*10 ⁻⁵	23,5	58	18,5
Probe 9	35	300	22360		1,31*10 ⁻⁷	-	-	-
Probe 10	45	270	77530		6,6*10 ⁻⁷	-	-	-

Tabelle 5.6 zeigt, dass der Anfangskriechbereich mit Ausnahme von Probe 1 und 8, die sehr kurze Kriechzeiten aufweisen und von daher nicht repräsentativ sind, bei allen Belastungen und der Versuchstemperatur $T = 300^\circ\text{C}$ nahezu unverändert einen prozentualen Anteil von ca. 6,5-7% an der gesamten Kriechdauer besitzt. Die prozentualen Anteile des tertiären Kriechstadiums bei der Temperatur $T = 300^\circ\text{C}$ liegen bei allen Proben mit 6,5-9,5% in einer ähnlichen Größenordnung. Bei der Probe 3, deren Belastungsregime eine um 30K niedrigere Versuchstemperatur $T = 270^\circ\text{C}$ und eine mechanische Spannung von $\sigma = 50\text{MPa}$ besaß, zeigt sich ein deutlich geringerer Anteil des Anfangskriechbereichs von ca. 2,5% und einem deutlich höheren Anteil von 15% des tertiären Kriechstadiums an der Gesamtkriechdauer. Mit Werten zwischen 82,5-86,5% hat das sekundäre Stadium bei allen Proben den größten Anteil an der gesamten Kriechzeit. Sind die Verweildauern im Anfangsstadium aller untersuchten MMC-

Werkstoffe in einer vergleichbaren Größenordnung, so ist der Anteil des sekundären Stadiums des Werkstoffes $AE42+10\%(Saffil^{\text{®}})_f+10\%(SiC)_p$ verglichen mit den MMC-Werkstoffen Titan+15%(SiC)_p und AA6061+22%(Al₂O₃)_p deutlich höher und der Anteil des tertiären Stadiums signifikant geringer.

Die Kriech- und Dehnratenkurven der im Experiment gebrochenen und die der nicht gebrochenen Proben sind jeweils in einem Diagramm zusammengefasst (Abb. 5.2.3).

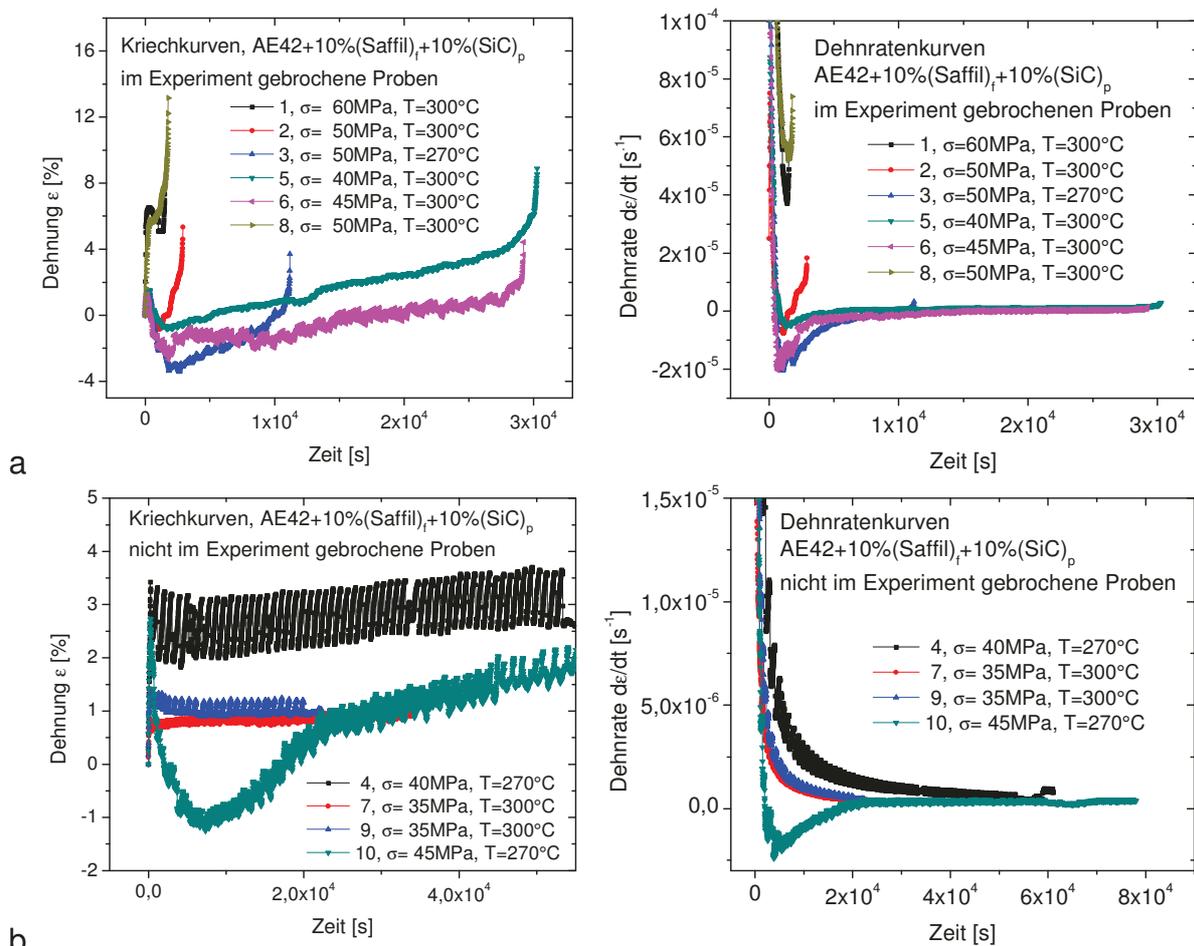


Abb. 5.2.3 Kriech- und Dehnratenkurven, $AE42+10\%(Saffil^{\text{®}})_f+10\%(SiC)_p$, a) im Experiment gebrochene Proben, b) im Experiment nicht gebrochene Proben

Die Kriechkurven des Werkstoffes $AE42+10\%(Saffil^{\text{®}})_f+10\%(SiC)_p$ zeigen ebenfalls wie die anderen untersuchten MMC-Werkstoffe Titan+15%(SiC)_p und AA6061+22%(Al₂O₃)_p den bereits im Abschnitt 5.2.1 beschriebenen typischen Verlauf, d.h. nach einem ungewöhnlichen Anfangsbereich steigen nach dem Durchlaufen eines Minimums die Dehnraten im sekundären Kriechstadium kontinuierlich an. Die Kriechkurven sind ebenfalls bzgl. des Aufheizvorganges korrigiert (vgl. Abschnitt 4.4.1). Die Kriechkurven der Proben zeigen periodische Schwankungen, die bei den nicht gebrochenen Proben durch die Skalierung besonders deutlich zu sehen sind. Diese sind Messartefakte. Die Ursache dafür ist eine Überlagerung des Messsignals der sehr kleinen Längenänderungen durch eine Verdrehung des Messkabels des Wegauf-

nehmers. Die Verdrehung wurde durch die sich periodisch wiederholende 180° -Drehung des Rotationstisches hervorgerufen.

Für die Bestimmung der Spannungsexponenten und der Aktivierungsenergien ist ebenso wie für die beiden partikelverstärkten Werkstoffe lediglich eine zu geringe Anzahl von Messergebnissen für eine belastbare Auswertung vorhanden. Die daher lediglich der Vollständigkeit halber bestimmten Werte zeigen die Abbildungen A4 und A5 im Anhang.

5.3 Tomographische Ergebnisse

Es wurden Tomogramme im Ausgangszustand und fortlaufend während der Kriechverformung erstellt. Dieses ermöglicht die zeitabhängige Untersuchung der Werkstoffschädigung, die zum Versagen der Werkstoffe führt, in ihrer Beziehung zu den makroskopischen Kriechkurven. Die zeitliche Entstehung und Entwicklung der Kriechschädigung jedes Werkstoffes in Abhängigkeit von den mechanischen und thermischen Belastungen werden nachfolgend im Hinblick auf den Zusammenhang mit den einzelnen Kriechstadien analysiert.

In einem ersten Schritt werden die Relationen der Entwicklung der Porosität zur Kriechkurve und der Porenwachstumsrate zur Dehnrate untersucht. Die Porosität beschreibt die Schädigung während des Kriechens jedoch nur unzureichend. Als dimensionslose Größe ist die Porosität durch die Porenanzahl einerseits und das Porenvolumen andererseits gekennzeichnet. Die Porenanzahl charakterisiert die Porenbildung und das Porenvolumen das Porenwachstum. Die zeitabhängige Änderung der Porosität ist folglich durch die zeitabhängige Entwicklung der Porenbildung und/ oder des Porenwachstums bedingt. Die Ursache der Porosität sind einerseits Diffusions- und Versetzungskriechvorgänge in der Matrix, andererseits Verstärkungsbrüche und das Wachstum der Bruchspalten sowie Matrixablösungen von den Verstärkungen. Die Analyse der einzelnen Schädigungsmechanismen erfolgt über die optische Auswertung der tomographischen Aufnahmen.

Für die Untersuchung der Diffusions- und Versetzungskriechvorgänge in der Matrix werden die Modelle von Greenwood [GRE69] und Cocks/ Ashby [COC82] miteinander verknüpft (vgl. Abschnitt 2.2.3). Beschreibt Greenwood die Zeitabhängigkeit der Porenbildung und des Porenwachstums, so liefern Cocks/ Ashby die mikrostrukturellen Mechanismen des Porenwachstums. Aus der Kombination beider Modelle können die Funktionsvorschriften der Wachstumsfunktionen für die Porenbildung und das –wachstum im Kriechverlauf bestimmt werden. Die drei Wachstumsmechanismen nach Cocks/ Ashby sind durch die Porengeometrien/ -orientierungen in sphärisch, ellipsoidal/ senkrecht bzw. ellipsoidal/ parallel charakterisiert [COC82] (Abb. 5.3.1). Die Ausdehnung der sphärischen Poren ist in alle drei Raumrichtungen gleich groß (Abb. 5.3.1 a), die der ellipsoidalen/ senkrechten Poren ist entlang der Belastungsrichtung kleiner als in den dazu senkrecht stehenden Ebenen (Abb. 5.3.1 b), während bei den ellipsoidalen/ parallelen Poren die größte Ausdehnung in Belastungsrichtung liegt

(Abb. 5.3.1 c). Die beiden letztgenannten Porenorientierungen werden nachfolgend kurz als senkrechte bzw. parallele Poren bezeichnet. Die sphärische Porengeometrie kennzeichnet die Korngrenzendiffusion, mit der größten Ausdehnung zur Belastungsrichtung senkrechte Poren die Oberflächendiffusion und parallele Poren das Versetzungskriechen der Matrix (power-law creep).

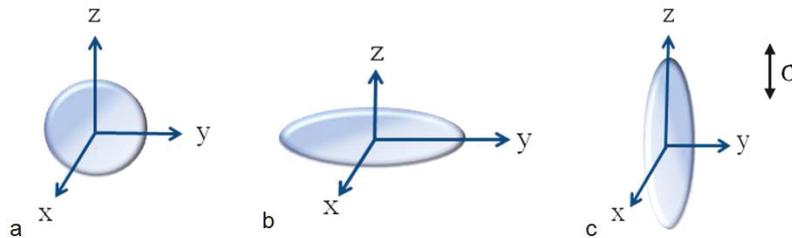


Abb. 5.3.1 Grafische Darstellung der Porengeometrien bzw. -orientierungen, a) sphärische Poren, b) zur Belastungsrichtung z senkrechte Poren, c) zur Belastungsrichtung z parallele Poren

Beschreibt Greenwood die Porenbildung und das Porenwachstum im primären und sekundären Stadium, so fehlt in seiner Betrachtung die Analyse bis hin zum Kriechbruch [GRE69]. Greenwood empfiehlt, dass quantitative Untersuchungen die Mechanismen der Porenbildung und des Porenwachstums beinhalten sollten. Daher werden die Entwicklungen der Porenanzahlen sowie Porengrößen jeweils in ihrer Gesamtheit und getrennt nach den mikrostrukturellen Mechanismen über den gesamten Kriechverlauf als Funktion der Kriechzeit betrachtet. Darüber hinaus werden die Wachstumsfunktionen der mikrostrukturellen Mechanismen für die Porenbildung und das Porenwachstum in den frühen und späteren Kriechstadien bis zum Kriechbruch nach den Vorgaben von Greenwood bestimmt: Für die Analyse der Wachstumsfunktionen der Porenbildung werden die Porenanzahlen als Funktion der Dehnung sowie des Porenwachstums die Porenvolumina als Funktion des Produktes aus Dehnung und Zeit betrachtet. Greenwood zeigte für die Porenbildung in den frühen Kriechstadien einen linearen Zusammenhang $y = A + B \cdot x$. Im fortgeschrittenen Kriechverlauf beschreibt er die dehnungs-, zeit- und spannungsabhängige Änderung des Porenvolumens als charakteristische Größe (vgl. Abschnitt 2.2.3.1):

$$\Delta V_p \sim \varepsilon \cdot t \cdot \sigma^n \cdot f(p) \quad (\text{Gl. 2.19})$$

Gleichwohl findet Porenbildung auch im späteren Kriechverlauf statt und Porenwachstum setzt bereits in den frühen Kriechstadien ein, wie später gezeigt werden wird.

5.3.1 Titan+15%(SiC)_p

Der im Ausgangszustand tomographisch ermittelte Partikelgehalt der gemessenen Proben des MMCs Titan+15%(SiC)_p liegt im Volumen bei 11,5%±1,7%. Die Ausgangsporosität der drei gemessenen Proben liegt zwischen 0,007-0,03vol%. Die detektierbaren herstellungsbedingten Poren finden sich an der Grenzfläche zwischen der Matrix und den Partikeln, überwiegend an

Partikel-Cluster (Abb. 5.3.2 b, rote Pfeile). Neben den Poren sind vereinzelt ebenfalls herstellungsbedingte Partikelbrüche zu erkennen (Abb. 5.3.2 b, blauer Kreis). Die Verteilung der Materialdefekte im Probenvolumen ist regellos.

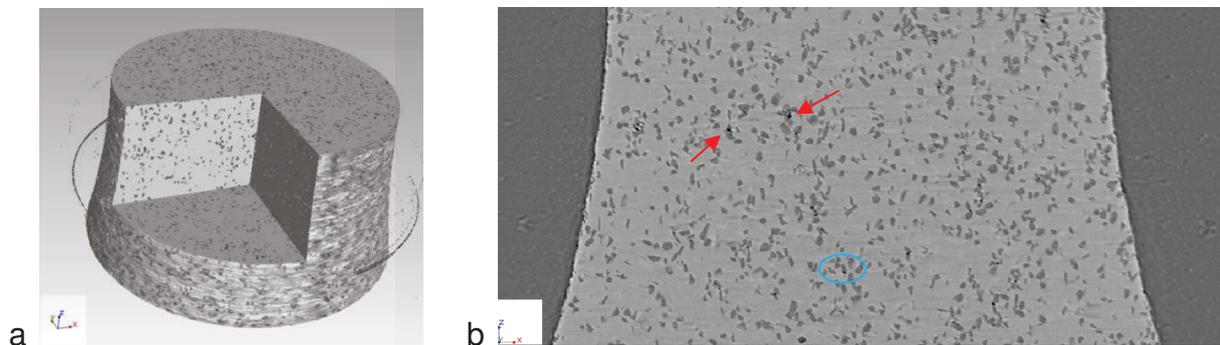


Abb. 5.3.2 Ausgangszustand, a) Tomogramm (links), b) Längsschnitt

5.3.1.1 Porosität

Die gemeinsame Darstellung der gemessenen Kriechkurve und zeitabhängig ermittelten Porositäten in einem Diagramm zeigt exemplarisch anhand der Probe 1 ($\sigma = 150\text{MPa}$, $T = 510^\circ\text{C}$), dass sich die Porosität in den frühen Kriechstadien proportional zur Kriechdehnung entwickelt (Abb. 5.3.3 a). Probe 2 ($\sigma = 180\text{MPa}$, $T = 510^\circ\text{C}$) und Probe 3 ($\sigma = 180\text{MPa}$, $T = 480^\circ\text{C}$) weisen in den frühen Kriechstadien ebenfalls eine Proportionalität von Porosität und Kriechkurven auf (Abb. A6, Anhang). Für die Vergleichbarkeit der Kriechkurve mit dem Porositätsverlauf über die gesamte Kriechzeit werden die Werte der Ausgangs- und Endporosität grafisch auf den Anfangswert der Dehnung und den Bruchdehnungswert gelegt (Abb. 5.3.3 b). Diese Darstellung verdeutlicht, dass das in den frühen Kriechstadien zur Kriechdehnung proportionale Porositätswachstum in den späteren Kriechstadien überproportional ansteigt. Probe 2 zeigt in den späteren Kriechstadien ebenfalls einen überproportionalen Porositätsanstieg (Abb. A7 b, Anhang)

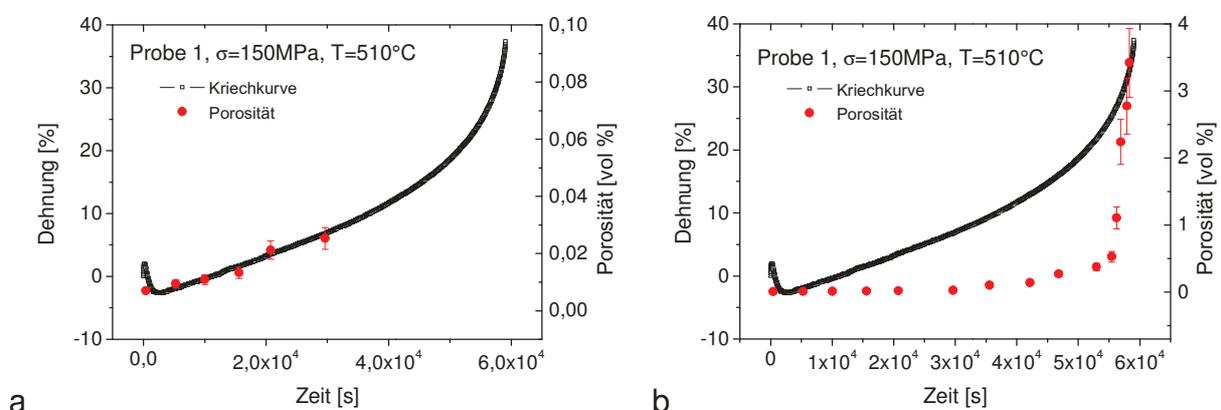


Abb. 5.3.3 Vergleich Kriechkurve und Porositätsentwicklung, Probe 1, a) frühe Kriechstadien, b) gesamter Kriechverlauf

Abb. 5.3.4 zeigt die Auftragung der Dehnrates $\dot{\epsilon}$ sowie der Wachstumsrate der Porosität als Funktionen der normierten Kriechzeit von Probe 1 und 2. Beide Proben wurden bis zum Kriechbruch im in-situ Experiment analysiert. Die Kurven der Dehnrates und der Wachstumsrate der Porosität folgen bis ca. $0,8t_{cr}$ verschiedenen Funktionsvorschriften. Erst nach $0,8t_{cr}$ lassen sich bei den Proben 1 und 2 übereinstimmende Verläufe der Dehnrates und der Wachstumsrate der Porosität feststellen.

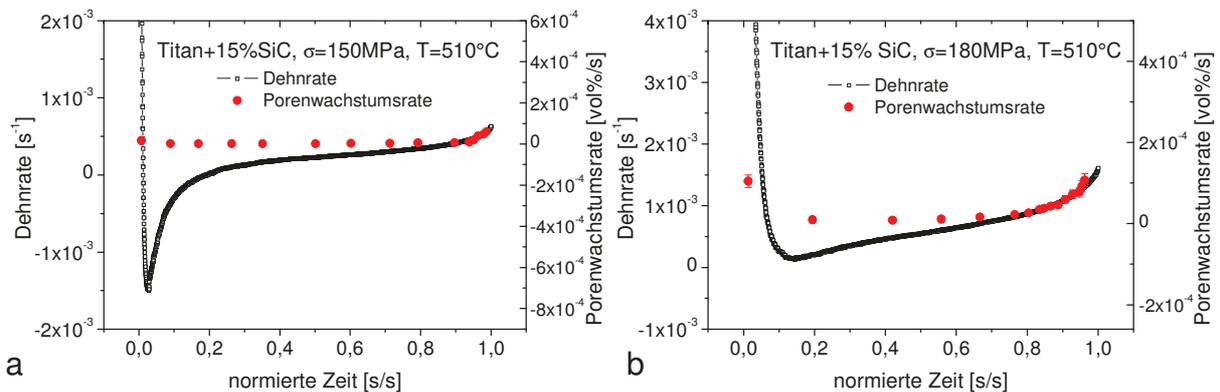


Abb. 5.3.4 Vergleich Dehn- und Porenwachstumsrate als Funktion der normierten Zeit, a) Probe 1, b) Probe 2

Die Darstellung des Zusammenhangs der Dehnrates und der Porenwachstumsrate für Probe 3 zeigt bis zum Abbruch des Kriechversuchs bei ca. $0,7t_{fr}$ den gleichen Verlauf wie Probe 1 (Abb. A8, Anhang). Abb. 5.3.5 zeigt zusammenfassend den Vergleich der Wachstumsraten der Porositäten aller Proben.

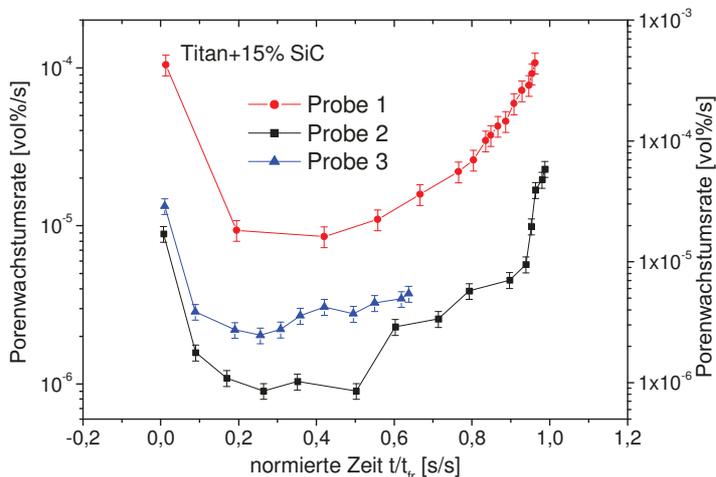


Abb. 5.3.5 Vergleich der Wachstumsrate der Porosität aller Proben

Zur besseren Vergleichbarkeit der Kurvenverläufe wurde die Auftragung über die normierte Kriechzeit gewählt und zwei verschiedene Achsenskalierungen der Ordinaten gewählt, da die Proben 2 und 3 minimale Porenwachstumsraten aufweisen, die in etwa eine Zehnerpotenz geringer sind als von Probe 1. Probe 1 ist der linken und die Proben 2 und 3 der rechten Ordinate zugeordnet. Das Minimum der Porenwachstumsrate liegt für alle Proben bei ca. $0,3t_{cr}$ und damit im sekundären Bereich.

5.3.1.2 Porenbildung und Porenwachstum

Die getrennte Betrachtung der Poreanzahlen und der Porengrößen (Porenvolumina) als Funktion der Kriechzeit geben Aufschluss über die Zeitabhängigkeit von Porenbildung und Porenwachstum (Abb. 5.3.6). Die grafische Darstellung veranschaulicht, dass die Anzahl kleiner Poren mit einer Größe von $<30\text{ voxel}$ in den Proben 1 sowie 2 bis zum Zeitpunkt $0,75t_{fr}$ (Abb. 5.3.6 a, b, roter Pfeil) zunimmt und danach abnimmt. Folglich werden bis zum Zeitpunkt $0,75t_{fr}$ fortwährend neue Poren gebildet. Die anschließende Verringerung der Anzahl kleiner Poren resultiert aus dem Zusammenwachsen von Poren. In Probe 3 steigt die Anzahl kleiner Poren mit einer Größe von $<30\text{ voxel}$ bis zum Abbruch des Experiments (Abb. 5.3.6 c). Die Anzahl mittelgroßer Poren mit einem Volumen zwischen $30\text{-}1000\text{ voxel}$ nimmt bei allen Proben im Kriechverlauf beständig zu. Endet die Poreneubildung in Probe 1 und 2 bei $0,75t_{fr}$, verursacht ein zeitgleich einsetzendes, überproportionales Porenwachstum eine Zunahme großer Poren ($>1000\text{ voxel}$).

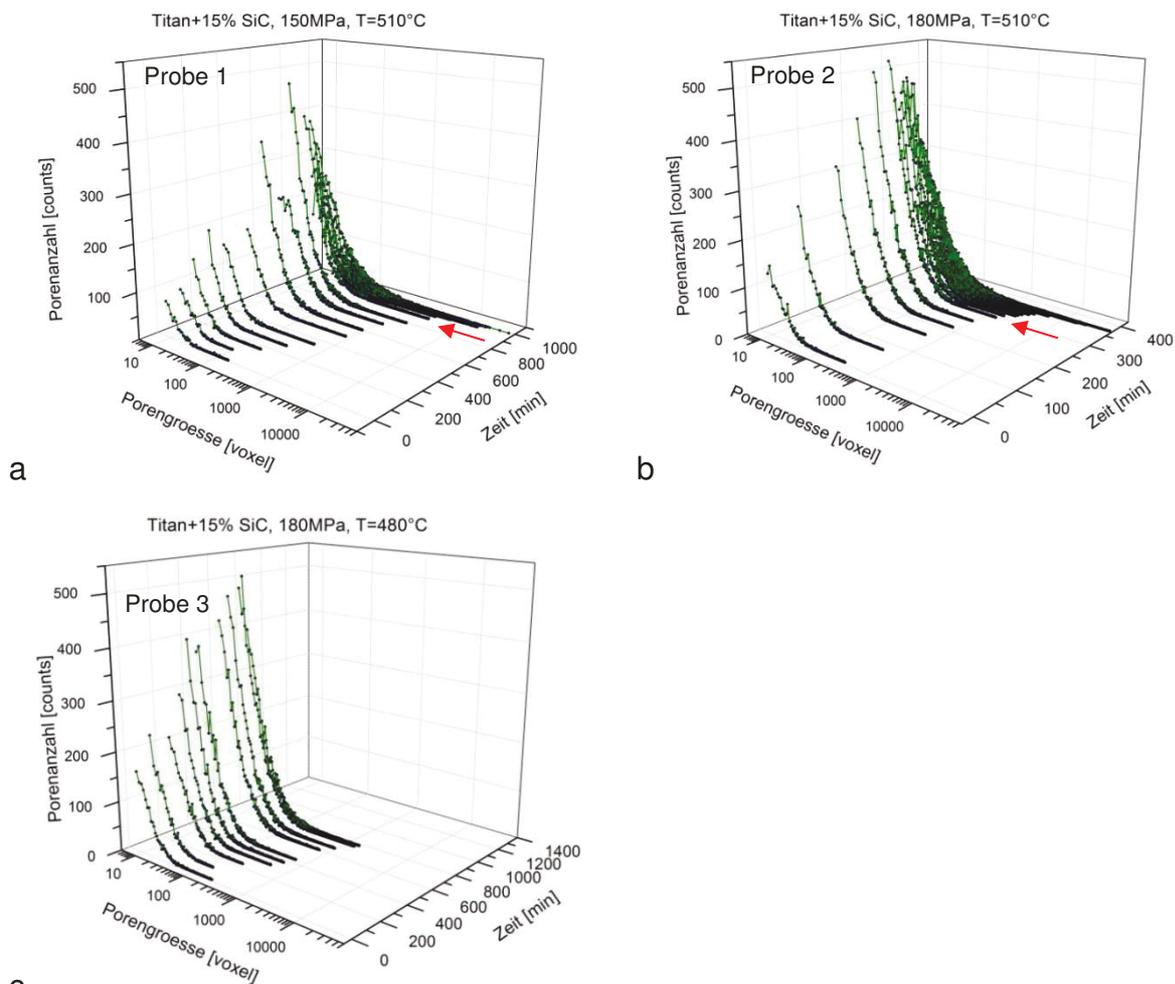


Abb. 5.3.6 Poreanzahl und Porengröße vs. Kriechzeit, a) Probe 1, b) Probe 2, c) Probe 3

Die Gesamtporeanzahl bzw. das Gesamtporenvolumen sind jeweils die Summe der Anzahlen bzw. der Größen aller Poren der in Abb. 5.3.1 festgelegten Porengeometrien, die die mi-

kröstrukturellen Kriechmechanismen repräsentieren. Die zeitabhängige Porenbildung durch die einzelnen Mechanismen und deren Summe zeigt Abb. 5.3.7 auf der linken Seite anhand der Porenanzahlen. Auf der rechten Seite ist das ebenfalls zeitabhängige Porenwachstum anhand der Porenvolumina dargestellt. Bei der Analyse der Porenbildung zeigt sich, dass bei allen Kriechversuchen die senkrechten Poren bis zu den späten Kriechstadien den größten und die sphärischen Poren, die in allen Diagrammen verkürzt als runde Poren bezeichnet werden, den geringsten Anteil an der Gesamtporenbildung haben.

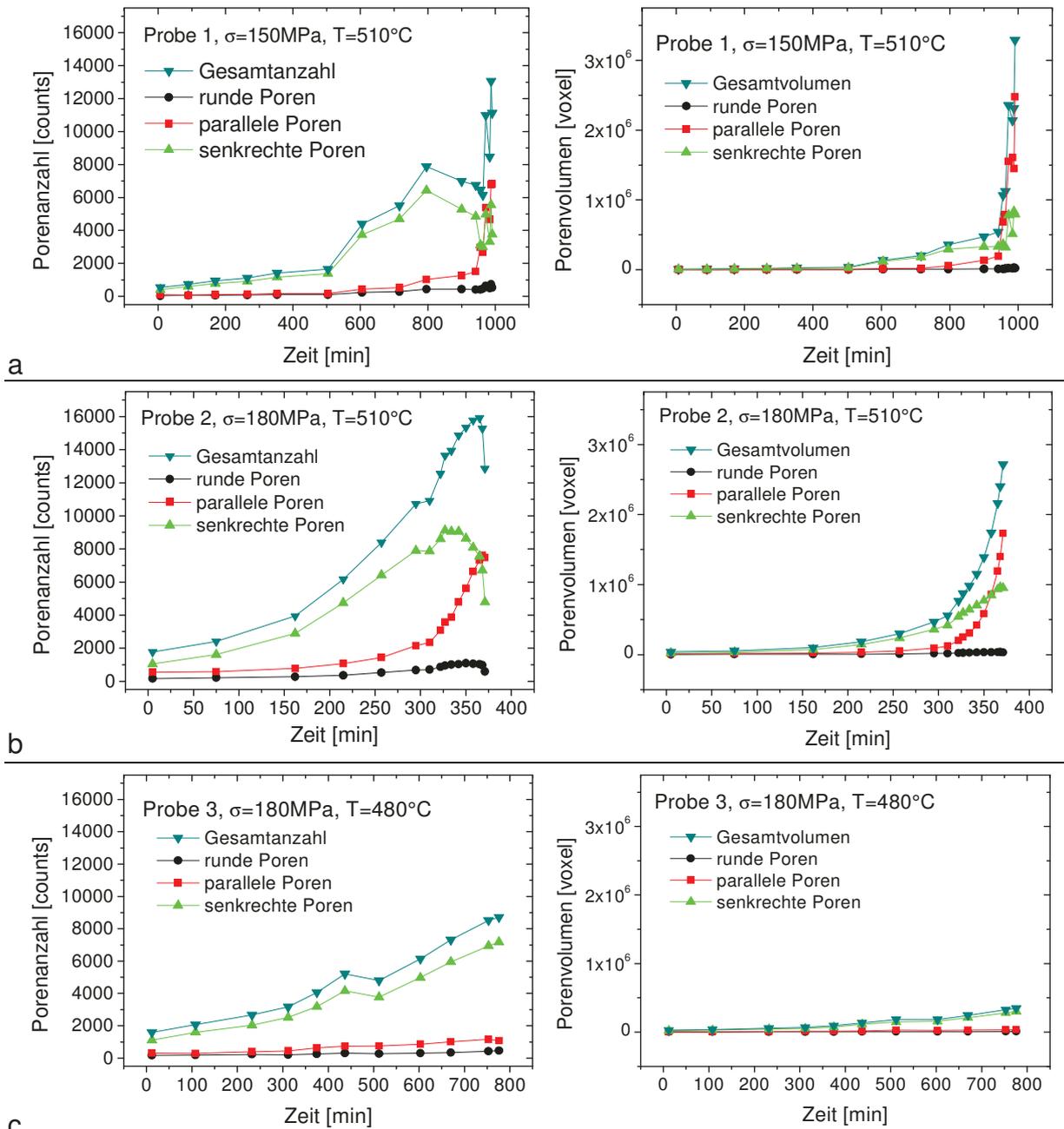


Abb. 5.3.7 Porenbildung und Porenwachstum, a) Probe 1, b) Probe 2, c) Probe 3

Wie sich aus den qualitativ nahezu identischen Kurvenverläufen ablesen lässt, ist die Porenbildung im Wesentlichen von den senkrechten Poren bestimmt. Erst kurz vor dem Kriech-

bruch bei $0,8t_{fr}$ zeichnen sich für Probe 1 und 2 eine Abnahme der diffusionsgesteuerten Prozesse (sphärische sowie senkrechte Poren) und eine überproportionale Steigerung des Versetzungskriechens (parallele Poren) für die Porenbildung ab. Die Porenbildung in der Probe 3 kann aufgrund des vorzeitig abgebrochenen Experiments nur beschränkt analysiert werden. Es findet eine gleichermaßen stetige Zunahme der Porenzahlen aller Porengeometrien statt. Anders als bei der Porenbildung findet bei allen Proben bis zum Kriechbruch (Probe 1 und 2) bzw. bis zum Abbruch des Experiments (Probe 3) ein stetiges Porenwachstum durch die drei mikrostrukturellen Mechanismen statt. Den größten Anteil am Porenwachstum haben vergleichbar der Porenbildung bis $0,8t_{fr}$ die senkrechten Poren, nach $0,8t_{fr}$ die parallelen Poren. Diese Ergebnisse legen nahe die zeitabhängige Entwicklung der durchschnittlichen Porengrößen zu untersuchen. Die durchschnittlichen Größe aller Poren sowie der drei Porengeometrien/ -orientierungen berechnen sich aus dem Quotienten von Porenvolumen/ Porenzahl.

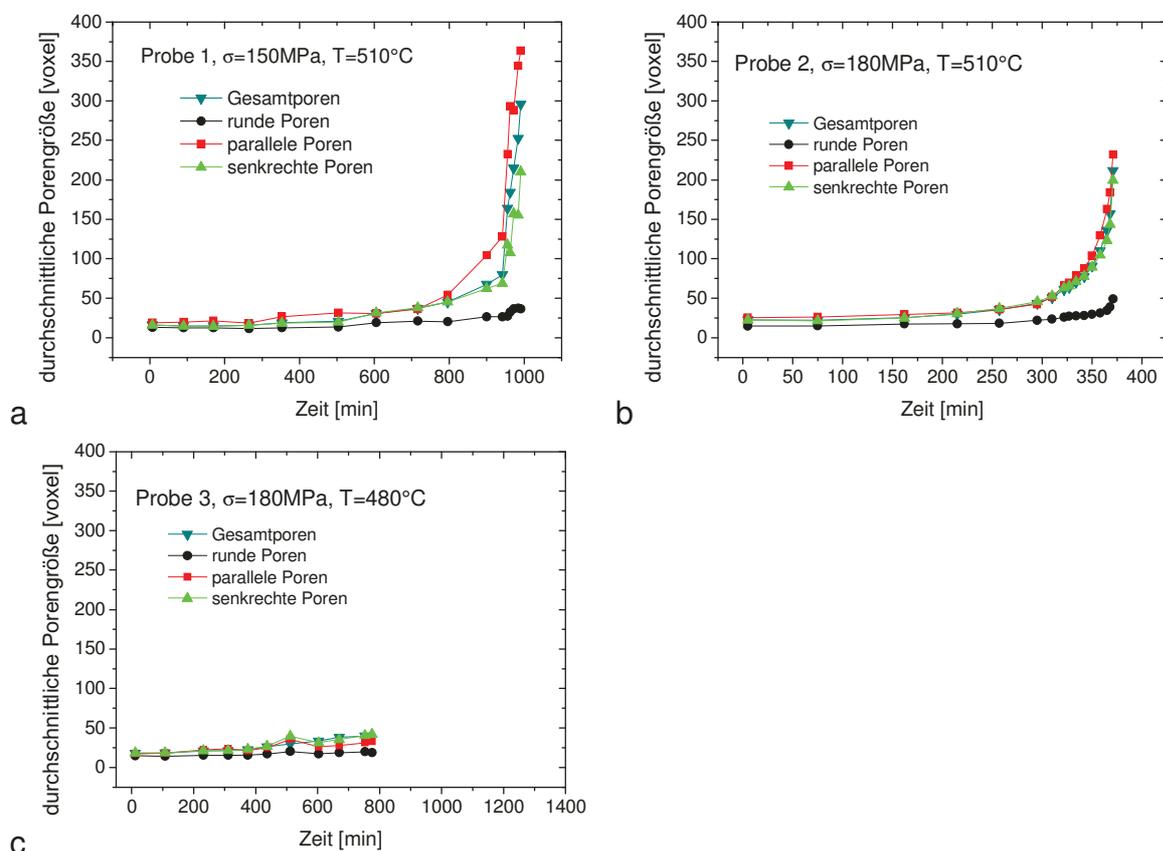


Abb. 5.3.8 Durchschnittliche Porengröße, a) Probe 1, b) Probe 2, c) Probe 3

Die Kurvenverläufe der durchschnittlichen Porengröße der drei Proben zeigen qualitativ eine gute Übereinstimmung (Abb. 5.3.8). Die durchschnittliche Porengröße aller Poren und der einzelnen Porengeometrien/ -orientierungen der drei Kriechversuche liegt im Ausgangszustand bei ca. 20-25voxel. Bis zum Zeitpunkt $0,8t_{fr}$ bleiben alle durchschnittlichen Porengrößen der drei Proben nahezu konstant bzw. wachsen nur geringfügig. Bei allen Experimenten behalten die sphärischen Poren bis zum Kriechbruch (Probe 1 und 2) bzw. Abbruch des Expe-

riments (Probe 3) die kleinste durchschnittliche Porengröße. Die durchschnittliche Porengröße der parallelen Poren wächst bei Probe 1 und 2 nach $0,8t_{fr}$ bis zum Kriechbruch stärker als die der senkrechten bzw. sphärischen Poren sowie der durchschnittlichen Gesamtporengröße. Kurz vor dem Kriechbruch betragen die durchschnittlichen Porengrößen der parallelen Poren ca. 370voxel, die der senkrechten ca. 210voxel und die der Gesamtporen ca. 300voxel. Für Probe 2 sind alle durchschnittlichen Porengrößen mit Ausnahme der sphärischen Poren kurz vor dem Kriechbruch mit $215\text{voxel} \pm 5\text{voxel}$ nahezu gleich groß. Folglich sind die durchschnittlichen Porengrößen der parallelen Poren für Probe 1 kurz vor dem Kriechbruch in etwa 1,7-fach größer als für Probe 2. Die durch den Mechanismus des Versetzungskriechens der Matrix gewachsenen Poren zeigen somit ein spannungsabhängiges Wachstum, das bei niedrigerer Spannung zu einer höheren durchschnittlichen Porengröße führt. Die durchschnittliche Porengröße der Poren, die durch Diffusionsmechanismen gewachsen sind, ist spannungsunabhängig. Bei Abbruch des Experiments der Probe 3 sind die durchschnittlichen Porengrößen der Gesamtporen und der senkrechten Poren mit 40voxel gleich groß, die der parallelen und sphärischen Poren betragen 30 bzw. 20voxel.

5.3.1.3 Wachstumsfunktion der Porenbildung

Wie bereits gezeigt wurde, werden über die frühen Kriechstadien hinaus in den späteren Kriechstadien weiterhin neue Poren gebildet (Abb. 5.3.6, Abb. 5.3.7, links). Für die Analyse der Wachstumsfunktionen der Porenbildung durch die drei mikrostrukturellen Mechanismen in Abhängigkeit von der Dehnung werden daher die frühen und späteren Kriechstadien getrennt betrachtet. In der Abb. 5.3.9 sind die frühen Kriechstadien auf der linken und die späteren Kriechstadien auf der rechten Seite dargestellt.

In den frühen Kriechstadien weisen die experimentellen Daten einen linearen Zusammenhang der Porenanzahl und der Kriechdehnung für die Porenbildung auf (Abb. 5.3.9 a-c, links). Die ermittelten linearen Fitparameter sind in Tabelle A5 im Anhang zusammengefasst. Den geringsten Dehnungswert ε , bis zu dem eine lineare Anpassung erzielt werden kann, weist mit $\varepsilon = 7\%$ die Probe 1 auf. Die Porenanzahlen der Proben 2 und 3 können bis zu größeren Dehnungswerten $\varepsilon = 15\%$ (Probe 2) und $\varepsilon = 10\%$ (Probe 3, bis zum Experimentabbruch) linear angepasst werden. Abb. 5.3.10 veranschaulicht die Fitergebnisse der Proportionalitätsfaktoren B der Geradensteigungen in den frühen Kriechstadien. Die Proportionalitätsfaktoren B für die Porenanzahlen aller Porengeometrien/ -orientierungen sowie die Gesamtporenanzahlen sind in Abhängigkeit von den Versuchsspannungen und -temperaturen dargestellt.

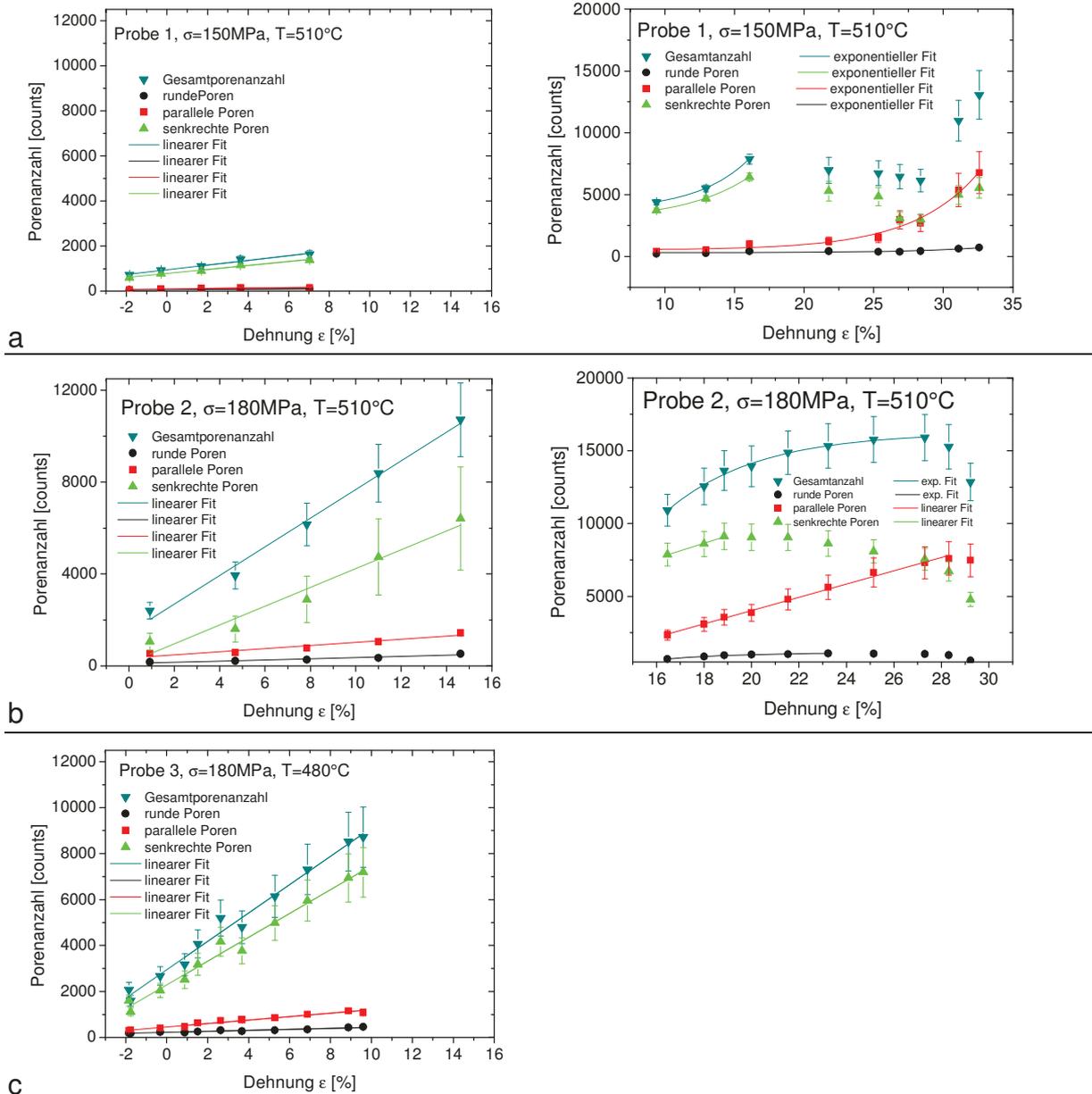


Abb. 5.3.9 Porenbildung in den frühen und späteren Kriechstadien, a) Probe 1, b) Probe 2, c) Probe 3

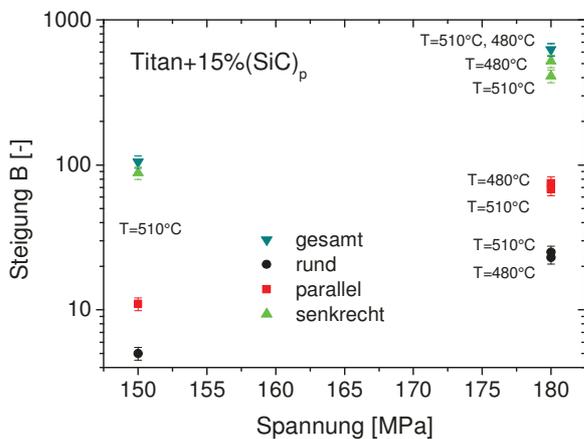


Abb. 5.3.10 Graphische Darstellung der durch Fitten ermittelten Proportionalitätsfaktoren B der Änderung der Porenanzahlen in den frühen Kriechstadien

Für Probe 1 sind die jeweiligen Werte der Proportionalitätsfaktoren B der Gesamtporenanzahlen sowie der einzelnen Porengeometrien/ -orientierungen um den Faktor 5-6 geringer als die der Proben 2 und 3, deren Werte nahezu gleich groß sind. Die Spannungserhöhung um $\Delta\sigma = 30\text{MPa}$ bewirkt folglich eine gesteigerte Porenbildung durch alle mikrostrukturellen Mechanismen. Die Diffusionsmechanismen und das Versetzungskriechen der Matrix sind demnach spannungsabhängig. Gibt die Gesamtporenanzahl -und somit die Summe aller Mechanismen für die Porenbildung- keinen Hinweis auf eine Temperaturabhängigkeit, zeigen dagegen die einzelnen Mechanismen eine leichte Temperaturabhängigkeit (vgl. Tabelle A5). Nimmt mit steigender Temperatur bei gleichbleibender Spannung der Mechanismus der Korngrenzendiffusion zu, so werden die Mechanismen der Oberflächendiffusion und des Versetzungskriechens schwächer.

Die Auswertung der Porenbildung in den späteren Kriechstadien kann lediglich für die Proben 1 und 2 vorgenommen werden, da für die Probe 3 keine Messdaten in den späteren Kriechstadien vorliegen. In den späteren Kriechstadien findet die Porenbildung in Probe 1 (Abb. 5.3.9 a, rechts) und Probe 2 (Abb. 5.3.9 b, rechts) nach verschiedenen Gesetzmäßigkeiten statt. In Probe 1 nimmt die Porenbildung durch die Mechanismen der Korngrenzendiffusion und des Versetzungskriechens bis zum Kriechbruch exponentiell zu (Abb. 5.3.9 a, rechts). In dem Bereich von 10 bis 15% Dehnung gilt dieses ebenfalls für den Mechanismus der Oberflächendiffusion. Zwischen 15-30% Dehnung sinkt die Porenbildung durch die Oberflächendiffusion. Die Verringerung der Anzahl zur Belastungsrichtung senkrechter Poren charakterisiert das Zusammenwachsen von Poren. Da die Porenbildung im Wesentlichen durch die Oberflächendiffusion bestimmt ist, spiegelt sich deren Entwicklung in der Gesamtporenbildung wider. Kurz vor dem Kriechbruch, bei Dehnungswerten oberhalb von 30%, werden erneut Poren durch Oberflächendiffusion gebildet. Dieses wiederum führt zu einem Anstieg der Gesamtporenanzahl. In der Probe 2 findet die Porenbildung in den späteren Kriechstadien für alle Mechanismen zunächst linear zunehmend statt (Abb. 5.3.9 b, rechts). Die Gesamtporenbildung der Probe 2 folgt in den späteren Kriechstadien im Bereich zwischen 16 bis 28% Dehnung einer nach oben beschränkten Wachstumsfunktion. Die Korngrenzendiffusion weist bis zu einer Dehnung von $\varepsilon = 23\%$ ebenfalls eine nach oben beschränkte Wachstumsfunktion auf. Die Porenbildung durch Oberflächendiffusion ist zunächst bis zu einer Dehnung von $\sim 20\%$ linear zunehmend. Beide diffusionsgesteuerten Porenbildungsprozesse nehmen nach dem Erreichen des jeweiligen Wachstumsmaximums durch das Zusammenwachsen von Poren nahezu hyperbolisch zum Kriechbruch hin ab. Anders verhält sich die Porenbildung durch das Versetzungskriechen der Matrix: Ebenso wie in der Probe 1 nimmt in der Probe 2 die Porenbildung durch diesen Mechanismus bis zum Kriechbruch zu. Die Porenbildung folgt hierbei einer linearen Wachstumsfunktion. Die bei Dehnungswerten oberhalb von 25% abnehmende Gesamtporenanzahl ist darin begründet, dass das Zusammenwachsen von Poren die Porenbil-

derung durch Versetzungskriechen überwiegt. Die Werte für die Fitparameter sind in Tabelle A6 im Anhang zusammengefasst. Ein grafischer Vergleich der Fitparameter in den späteren Kriechstadien ist aufgrund der unterschiedlichen Funktionen (linear, exponentiell und beschränkt) nicht möglich.

Legt man die Definition von Greenwood zugrunde, nach der die Porenbildung in den frühen Kriechstadien einen linearen Zusammenhang in Abhängigkeit von der Dehnung ε aufweist, so lässt sich für die Probe 1 der Übergang zu den späteren Kriechstadien bei $\varepsilon = 7\%$ bestimmen (Abb. 5.3.9 a). In der Probe 2 findet der Übergang von den frühen zu den späteren Kriechstadien bei der Dehnung von $\varepsilon \approx 15\%$ statt und lässt sich anhand der Verläufe der Porenbildung durch Korngrenzendiffusion sowie daraus resultierend der Gesamtporenbildung bestimmen. Da für Probe 3 keine Messdaten in den späteren Kriechstadien vorliegen, kann für diese kein Übergang bestimmt werden. Wie im nächsten Abschnitt gezeigt werden wird, kann das Porenwachstum als ein weiteres Kriterium für die Bestimmung des Überganges herangezogen werden.

5.3.1.4 Wachstumsfunktion des Porenvolumens

In der vorangegangenen Betrachtung der Porenentwicklung hat sich gezeigt, dass bereits in den frühen Kriechstadien Porenwachstum stattfindet (Abb. 5.3.6, Abb. 5.3.7, rechts). Für die Bestimmung der Wachstumsfunktionen der Porenvolumina werden diese als Funktion des Produktes von der Dehnung ε mit der Zeit t dargestellt (Abb. 5.3.11). Für die Vergleichbarkeit der Ergebnisse wurde für die frühen Kriechstadien die logarithmische Darstellung der Porenvolumina gewählt (Abb. 5.3.11, links). In den späteren Kriechstadien ist die Darstellung der Porenvolumina linear (Abb. 5.3.11, rechts).

In den frühen Kriechstadien der drei Proben folgen das Porenwachstum aller Porengeometrien/ -orientierungen und das Porositätswachstum der gleichen Funktionsvorschrift. Die Wachstumsfunktionen der drei Proben lassen sich mit einer degressiven, nach oben beschränkten Wachstumsfunktion vom Typ $f(p) = y_0 + A1 \cdot e^{\left(-\frac{x}{t_1}\right)}$ anpassen. Die Fitparameter sind in Tabelle A7 im Anhang zusammengefasst und in Abb. 5.3.12 a grafisch dargestellt. Die Funktionen für das Gesamtporenvolumen und die senkrechten Poren, die den Mechanismus der Oberflächendiffusion kennzeichnen, verlaufen bei allen Proben nahezu deckungsgleich (Abb. 5.3.11 a-c, jeweils links) und weisen identische bzw. nahezu identische Wachstumskonstanten $1/t_1$ auf (Tabelle A7). Folglich ist das Porenwachstum in den frühen Kriechstadien im Wesentlichen durch den Mechanismus der Oberflächendiffusion bestimmt. Die Betrachtung der Porenvolumina in den frühen Kriechstadien bei einem gemeinsamen Vergleichswert $\varepsilon \cdot t = 2 \cdot 10^3$ [1·s] zeigt den Einfluss der Spannung und der Temperatur auf das Porenwachstum: Die Anhebung der Spannung von $\Delta\sigma = 30\text{MPa}$ von 150MPa auf 180MPa bei

konstanter Temperatur $T = 510^\circ\text{C}$ bewirkt ein Wachstum der Porenvolumina um das 10-fache (Abb. 5.3.11 a, b, links). Wird die Spannung $\sigma = 180\text{MPa}$ konstant gehalten, verursacht die Temperaturerhöhung $\Delta T = 30\text{K}$ von 480°C auf 510°C in etwa eine Verdopplung der Porenvolumina (Abb. 5.3.11 b, c, links).

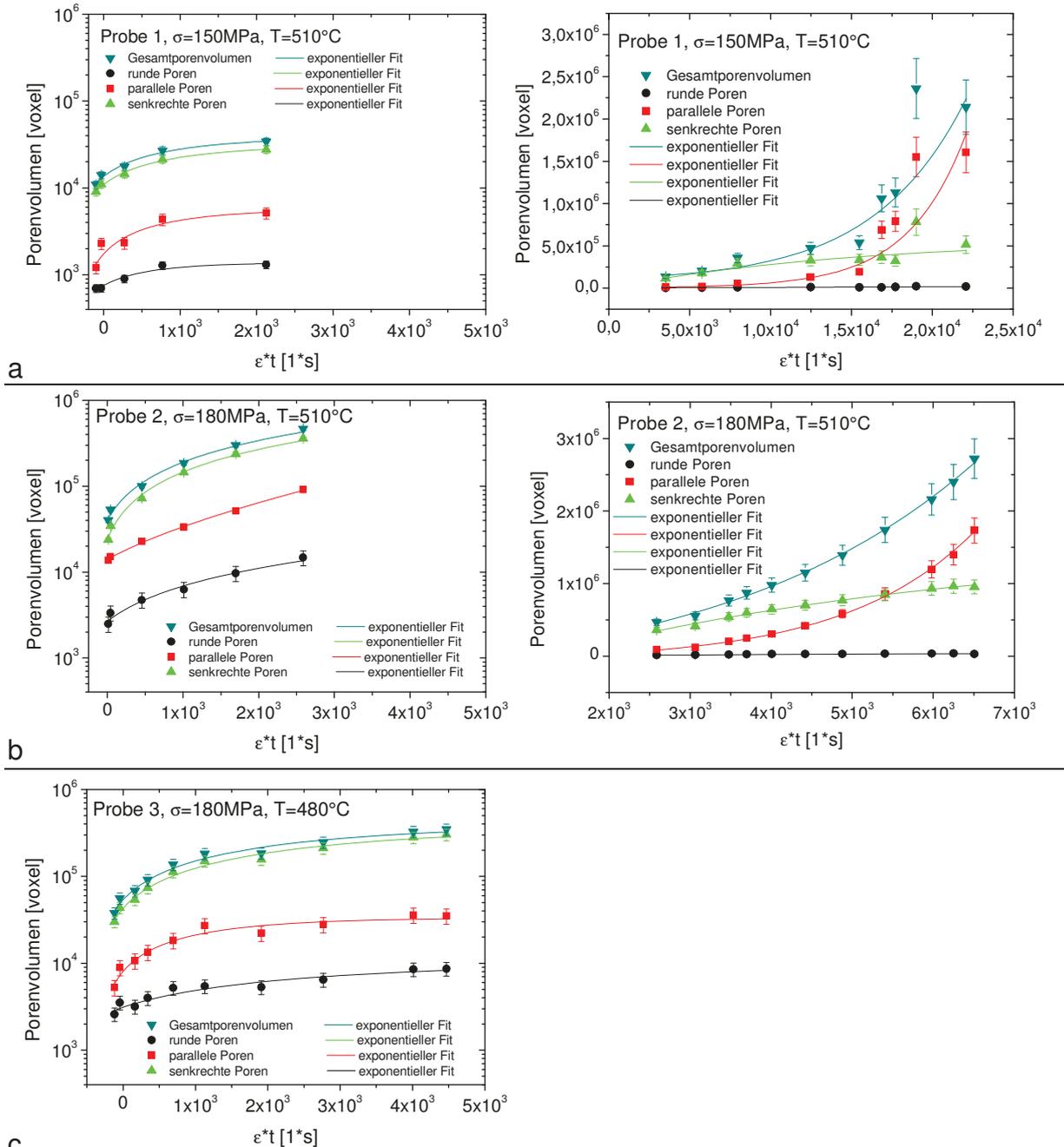


Abb. 5.3.11 Porenwachstum als Funktion des Produktes aus Dehnung und Zeit ($\varepsilon \cdot t$) in den frühen (links) und späteren (rechts) Kriechstadien, a) Probe 1, b) Probe 2, c) Probe 3

Die Abb. 5.3.11 a und b zeigen auf der rechten Seite das Wachstum der Porenvolumina in den späteren Kriechstadien für die Proben 1 und 2. Für Probe 3 liegen in diesen Kriechstadien keine Messdaten vor. Alle Kurvenverläufe der Gesamtporenvolumina und der sphärischen, parallelen sowie senkrechten Porenvolumina der Proben 1 und 2 lassen sich in den späteren

Kriechstadien durch eine exponentielle Wachstumsfunktion vom Typ $f(p) = y_0 + A1 \cdot e^{\left(\frac{x}{t_1}\right)}$ anpassen. Aus dem Fitparameter t_1 berechnet sich die Wachstumskonstante $1/t_1$, die das exponentielle Wachstum der Porenvolumina beschreibt. Die Fit-Parameter der exponentiellen Anpassung sind in der Tabelle A8 im Anhang zusammengefasst. Die progressiven Funktionen für die Entwicklung des Gesamtporenvolumens und der parallelen Poren, die den Mechanismus des Versetzungskriechens der Matrix kennzeichnen, besitzen für beide Proben nahezu identische Wachstumskonstanten $1/t_1$ (Tabelle A8, Anhang). Im Gegensatz dazu findet sich für die senkrechten Poren, die den Mechanismus des Porenwachstums durch Oberflächendiffusion charakterisieren, ein degressiver Verlauf. Dabei nehmen der Fitparameter t_1 und demzufolge die Wachstumskonstante $1/t_1$ negative Werte an. Die sphärischen Poren, die das Porenwachstum durch Korngrenzendiffusion anzeigen, weisen bei Probe 1 einen progressiven und bei Probe 2 einen regressiven Verlauf auf. Der Anteil der Korngrenzendiffusion am Wachstum des Gesamtporenvolumens ist gering. In beiden Experimenten ist folglich in den späteren Kriechstadien das Versetzungskriechen der bestimmende Mechanismus für das gesamte Porenwachstum.

Die grafische Darstellung der Wachstumskonstanten als Funktion der Spannung verdeutlicht den Einfluss der Spannungs- und Temperaturänderung auf die Porenwachstumsfunktionen in den frühen und späteren Kriechstadien (Abb. 5.3.12). In den frühen Kriechstadien führt eine Spannungserhöhung $\Delta\sigma = 30\text{MPa}$ temperaturunabhängig zu einer Zunahme aller Wachstumskonstanten $1/t_1$ (Abb. 5.3.12 a). Bei konstanter Spannung $\sigma = 180\text{MPa}$ bewirkt eine Temperaturerhöhung $\Delta T = 30\text{K}$ von 480°C auf 510°C eine weitere Steigerung aller Wachstumsmechanismen. Die Wachstumskonstanten für das Gesamtporenvolumen und die Diffusionsprozesse liegen bei den Temperaturen $T = 480^\circ\text{C}$ und 510°C jeweils in der gleichen Größenordnung. Eine Ausnahme bildet das Versetzungskriechen, das bei $T = 480^\circ\text{C}$ die geringste, bei $T = 510^\circ\text{C}$ jedoch die höchste Wachstumskonstante der mikrostrukturellen Mechanismen aufweist.

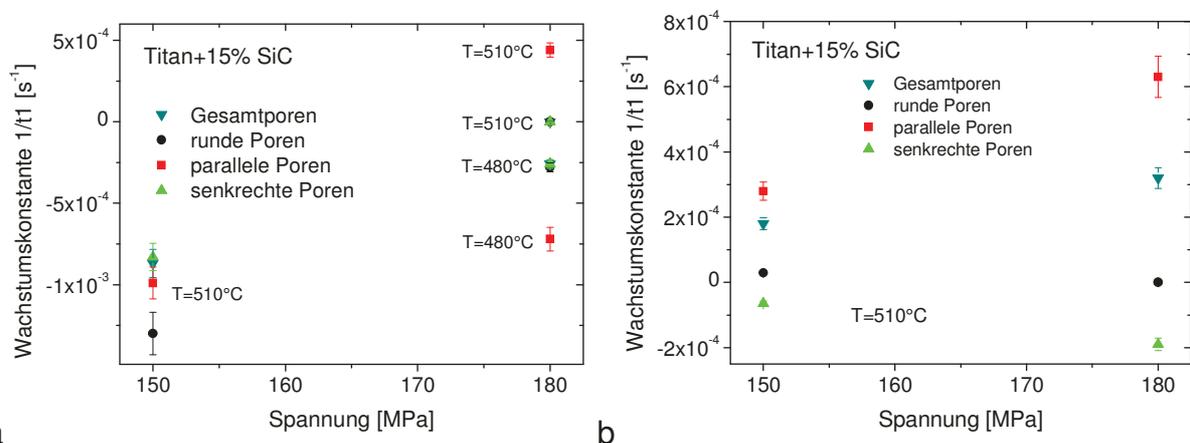


Abb. 5.3.12 Wachstumskonstanten $1/t_1$ als Funktion der Spannung und der Temperatur, a) frühe Kriechstadien, b) spätere Kriechstadien

In den späteren Kriechstadien verstärkt sich bei konstanter Temperatur $T = 510^\circ\text{C}$ und einer Spannungserhöhung um $\Delta\sigma = 30\text{MPa}$ das Versetzungskriechen der Matrix als bestimmender Mechanismus des Porenwachstums (Abb. 5.3.12 b). Demgegenüber wird der Einfluss der Diffusionsprozesse auf das Porenwachstum geringer. Hierbei verursacht die Spannungserhöhung eine deutlichere Absenkung des Anteils der Korngrenzendiffusion im Vergleich zur Oberflächendiffusion. Das Gesamtporenvolumen nimmt nicht im gleichen Maße zu wie das Porenwachstum durch das Versetzungskriechen. Das verstärkte Porenwachstum durch das Versetzungskriechen bewirkt bei zunehmender Spannung demzufolge nicht zwangsläufig eine ebensolche Steigerung des Gesamtporenwachstums. Durch die abnehmenden Diffusionsprozesse wird das Wachstum des Gesamtporenvolumens gemindert.

5.3.2 AA6061+22%(Al₂O₃)_p

Der im Ausgangszustand tomographisch ermittelte Partikelgehalt im Volumen beträgt $22,1\% \pm 3,3\%$. Die Ausgangsporosität der Proben des MMCs AA6061+22%(Al₂O₃)_p liegt zwischen 0,03-0,07vol-% (Abb. 5.3.13). Die herstellungsbedingten Poren befinden sich zumeist an der Grenzfläche zwischen der Matrix und den Partikeln, bevorzugt an Partikel-Clustern (Abb. 5.3.13 b, blaue Kreise).

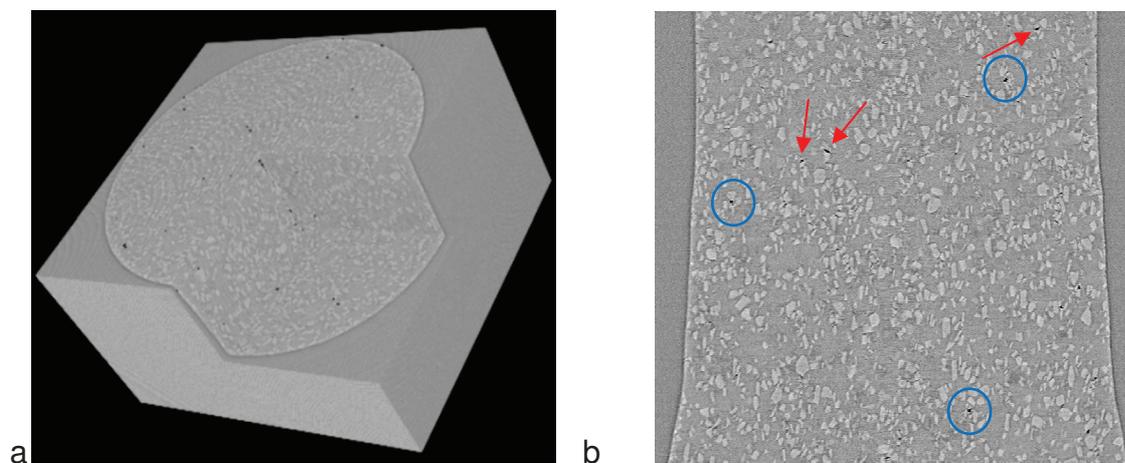


Abb. 5.3.13 AA6061+22%(Al₂O₃)_p, a) Tomogramm, b) Längsschnitt des Ausgangszustands [HUP07]

Neben den Poren sind vereinzelt ebenfalls herstellungsbedingte Partikelbrüche vorhanden (Abb. 5.3.13 b, rote Pfeile). Die Materialdefekte sind im Probenvolumen regellos verteilt. Die herstellungsbedingten Materialdefekte sind Ausgangspunkte für das Porenwachstum.

5.3.2.1 Porosität

Die Kriechkurven und die zeitabhängigen Porositätsentwicklungen zeigen bei allen Proben über den gesamten Kriechverlauf ein proportionales Verhalten zueinander (Abb. 5.3.14). Für die Vergleichbarkeit der Kurvenverläufe sind die Werte der Ausgangs- und Endporosität grafisch auf den Anfangswert der Dehnung und den Bruchdehnungswert der Kriechkurve gelegt.

Die Dehngeschwindigkeit der Probe B ($\sigma = 70\text{MPa}$, $T = 300^\circ\text{C}$) war im tertiären Bereich des Experiments höher als die für eine scharfe Abbildung benötigte Aufnahmezeit eines Tomogramms (Abb. 5.3.14 a). Daher war im tertiären Kriechstadium eine Auswertung der unscharfen Aufnahmen nicht möglich. Die sprunghaften Änderungen der Dehnwerte in der Kriechkurve der Probe E ($\sigma = 190\text{MPa}$, $T = 200^\circ\text{C}$) sind Messartefakte, die ihre Ursache in Fehlfunktionen des Rotationstisches des Messaufbaus an der Beamline ID15A während der in-situ Messung haben (Abb. 5.3.14 d).

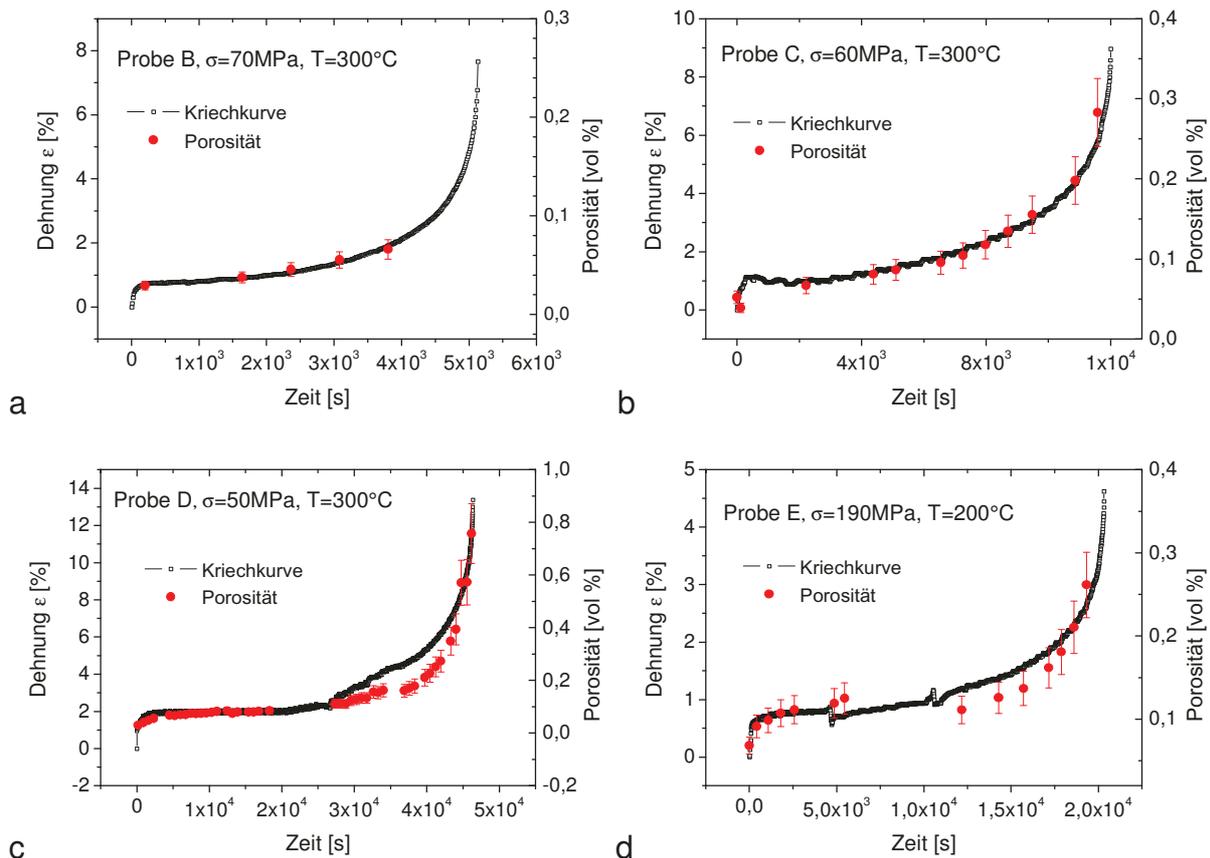


Abb. 5.3.14 Vergleich der Porositätsentwicklungen und Kriechkurven, a) Probe B, b) Probe C, c) Probe D, d) Probe E

Den Vergleich der Dehnrates $\dot{\epsilon}$ mit der Wachstumsrate der Porosität zeigt Abb. 5.3.15 in der Auftragung als Funktionen der normierten Kriechzeit. Für die Vergleichbarkeit der Kurvenverläufe werden die minimale Kriechrate und die minimale Porenwachstumsrate sowie die Dehnrates und die Porenwachstumsrate zum Zeitpunkt des Kriechbruchs grafisch übereinandergelegt. Bei allen Proben durchläuft nach anfänglich hoher Wachstumsrate die Porosität ebenso wie die Dehnrates $\dot{\epsilon}$ ein Minimum und steigt nachfolgend bis zum Bruch der Proben an. Für den Vergleich der Wachstumsraten der Porosität aller Experimente sind die Kurvenverläufe über die normierte Kriechzeit in einem Diagramm aufgetragen (Abb. 5.3.16).

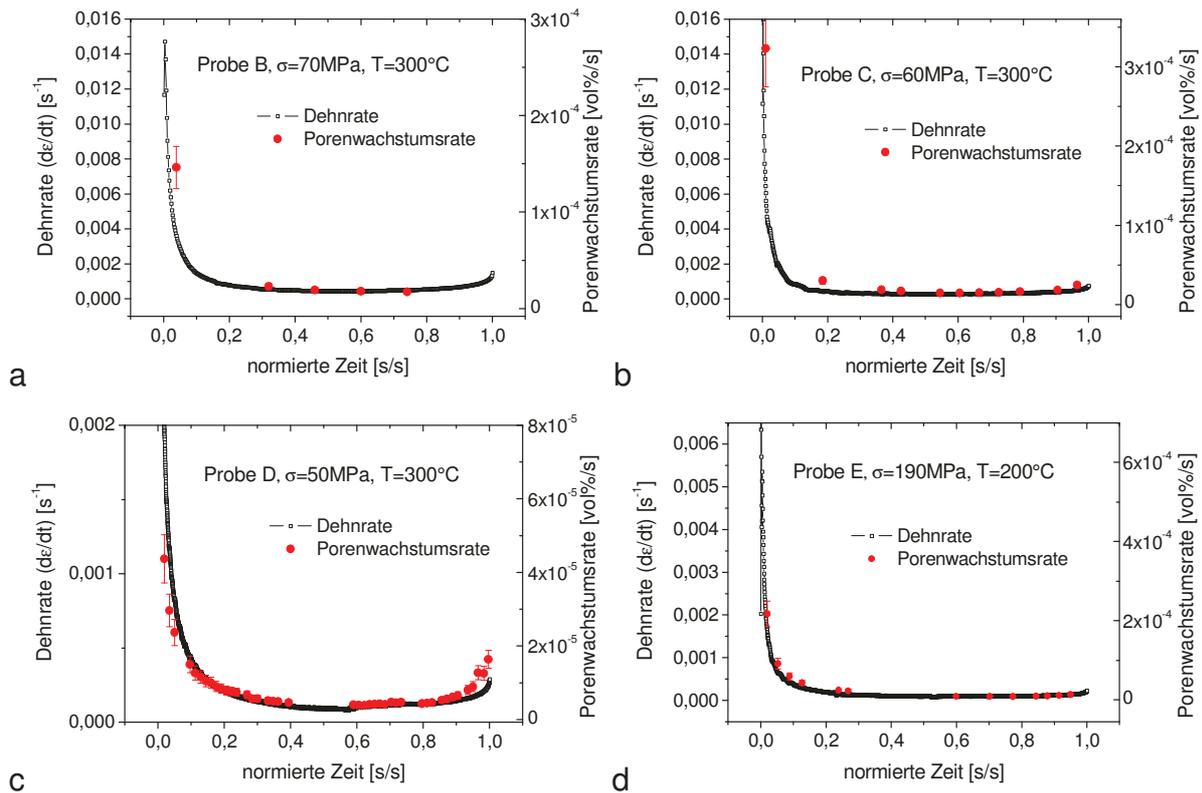


Abb. 5.3.15 Dehnrate und Wachstumsrate der Porosität als Funktionen der normierten Kriechzeit, a) Probe B, b) Probe C, c) Probe D, d) Probe E

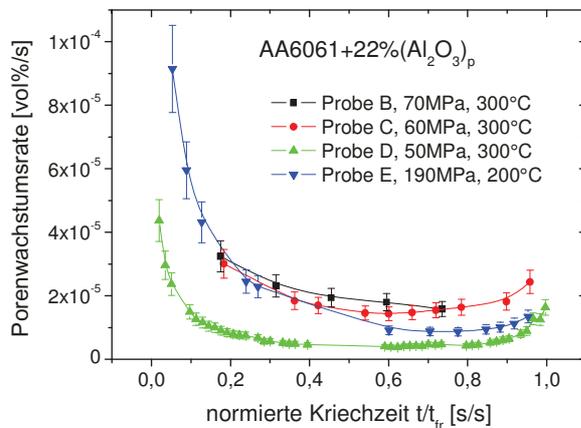


Abb. 5.3.16 Vergleich der Wachstumsraten der Porosität aller Proben

Ebenso wie die Dehnraten weisen die Porenwachstumsraten des Al-basierten MMCs im Vergleich zum Werkstoff Titan+15%(SiC)_p im Bereich des Minimums ein breiteres Plateau auf (vgl. Abschnitt 5.3.1.1, Abb. 5.3.4, Abb. 5.3.5). Das Minimum der Wachstumsrate der Porosität der Probe D ($\sigma = 50\text{MPa}$, $T = 300^\circ\text{C}$) liegt bei ca. $0,5t_{fr}$ und der Probe C ($\sigma = 60\text{MPa}$, $T = 300^\circ\text{C}$) bei ca. $0,6t_{fr}$. Probe E erreicht das Minimum bei ca. $0,8t_{fr}$. Die Lage des Minimums der Wachstumsrate der Porosität ist folglich spannungs- und/ oder temperaturabhängig. Mit geringerer Spannung und/ oder höherer Temperatur erfolgt die Verschiebung des Minimums der Wachstumsrate zu früheren Kriechzeitpunkten hin. Das Maß des Einflusses der mechanischen Belastung bzw. der Temperatur kann anhand der Daten nicht bestimmt werden.

5.3.2.2 Porenbildung und Porenwachstum

Auf der Basis von Probe D werden die zeitabhängigen Entwicklungen der Porenanzahl und der Porengröße exemplarisch betrachtet, die diese für alle anderen Experimente ähnlich verlaufen (Abb. 5.3.17). Die entsprechenden Diagramme der Proben B, C und E finden sich im Anhang (Abb. A9). Die Anzahl kleiner Poren mit einer Größe <30 voxel wächst bei allen Experimenten im gesamten Kriechverlauf stetig, d.h. es erfolgt bis zum Versagen der Kriechproben eine ständige Neubildung kleiner Poren. Weiterhin ist bis zum letzten Viertel der Kriechverläufe die Zunahme mittelgroßer Poren (30-1000 voxel) zu beobachten. Im letzten Viertel der Kriechversuche nimmt die Anzahl großer Poren (>1000 voxel) zu und die Anzahl mittelgroßer Poren ab. Die Porengröße der Experimente von Probe D und E wächst im letzten Viertel exponentiell (Abb. 5.3.17, roter Pfeil, Abb. A9, Anhang).

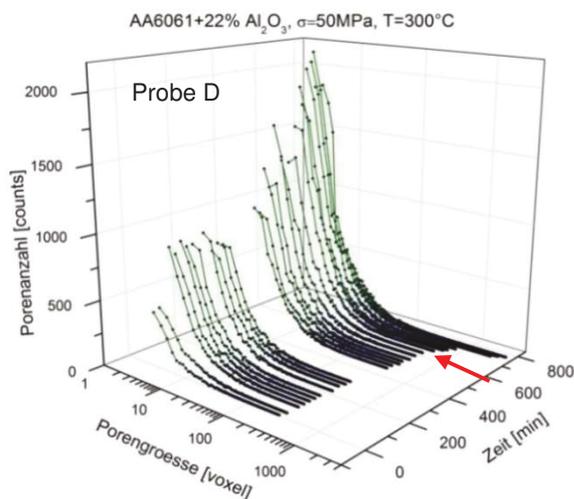


Abb. 5.3.17 Poreanzahl vs. Porengröße als Funktion der Zeit, Probe D

Wie in Abschnitt 5.3.1.2 werden nachfolgend die Entwicklungen der Porenbildung und des Porenwachstums sowie die jeweils zugrundeliegenden mikrostrukturellen Mechanismen zeitabhängig über die gesamte Kriechzeit betrachtet. Für Probe B liegen keine Messdaten nach $0,7t_{fr}$ vor. Auf der linken Seite zeigt Abb. 5.3.18 die Zeitabhängigkeit der Porenbildung anhand der Poreanzahlen der in Abb. 5.3.1 festgelegten Porengeometrien und deren Summe als Gesamtporeanzahl. Auf der rechten Seite der Abbildung ist entsprechend die Entwicklung des Porenwachstums anhand der Porenvolumina dargestellt. Da die Porenvolumina der Probe B das ca. 10-fache der Volumina der anderen Proben betragen, wurde für die Vergleichbarkeit die logarithmische Darstellung gewählt.

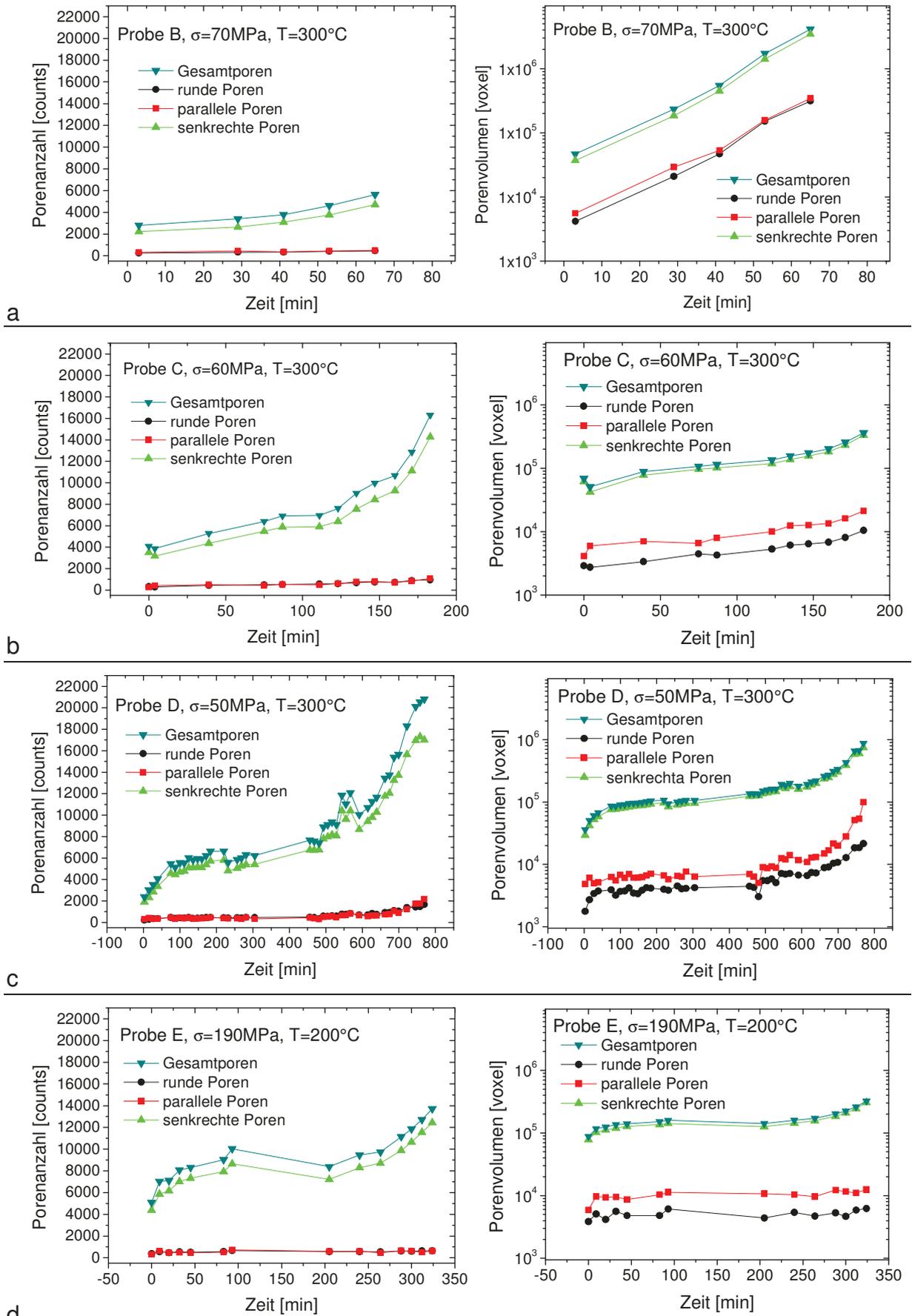


Abb. 5.3.18 Porenbildung und Porenwachstum, a) Probe B, b) Probe C, c) Probe D, d) Probe E

Die zeitabhängige Entwicklung der Gesamtporenanzahl, des Gesamtporenvolumens sowie die Anzahlen und Volumina der drei Porengeometrien/ -orientierungen verläuft mit einer Ausnahme bei allen Proben bis zum Kriechbruch kontinuierlich ansteigend. Diese Ausnahme bilden bei der Probe E die sphärischen bzw. parallel orientierten Poren, deren Porenanzahlen und -volumina im Bereich der Fehlergrenzen über den Kriechverlauf hinweg in etwa konstant bleiben. Bereits im Ausgangszustand ist die Anzahl senkrecht zur Belastungsrichtung orientierter Poren in etwa um den Faktor 10 höher als die Anzahl sphärischer bzw. parallel orientierter Poren. Die Anzahlen der beiden letztgenannten Porengeometrien liegen etwa in der gleichen Größenordnung. Das Volumen der senkrecht zur Belastungsrichtung orientierten Poren ist bereits im Ausgangszustand um das ca. 25-fache größer als das Volumen der sphärischen Poren und um das ca. 12-fache als das der parallel orientierten Poren. Mit geringerer Spannung nehmen bei gleichbleibender Temperatur $T = 300^\circ\text{C}$ die kurz vor dem Kriechbruch erreichte Porenanzahl, das Porenvolumen insgesamt sowie das der einzelnen Porengeometrien/ -orientierungen zu (Abb. 5.3.18 a-c). Eine Ausnahme bilden die Porenvolumina der Probe B, die bereits bei $0,7t_{fr}$ um das 5 bis 10-fache größer sind, als von den Proben C und D kurz vor dem Kriechbruch. Die Kurvenverläufe der Gesamtporenanzahl, des Gesamtporenvolumens sowie der senkrechten Poren entwickeln sich bei allen Proben über den gesamten Kriechverlauf sowohl quantitativ als auch qualitativ nahezu deckungsgleich. Die Porenbildung und das Porenwachstum werden demnach im Wesentlichen von dem Mechanismus der Oberflächendiffusion bestimmt; der Einfluss der Korngrenzendiffusion und des Versetzungskriechens der Matrix ist gering. Es sei hier im Vorgriff auf im weiteren Verlauf der Arbeit dargestellte Ergebnisse erwähnt, dass sich für Probe E aus diesen Ergebnissen ohne die Kenntnis der tomographischen Visualisierung schließen ließe, dass die Oberflächendiffusion ebenfalls der vorherrschende Mechanismus für die Porenbildung und das -wachstum sei. Dieses trifft jedoch nicht zu. Partikelbrüche und deren Spaltbreitenwachstum senkrecht zur Belastungsrichtung sind hierfür ursächlich, wie in den Abschnitten 5.4.2 und 6.4.3 näher erörtert wird.

Wie in Abschnitt 5.3.1.2 ist aufgrund der Ergebnisse aus Abb. 5.3.18 eine Überprüfung angezeigt, ob sich vergleichbar zum Werkstoff Titan+15%(SiC)_p die Steigerung der durchschnittlichen Porengröße gleichermaßen auf alle Porengeometrien/ -orientierungen verteilt oder ob das Wachstum der einzelnen Porengeometrien/ -orientierungen unterschiedlich erfolgt. Dafür werden die Zeitabhängigkeit der durchschnittlichen Gesamtporengröße und die durchschnittliche Porengröße der drei Porengeometrien/ -orientierungen betrachtet (Abb. 5.3.19).

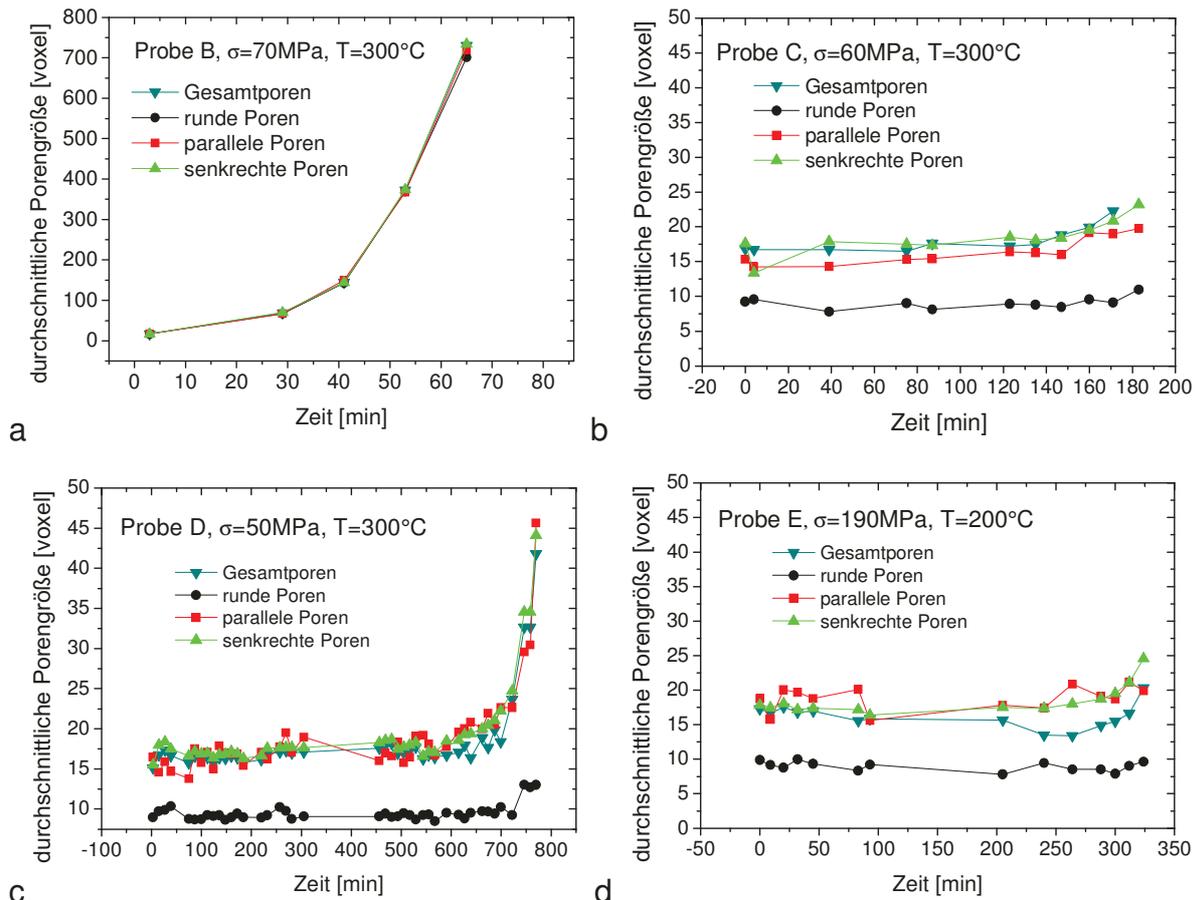


Abb. 5.3.19 Vergleich der durchschnittlichen Gesamtporengröße und der durchschnittlichen Porengröße der einzelnen Porengeometrien/ -orientierungen, a) Probe B, b) Probe C, c) Probe D, d) Probe E

Probe B besitzt im Vergleich zu den Proben C, D und E einen ungewöhnlichen Verlauf der durchschnittlichen Porengrößen sowohl bei den einzelnen Porengeometrien/ -orientierungen als auch deren Summe. Zum einen steigen die durchschnittlichen Porengrößen von Beginn her exponentiell an. Zum anderen erreichen die durchschnittlichen Porengrößen des letzten Messwertes bei $0,7t_{fr}$ Werte von ca. 750voxel. Damit sind sie ca. 17- bzw. 37-mal größer als die durchschnittlichen Porengrößen der Probe D, Probe C und Probe E kurz vor dem Kriechbruch. Ursache dafür sind große Porenvolumina bei gleichzeitig geringer Porenanzahl. Bei den Proben C, D und E sind die durchschnittlichen Porengrößen im Rahmen der Fehlergrenzen bis zum letzten Viertel der gesamten Kriechzeit konstant und nehmen anschließend beinahe alle zu. Ausnahmen sind die sphärischen Poren mit einer konstanten durchschnittlichen Größe von ca. 10voxel und bei der Probe E die parallelen Poren mit einer Größe von konstant 20voxel. Bei diesen beiden Ausnahmen liegt ein Gleichgewicht der Entwicklung von Porenanzahl und Porenwachstum vor. Bei einer Verringerung der Spannung von 60MPa auf 50MPa und konstanter Temperatur $T = 300^\circ\text{C}$ verdoppeln sich kurz vor dem Kriechbruch die mittleren Porengrößen der Gesamtporen sowie der senkrechten und parallelen Poren (Abb. 5.3.19 b, c). Die durchschnittlichen Porengrößen sind demnach spannungsabhängig.

5.3.2.3 Wachstumsfunktion der Porenbildung

In den frühen Kriechstadien weisen die Porenanzahlen in der Auftragung als Funktion der Dehnung als Maß der Porenbildung für alle untersuchten Proben einen linearen Zusammenhang $y = A + B \cdot x$ auf (Abb. 5.3.20 a-d). Für die Probe B sind lediglich die frühen Kriechstadien dargestellt, da in den späteren Kriechstadien keine Messwerte ermittelt werden konnten (Abb. 5.3.20 a). Für die Probe C sind alle Messwerte der frühen und späteren Kriechstadien in einem Diagramm zusammengefasst, da sich die experimentellen Daten über den gesamten Kriechverlauf mit den identischen Proportionalitätsfaktoren B anpassen lassen (Abb. 5.3.20 b, Tabellen A9, A10, Anhang). Die Porenbildung in den Proben D und E ist in den Abbildungen 5.3.20 c und d auf der linken Seite in den frühen und auf der rechten Seite in den späteren Kriechstadien veranschaulicht. Die Proben D und E besitzen in den frühen Kriechstadien ihrer Kriechkurven experimentell bedingte Artefakte. Die Dehnung der Probe D zeigt zu Beginn des sekundären Stadiums über einen weiten Kriechzeitbereich nur einen sehr geringfügigen Anstieg. Während der Dehnungswert nahezu konstant $\varepsilon = 2\%$ beträgt, nimmt die Porenanzahl zu (Abb. 5.3.14 c). Die Porenbildung der frühen Kriechstadien setzt sich in den späteren Kriechstadien zunächst linear fort, jedoch mit größerer Steigung. Zum Kriechbruch hin geht die Entwicklung der Porenbildung von einer linearen Funktion in eine beschränkte Wachstumsfunktion über (Abb. 5.3.20 c, Tabelle A10, Anhang). Bei Probe E führen in den frühen Kriechstadien sprunghafte Änderungen in der Kriechkurve (Abb. 5.3.14 d) zu einer Anhäufung von Messwerten bei dem Dehnungswert von $\varepsilon = 0,75\%$ (Abb. 5.3.20 d, links). Die Porenbildung in der Probe E bleibt in den späteren Kriechstadien nach wie vor linear. Bei allen Proben ist die Oberflächendiffusion sowohl in den frühen als auch in den späteren Kriechstadien der bestimmende Mechanismus für die Porenbildung (Tabellen A9, A10, Anhang). Die Porenbildung in den frühen und späteren Kriechstadien ist abhängig von der Spannung und der Temperatur und kann anhand der Proportionalitätsfaktoren B der linearen Anpassungsfunktionen grafisch veranschaulicht werden (Abb. 5.3.21). Die Werte der ermittelten Fit-Parameter für die Geradensteigungen sind in den Tabellen A9 und A10 im Anhang zusammengefasst. Da lediglich in der Probe D die Porenbildung zum Kriechbruch hin in eine beschränkte Wachstumsfunktion übergeht, kann diese mit den anderen Proben grafisch nicht verglichen werden.

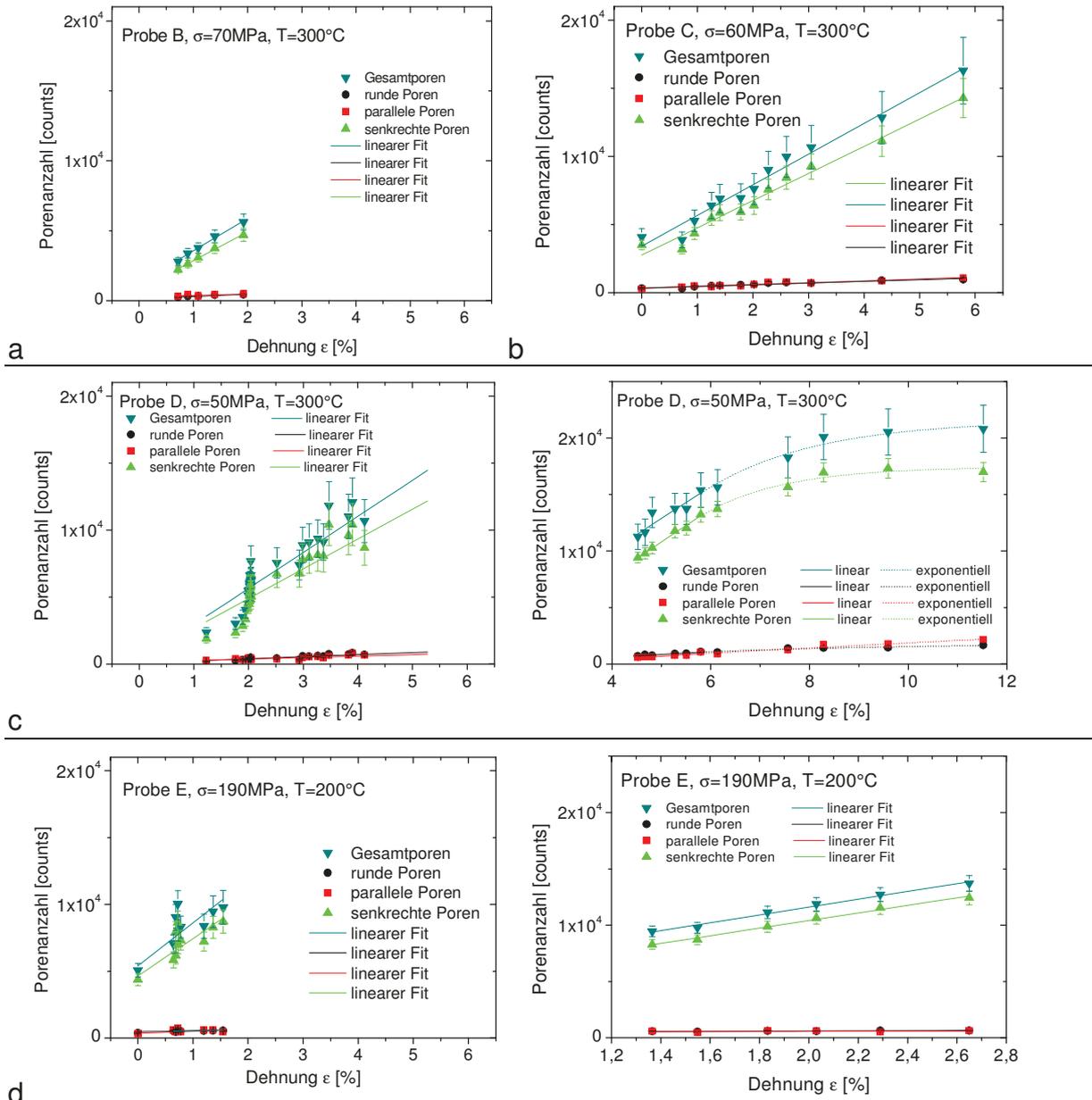


Abb. 5.3.20 Darstellung der Porenanzahl als Funktion der Dehnung, a) Probe B, b) Probe C, c) Probe D, d) Probe E

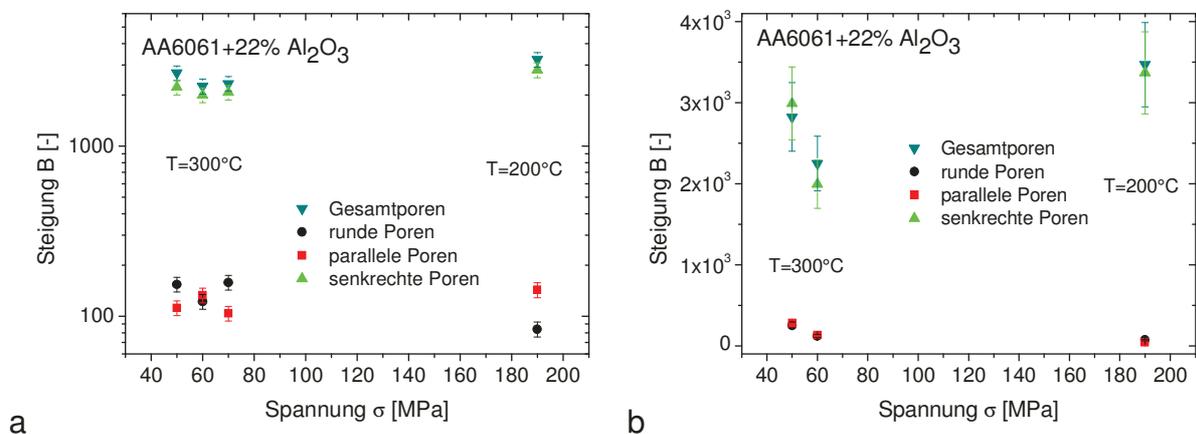


Abb. 5.3.21 Graphische Darstellung der durch Fitten ermittelten Geradensteigungen der Entwicklung der Porenanzahl, a) frühe Kriechstadien, b) spätere Kriechstadien

In den frühen Kriechstadien liegen die Werte der Proportionalitätsfaktoren B der Experimente mit der Versuchstemperatur $T = 300^\circ\text{C}$ und den Versuchsspannungen $\sigma = 70, 60, 50\text{MPa}$ für alle Porengeometrien/ -orientierungen im Rahmen der erweiterten Messunsicherheit $U_{E,ges}$ in der gleichen Größenordnung. Im Vergleich dazu sind bei der Versuchstemperatur $T = 200^\circ\text{C}$ und der Spannung $\sigma = 190\text{MPa}$ die Steigungen für die Gesamtporenanzahl, die parallelen sowie senkrechten Poren tendenziell etwas höher, für die sphärischen Poren dagegen niedriger. Jedoch befinden sich diese Werte ebenfalls noch im Rahmen der Messabweichung, dabei liegen mit einer Ausnahme die unteren Genauigkeitswerte der Probe E stets nahe der oberen Genauigkeitswerte der Proben B-D (Tabelle A9, Anhang). Die Ausnahme bilden die sphärischen Poren. Der Mechanismus der Korngrenzendiffusion findet bei geringerer Temperatur und höherer Spannung signifikant geringer statt. Außerhalb dieser Ausnahme kann aus den Ergebnissen demzufolge keine Spannungs- oder Temperaturabhängigkeit der mikrostrukturellen Mechanismen sowie der Entwicklung der Gesamtheit aller Mechanismen für die Porenbildung abgelesen werden. In den späteren Kriechstadien zeigen sich im Gegensatz zu den frühen Kriechstadien deutlichere Abhängigkeiten: So führt bei der Temperatur $T = 300^\circ\text{C}$ eine Spannungserhöhung um $\Delta\sigma = 10\text{MPa}$ zu einer Verringerung aller Mechanismen der Porenbildung. Bei weiterer Spannungssteigerung und gleichzeitiger Absenkung der Temperatur auf $T = 200^\circ\text{C}$ nimmt die Porenbildung durch die Oberflächendiffusion zu, während die Porenbildung durch die Korngrenzendiffusion und das Versetzungskriechen der Matrix abnimmt. Die Porenbildung in den späteren Kriechstadien ist demnach ebenfalls sowohl spannungs- als auch temperaturabhängig.

5.3.2.4 Wachstumsfunktion des Porenvolumens

Das Porenwachstum für Probe B kann lediglich in den frühen Kriechstadien analysiert werden, da in den späteren Kriechstadien keine tomographischen Daten vorliegen (Abb. 5.3.22 a). Für die Proben B, C, D und E kann die Entwicklung des Porenwachstums in den frühen und späteren Kriechstadien untersucht werden (Abb. 5.3.22 b-d). In den frühen Kriechstadien findet das Porenwachstum in der Probe B für alle Mechanismen exponentiell statt (Abb. 5.3.22 a, links). Für die Proben C, D und E stellt sich in den frühen Kriechstadien mit einer Ausnahme für alle Mechanismen dagegen ein nach oben beschränktes Porenwachstum ein (Abb. 5.3.22 b-d, links). Die Ausnahme bilden in der Probe E die Mechanismen der Oberflächendiffusion und des Versetzungskriechens der Matrix, die einer linearen Porenwachstumsfunktion folgen.

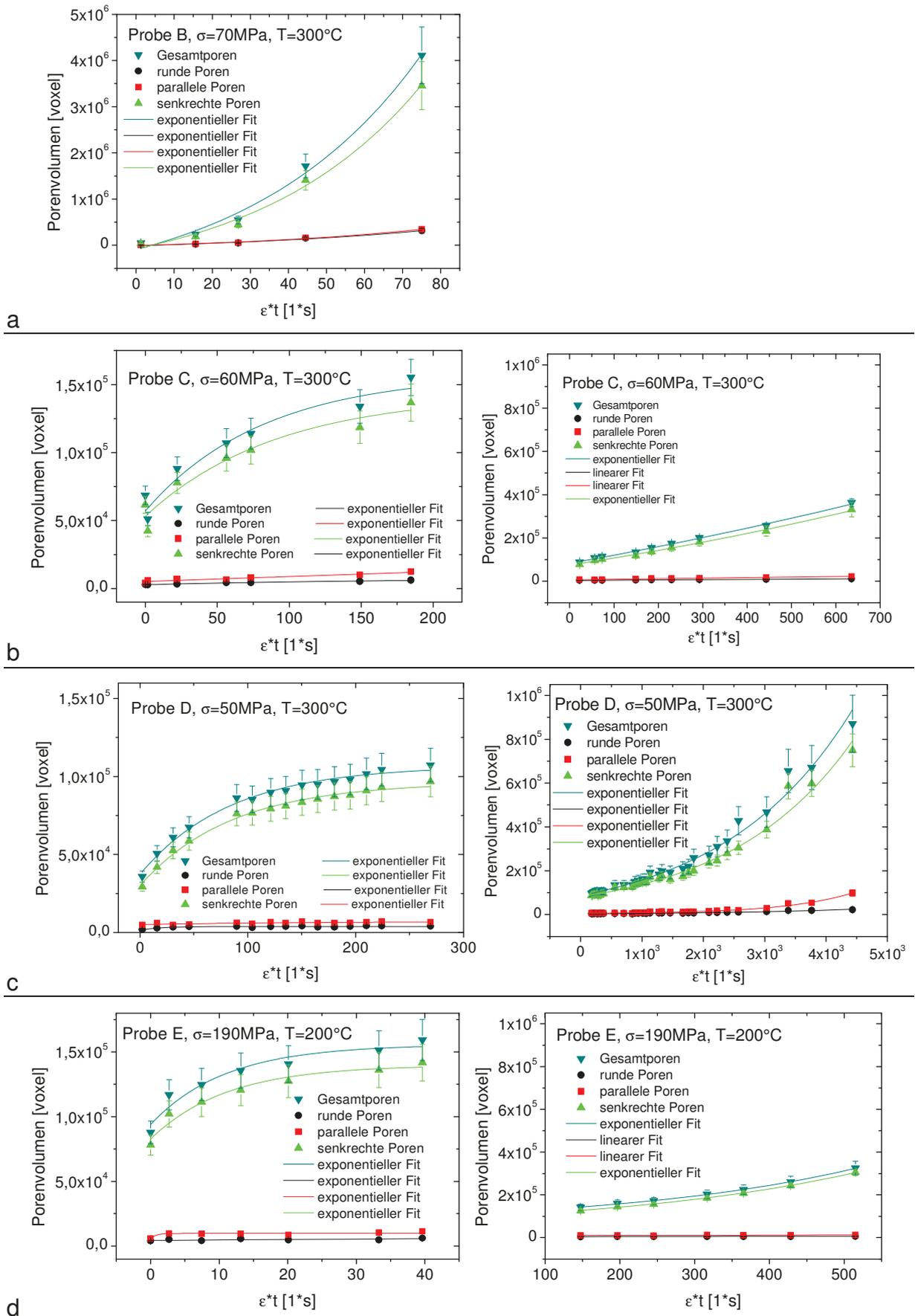


Abb. 5.3.22 Porenwachstum, links: frühe Kriechstadien, rechts: spätere Kriechstadien, a) Probe B, b) Probe C, c) Probe D, d) Probe E

In den späteren Kriechstadien lassen sich die Kurvenverläufe des Gesamtporenvolumens aller Experimente durch eine exponentielle Wachstumsfunktion anpassen. Die Entwicklungen der einzelnen Porengeometrien/ -orientierungen unterliegen jedoch durchaus unterschiedlichen Wachstumsfunktionen $f(p)$. Im Experiment der Probe C folgt das Wachstum der senkrechten Poren einer exponentiellen Funktion, das der parallelen und sphärischen Poren dagegen einer linearen Funktion (Abb. 5.3.22 b, rechts). Für Probe D zeigen indessen alle mikrostrukturellen Mechanismen einen exponentiellen Wachstumsverlauf (Abb. 5.3.22 c, rechts). Im Vergleich aller Proben weist einzig Probe B bereits in den frühen Kriechstadien eine Entwicklung des Porenwachstums auf, das von den Proben C und D erst in den späteren Kriechstadien erreicht wird. Die Skalierung der Ordinate des Diagramms in Abb. 5.3.22 a, linke Seite veranschaulicht das deutlich gesteigerte Porenwachstum innerhalb der Probe B verglichen mit den Entwicklungen in den Proben C und D (Abb. 5.3.22 b, c, rechts). Für Probe E sind die Kurvenverläufe der Mechanismen des Porenwachstums durch Korngrenzendiffusion und durch Versetzungskriechen linear (Abb. 5.3.22 d, links). Beide Mechanismen haben einen schwachen Einfluss auf das Porenwachstum und unterliegen zudem starken Schwankungen. Die senkrechten Poren weisen einen exponentiellen Kurvenverlauf auf, der, wie bereits oben erwähnt wurde, nicht dem Mechanismus der Oberflächendiffusion sondern dem Spaltbreitenwachstum von Partikelbrüchen zugeschrieben werden kann. Für alle Proben sind über den gesamten Kriechverlauf die senkrechten Poren, die den Mechanismus der Korngrenzendiffusion oder des Spaltbreitenwachstums charakterisieren, bestimmend für den Entwicklungsverlauf der Gesamtporen. Dieses ergibt sich einerseits aus den nahezu deckungsgleichen Funktionsverläufen (Abb. 5.3.22) und andererseits aus der grafischen Darstellung der Fit-Parameter (Abb. 5.3.23), die in den Tabelle A11 und A12 (Anhang) zusammengefasst sind. Die Wachstumsprozesse lassen sich in Abhängigkeit von der Spannung und der Temperatur in den frühen und späteren Kriechstadien anhand der Fitergebnisse veranschaulichen (Abb. 5.3.23). In den frühen Kriechstadien nehmen bei der Versuchstemperatur $T = 300^\circ\text{C}$ alle Wachstumsmechanismen mit steigender Spannung zu. Mit höherer Spannung $\sigma = 190\text{MPa}$ und abnehmender Temperatur $T = 200^\circ\text{C}$ verringert sich das Porenwachstum signifikant (Probe E). Das Porenwachstum in den frühen Kriechstadien ist demzufolge spannungs- und temperaturabhängig (Abb. 5.3.23 a). In den späteren Kriechstadien ist aus dem Anstieg der Wachstumskonstanten $1/t_1$ der exponentiellen Fit-Funktionen abzuleiten, dass mit höherer Spannung bei konstanter Temperatur bzw. geringerer Temperatur das Porenwachstum zunehmend durch die Prozesse der Oberflächendiffusion bzw. das Spaltbreitenwachstum von Partikelbrüchen bestimmt ist (Abb. 5.3.23 b, links). Dem entgegengesetzt verhalten sich die Mechanismen der Oberflächendiffusion und des Versetzungskriechens: Die Erhöhung der Spannung einerseits und weiterhin eine zusätzliche Absenkung der Temperatur andererseits führen zu einer Verminderung dieser beiden Wachstumsprozesse. Die Wachstumsfunktionen wechseln von exponentiellen

zu linearen Funktionen, deren Steigung zudem kleiner wird (Abb. 5.3.23 b, rechts). Sowohl für die exponentiellen als auch für die linear ablaufenden Prozesse kann aus den Ergebnissen der jeweilige Anteil des Spannungs- bzw. Temperatureinflusses nicht abgeleitet werden.

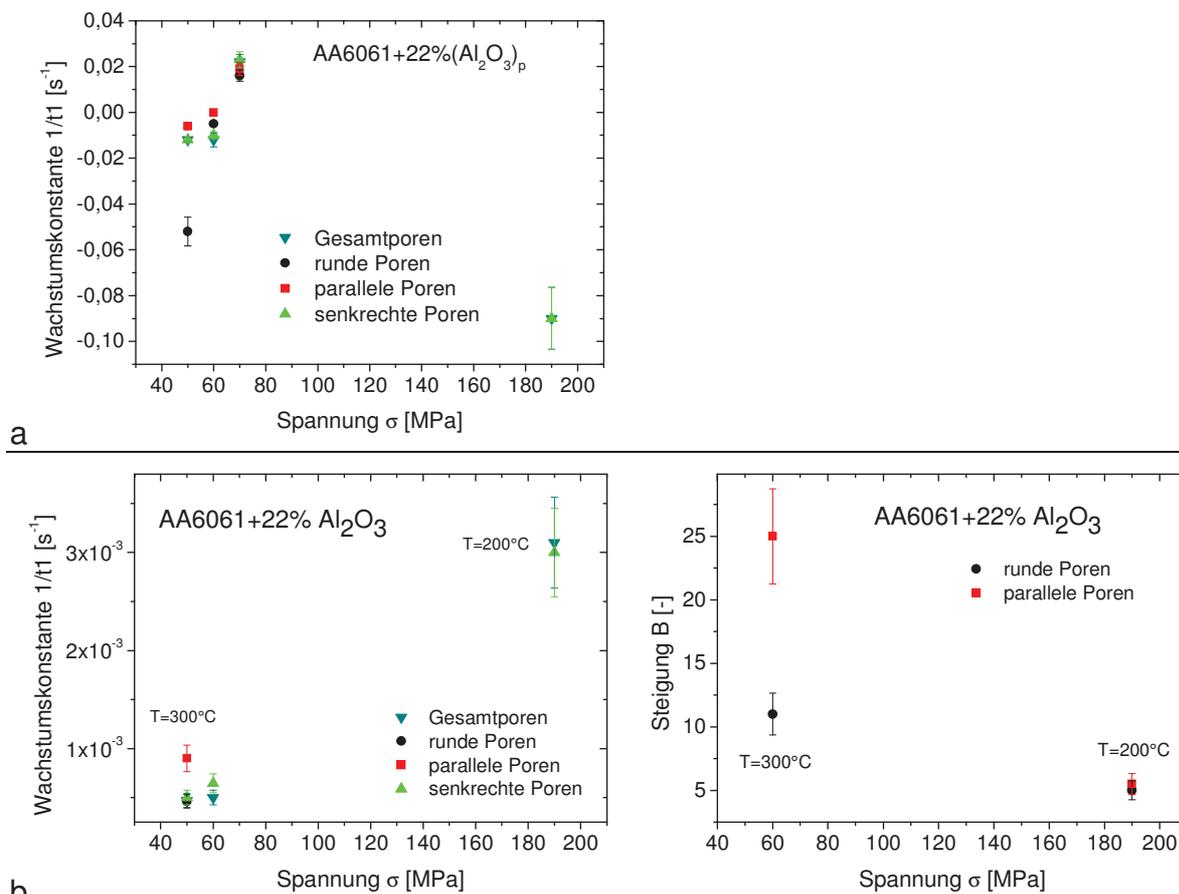


Abb. 5.3.23 Graphische Darstellung der Fit-Parameter für das Porenwachstum, a) frühe Kriechstadien, b) spätere Kriechstadien

5.3.3 AE42+10% (Saffil[®])_f+10% (SiC)_p

Die mittels Tomographie bestimmte Ausgangsporosität der gemessenen Proben des MMCs AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p liegt bei einem Mittelwert von 3,7vol-% ±0,6 (Standardabweichung). Die herstellungsbedingten Poren finden sich überwiegend an Verstärkungs-Clustern. In den oberflächennahen Randbereichen zeigen sich quer zur Längsrichtung liegende Fasern, die durch die spanabhebende Herstellung der Miniaturkriechproben mehrfach gebrochen sind (vgl. Abschnitt 5.4.3). Für die tomographische Auswertung wurden aus den zehn am Synchrotron durchgeführten Experimenten drei ausgewählt. Die Auswahlkriterien waren eine genügend lange Kriechzeit mit einer charakteristischen Kriechkurve, eine Mindestanzahl auswertbarer Tomogramme sowie ein möglichst im Experiment erfolgter Kriechbruch. Diese Kriterien wurden von den Proben 5 ($\sigma = 40\text{MPa}$, $T = 300^\circ\text{C}$), 6 ($\sigma = 45\text{MPa}$, $T = 300^\circ\text{C}$) und 10 ($\sigma = 45\text{MPa}$, $T = 270^\circ\text{C}$) erfüllt, wobei Probe 10 nicht im Experiment gebrochen ist.

Der Längsschnitt durch den Ausgangszustand der Kriechprobe 5 zeigt die regellose Orientierung sowie die diskontinuierliche Verteilung der Kurzfaser- und Partikelverstärkungen (Abb. 5.3.24).

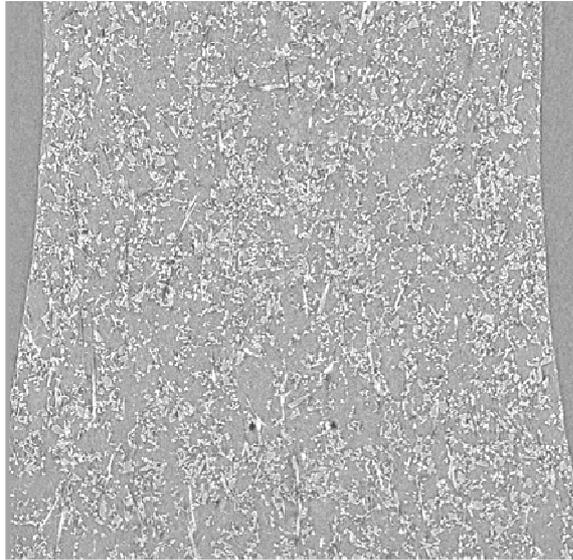


Abb. 5.3.24 Längsschnitt der tomographischen Abbildung des Ausgangszustandes, Probe 5

5.3.3.1 Porosität und Faserbruch

Die grafische Darstellung der tomographisch ermittelten Porositäten mit den Kriechkurven in einem Diagramm zeigen, dass die Porositäten Werte zwischen 4-6vol% annehmen und ebenso wie die Kriechkurven zeitabhängig ansteigende Verläufe besitzen. Die Porosität von Probe 5 weist im Kriechverlauf eine nach oben beschränkten Wachstumsfunktion auf (Abb. 5.3.25 a). Die Entwicklung der Porositäten der Proben 6 und 10 sind den jeweiligen Kriechkurvenverläufen proportional (Abb. 5.3.25 b, c). Die Darstellung ist derart gewählt, dass eine möglichst gute Anpassung der Porositätswerte an die Kriechkurve im sekundären Stadium erreicht werden kann.

Die Funktionsgraphen der Porenwachstumsrate und der Dehnratenkurve der Proben zeigen im Wesentlichen regressive Verläufe, folgen jedoch unterschiedlichen Funktionsgleichungen und sind demnach nicht proportional zueinander (Abb. 5.3.26). Während die Dehnraten für Probe 5 und 6 kurz vor dem Kriechbruch überproportional ansteigen, verlaufen die Wachstumsraten der Porosität bis zum Kriechbruch regressiv (Abb. 5.3.26 a, b). Für Probe 10, deren Daten nicht bis zum Kriechbruch vorliegen, bleiben die Funktionsverläufe der Dehnraten und der Porenwachstumsrate bis zum Ende des Kriechexperiments regressiv (Abb. 5.3.26 c).

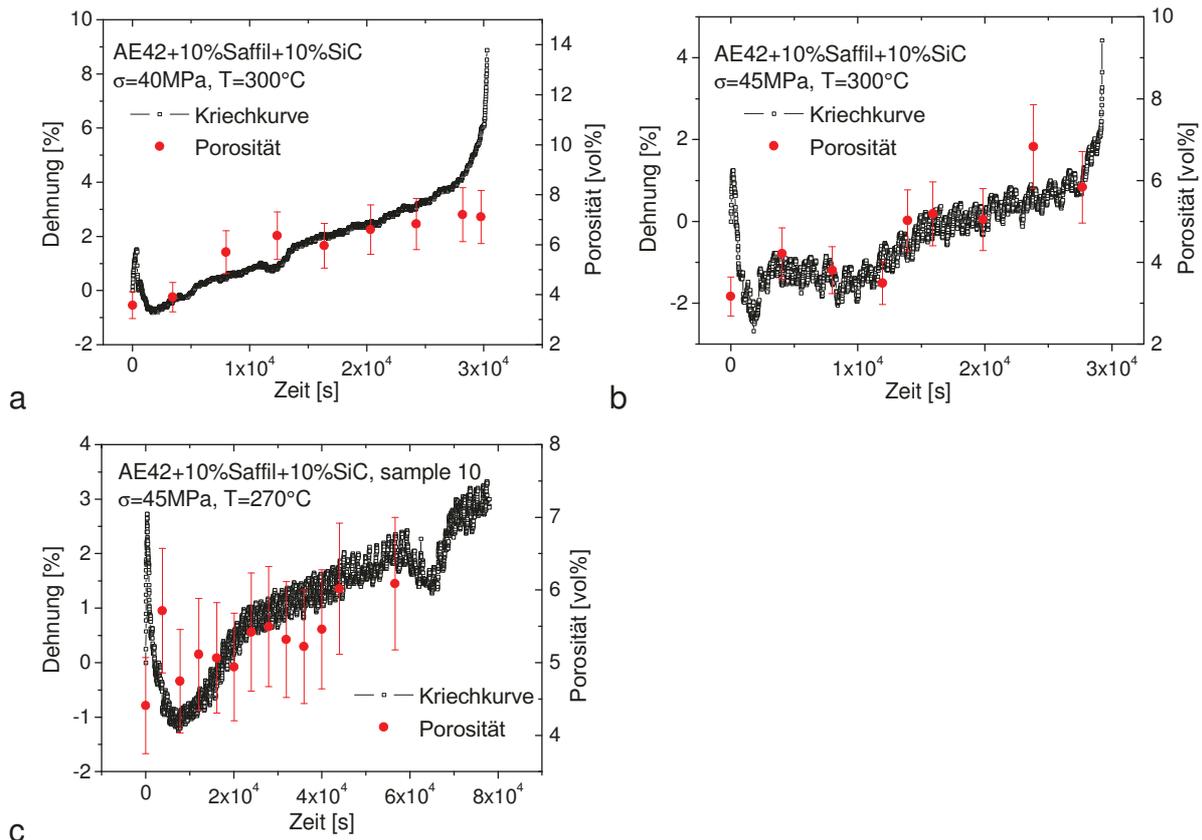


Abb. 5.3.25 Vergleich der Porositätsentwicklungen und Kriechkurven, a) Probe 5, b) Probe 6, c) Probe 10

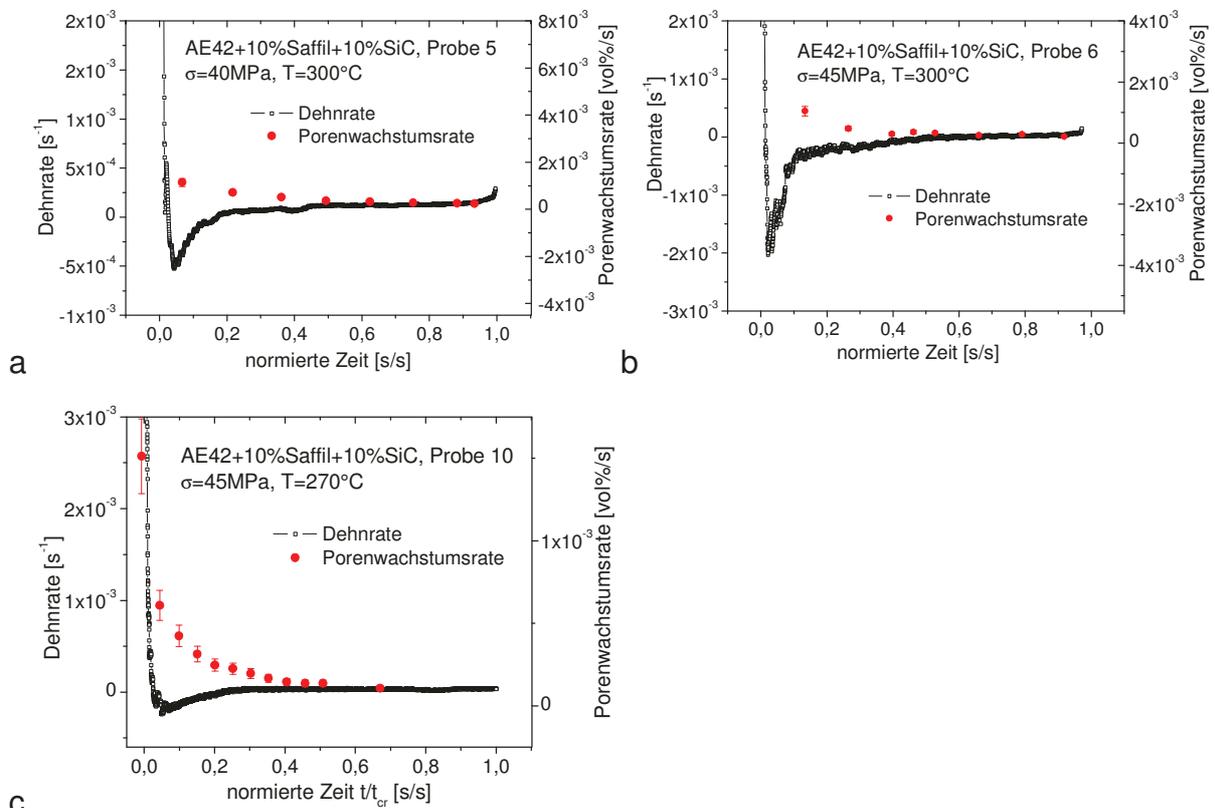


Abb. 5.3.26 Dehn- und Porenwachstumsrate als Funktion der normierten Zeit t/t_{cr} , a) Probe 5, b) Probe 6, c) Probe 10

Die vergleichende Gegenüberstellung der Porenwachstumsraten aller drei Proben als Funktion der normierten Kriechzeit t/t_{fr} verdeutlicht die asymptotisch gegen ein Minimum strebenden Wachstumsraten (Abb. 5.3.27). Für die Normierung der Kriechzeit der Probe 10 wurde die Lebensdauer gemäß Monkman-Grant-Beziehung extrapoliert [DUN99]. Die Funktionsverläufe charakterisieren ein Stagnieren des Porenwachstums im Kriechverlauf. Demnach muss ein anderer Mechanismus vorhanden sein, der die zunehmende Kriechdehnung bestimmt.

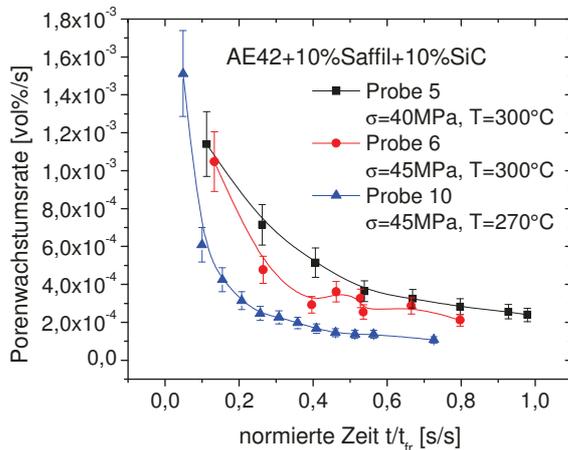


Abb. 5.3.27 Vergleich der Wachstumsraten der Porosität, Probe 5, 6 und 10

Bei der optischen Analyse der Tomogramme wurde festgestellt, dass eine Anzahl von Fasern, die parallel oder in einem bestimmten Winkel zur Belastungsrichtung liegen, bei der Lastaufbringung oder im Kriechverlauf brechen. Die Bruchflächen liegen im Wesentlichen senkrecht zur Faserachse. Auf die Entstehung der Bruchstellen wird später detaillierter eingegangen (vgl. Abschnitt 5.4.3). Die Spalte zwischen den Bruchstellen klaffen im Laufe des Kriechexperiments immer weiter auseinander. Längsschnitte einer solchen Bruchstelle am Beispiel von Probe 5 zu den Zeiten $0,35t_{fr}$ (Abb. 5.3.28 a) und $0,98t_{fr}$ (Abb. 5.3.28 b) verdeutlichen die zeitabhängige Entwicklung.

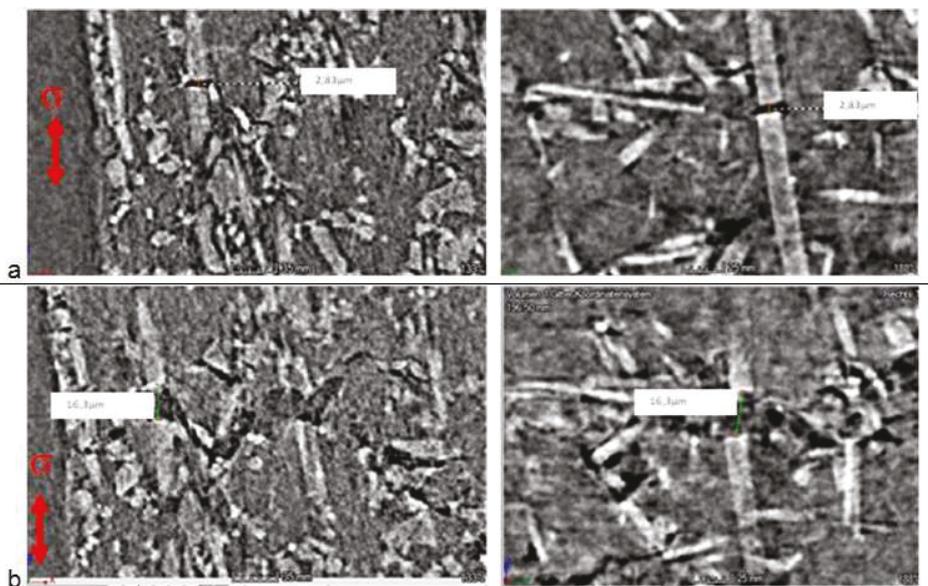


Abb. 5.3.28 Faserbruch, Probe 5, links: frontal, rechts: sagittal, a) $0,35t_{fr}$, b) $0,98t_{fr}$

Die linke und rechte Seite in den Abbildungen zeigen zwei senkrecht zueinander stehende Längsschnittebenen. Im Vergleich der Schnittebenen ist zu erkennen, dass zu dem Zeitpunkt $0,35t_{fr}$ ein lokaler Faserbruch vorliegt, der eine Spaltbreite von $2,8\mu\text{m}$ besitzt. Kurz vor dem Bruch der Probe ($0,98t_{fr}$) beträgt die Spaltbreite $16,3\mu\text{m}$. Durch das Zusammenwachsen mit benachbarten Mikrorissen hat sich der Spalt senkrecht zur Belastungsrichtung ausgebreitet. Für die Überprüfung des Beitrages der Faserbrüche zur Kriechdehnung wurde die zeitabhängige Entwicklung der Spaltbreiten von Fasern analysiert, die durch Lastaufbringung gebrochen sind. Werden die Kriechkurven von Probe 5, 6 und 10 und die zeitabhängige Entwicklung der Spaltbreiten von exemplarisch ausgewählten Faserbrüchen in einem Diagramm dargestellt, ergibt sich über den gesamten Kriechverlauf für alle Proben ein proportionaler Zusammenhang des Spaltbreitenwachstums mit der Dehnung (Abb. 5.3.29). Für die Vergleichbarkeit des Verlaufs der Dehnung mit dem des Spaltbreitenwachstums sind der Startwert der Spaltbreite mit dem zu diesem Zeitpunkt vorhandenen Dehnungswert und der Endwert der Spaltbreite mit dem Dehnungswert kurz vor dem Bruch grafisch in Deckung gebracht. Für Probe 6 wird die Spaltbreitenentwicklung für eine Faser mit zwei Bruchstellen betrachtet. Weitere Beispiele finden sich im Anhang (Abb. A10).

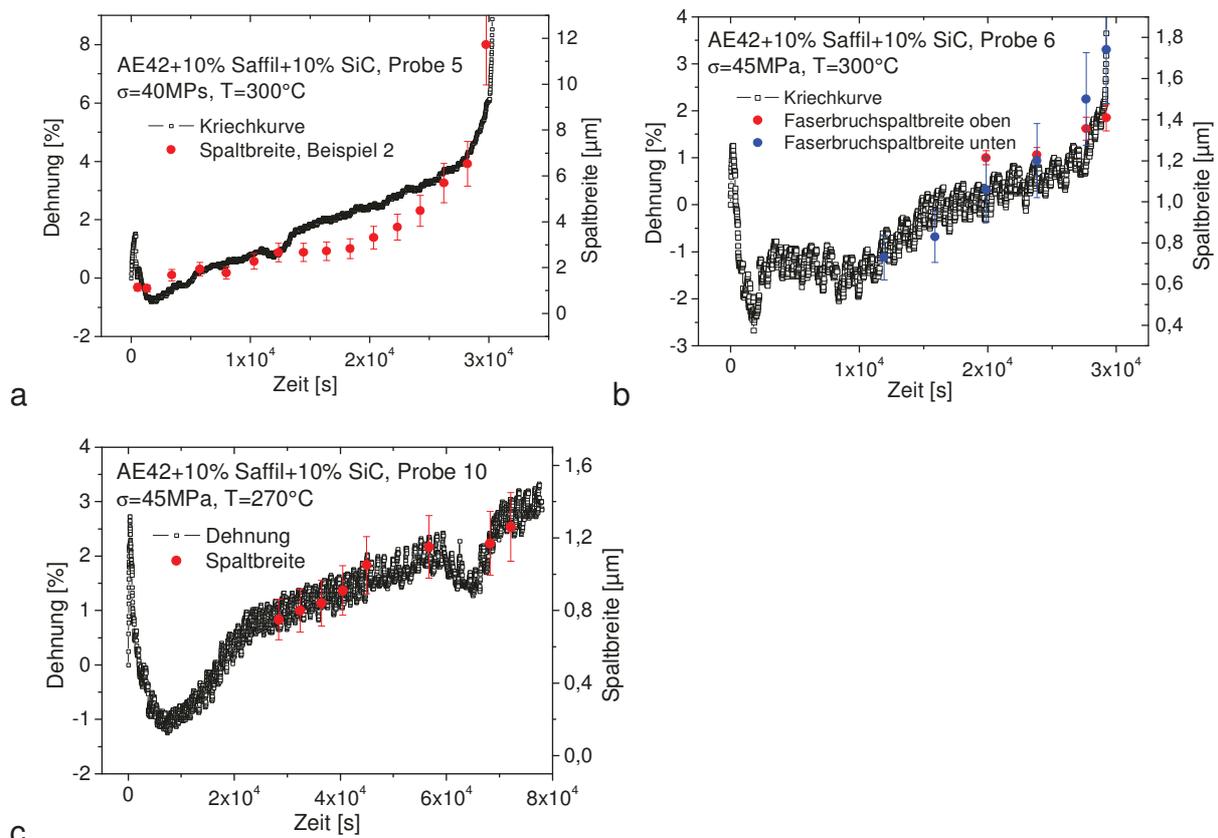


Abb. 5.3.29 Vergleich der zeitlichen Entwicklung der Spaltbreiten von Faserbrüchen mit den Kriechkurven, a) Probe 5, b) Probe 6, c) Probe 10

Demnach sind die Faserbrüche und das damit verbundene zeitabhängige Spaltbreitenwachstum kriechdehnungsbestimmend. Die zeitabhängig veränderliche Wachstumsrate der Spalt-

breiten der in Abb. 5.3.29 gezeigten Beispiele kann den jeweiligen Dehnraten der Proben gegenübergestellt werden (Abb. 5.3.30). Für Probe 5 durchläuft die Wachstumsrate der Spaltbreite eines Faserbruchs ebenso wie die Dehnraten nach einem anfänglichen starken Abfall ein Minimum, um gegen Ende des Kriechversuchs erneut anzusteigen (Abb. 5.3.30 a). Dieses gilt ebenfalls für die Wachstumsraten des Beispiels einer Faser mit zwei Bruchstellen der Probe 6 (Abb. 5.5.30 b). Für Probe 10 zeigt die Wachstumsrate einer einfach gebrochenen Faser ebenso wie die Dehnraten bis zum Abbruch des Kriechexperiments einen regressiven Kurvenverlauf (Abb. 5.5.30 c).

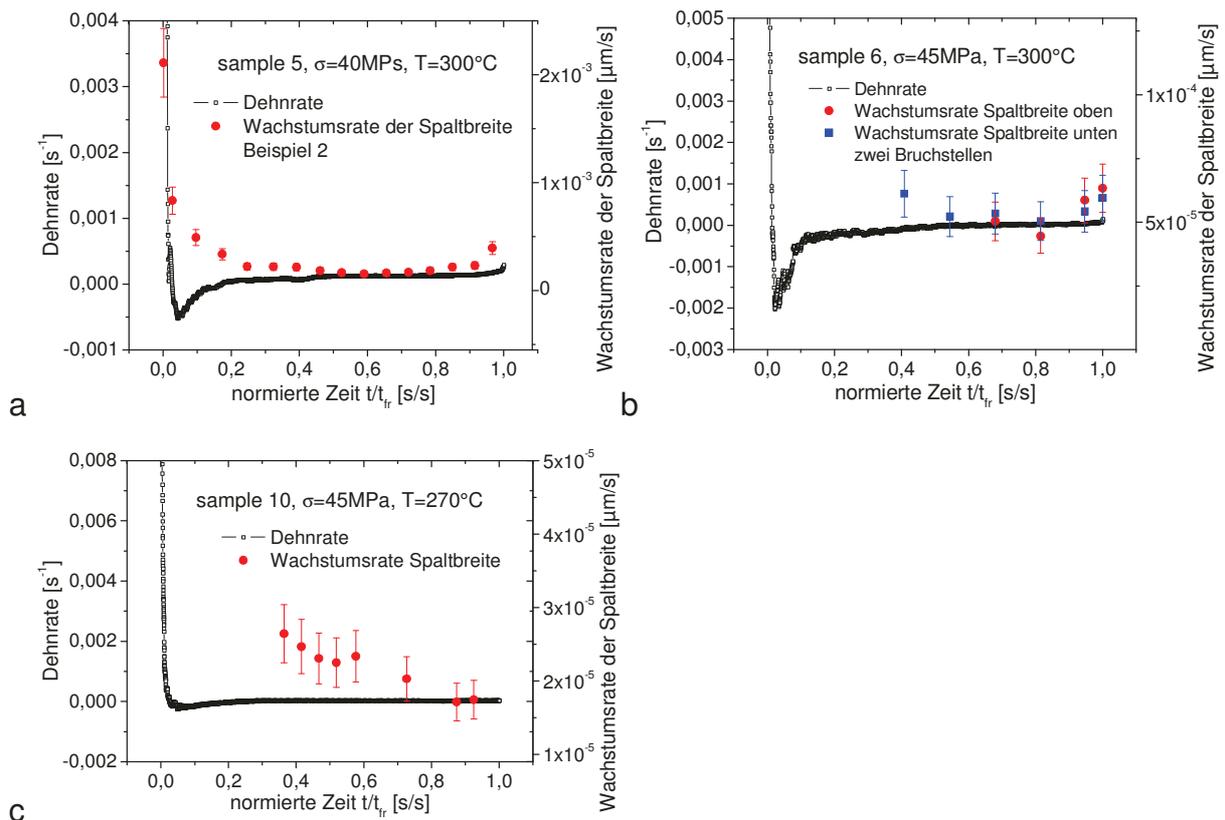


Abb. 5.3.30 Vergleich der Dehnraten und der Wachstumsraten der Spaltbreiten, a) Probe 5, b) Probe 6, c) Probe 10

Die vergleichende Darstellung der Wachstumsraten der Spaltbreiten als Funktion der normierten Kriechzeiten zeigen für alle in der Abb. 5.3.30 genannten Beispiele ähnliche Kurvenverläufe (Abb. 5.3.31). Da die Wachstumsraten der Spaltbreiten der Probe 6 und 10 deutlich geringer sind als die der Probe 5 (Abb. 5.3.31 a), sind diese Kurven in einer anderen Skalierung zusätzlich in Abb. 5.3.31 b abgebildet. Das minimale Spaltbreitenwachstum der Probe 5, Beispiel 2 durchläuft nach anfänglich hoher Rate ein recht breites Plateau, das vor $0,3t_{fr}$ erreicht ist und dessen Mitte bei ca. $0,6t_{fr}$ liegt, um nach $0,8t_{fr}$ erneut anzusteigen. Den qualitativ gleichen Funktionsverlauf zeigen nach $0,3t_{fr}$ ebenfalls Probe 5, Beispiel 1, die Beispiele von Probe 6 für die mehrfach gebrochene Faser sowie Probe 10. Die Kurven der sehr viel geringeren Wachstumsraten der beiden letztgenannten Proben erreichen die Minima jedoch erst spä-

ter bei ca. $0,8t_{fr}$ bzw. $0,9t_{cr}$ (Abb. 5.3.31 b). Der Grund für die geringen Wachstumsraten der Spaltbreiten liegt in den sehr viel geringeren Gesamtdehnungen von Probe 6 und 10.

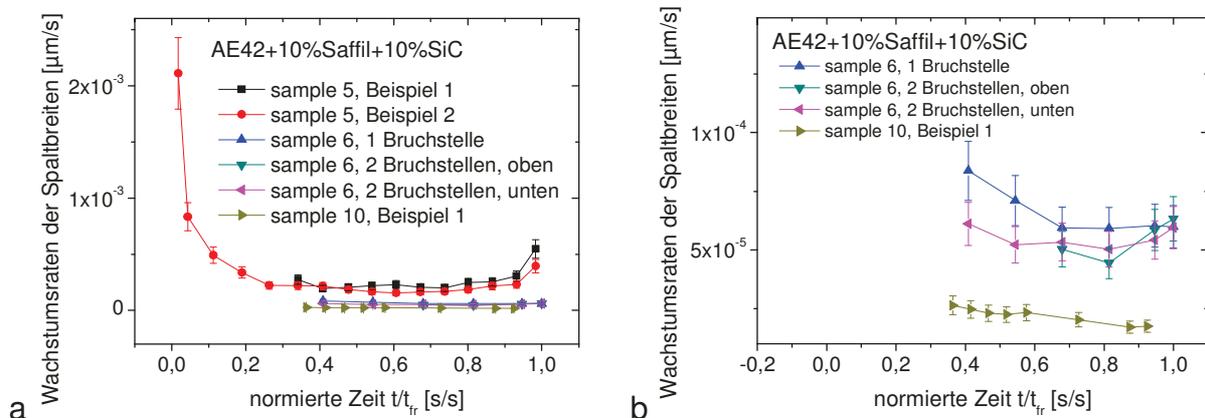


Abb. 5.3.31 Vergleich der Wachstumsraten der Spaltbreiten, a) Probe 5, 6, 10, b) Probe 6, 10

Die beobachteten Phänomene weisen auf eine Spannungsabhängigkeit hin. Auf eine Temperaturabhängigkeit kann dagegen nicht geschlossen werden.

5.3.3.2 Porenbildung und Porenwachstum

Auf die Darstellung der zeitabhängigen Entwicklung der Porenanzahl und des Porenvolumens in einer gemeinsamen Grafik wird in diesem Abschnitt verzichtet. Grund hierfür ist die bessere Auflösung von $0,58^3 \mu\text{m}^3/\text{voxel}$ an der Beamline ID19 im Vergleich zu $2^3 \mu\text{m}^3/\text{voxel}$ an der Beamline ID15A. Die dadurch deutlich höhere Anzahl an Messdaten übersteigt die Kapazität der für die Darstellung verwendeten Software Excel.

Die zeitabhängige Entwicklung der Porenbildung und des Porenwachstums durch die mikrostrukturellen Mechanismen in dem hybridverstärkten Werkstoff unterscheidet sich von den bereits bekannten Verläufen der partikelverstärkten Werkstoffe (Abb. 5.3.32). Für die Probe 5 zeigen die Porenanzahlen aller Mechanismen im Kriechverlauf einen leichten, stetigen Anstieg, der jedoch nur innerhalb der Fehlergrenzen stattfindet (Abb. 5.3.32 a, links). Bis zum Bruch findet demnach kontinuierlich die Bildung neuer Poren statt, wenn auch im geringen Maß. Die Porenanzahlen der einzelnen Porengeometrien/ -orientierungen von Probe 6 und 10 bleiben innerhalb ihrer Fehlergrenzen nahezu konstant (Abb. 5.3.32 b, c, links). Es findet folglich keine Porenneubildung innerhalb des Kriechverlaufs statt. Die Porenvolumina aller Porengeometrien/ -orientierungen der Proben 5 und 6 sind als Funktion der Kriechzeit kontinuierlich ansteigend (Abb. 5.3.32 a, b, rechts). Dieses gilt ebenfalls für die senkrechten Poren der Probe 10, während die Porenvolumina für die parallelen und sphärischen Poren im Rahmen der Fehlergrenzen konstant bleiben (Abb. 5.3.32 d, rechts). Vergleicht man die Funktionsverläufe der Porenanzahlen (Abb. 5.3.32, links) mit denen der Porenvolumina (Abb. 5.3.32, rechts), ergibt sich zusammenfassend, dass der Anteil an der Kriechdehnung durch die Porositätsentwicklung eher aus einem Porenvolumenzuwachs denn der Steigerung der Poren-

anzahlen resultiert. Sowohl bei der Porenbildung als auch beim Porenwachstum hat die Korn-
grenzdiffusion den geringsten Anteil. Die Oberflächendiffusion findet leicht bevorzugt vor
dem Versetzungskriechen der Matrix statt.

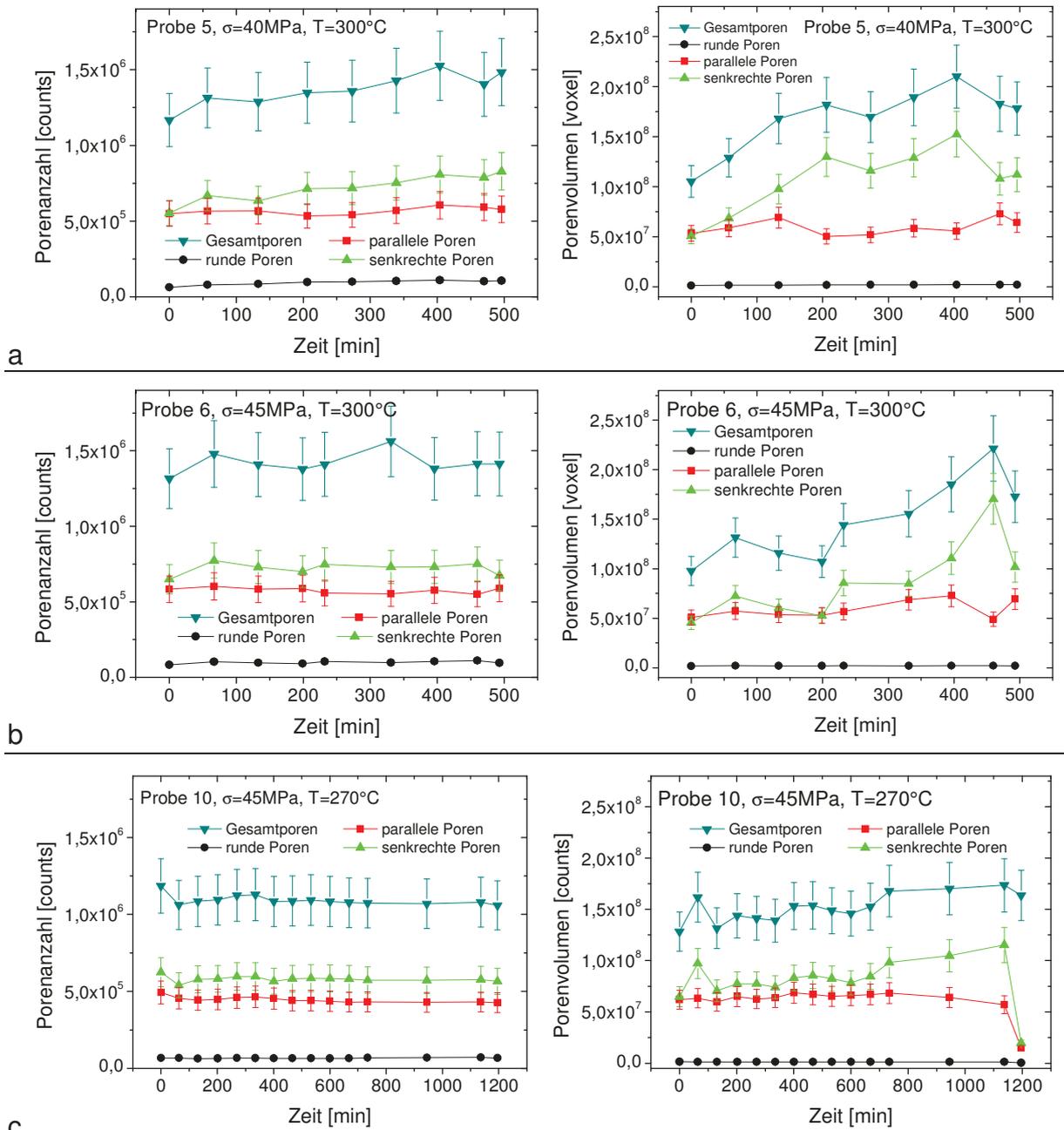


Abb. 5.3.32 Porenbildung und Porenwachstum, a) Probe 5, b) Probe 6, c) Probe 10

Die Ergebnisse der Abb. 5.3.32 legen vergleichbar zu den partikelverstärkten Werkstoffen Titan+15%(SiC)_p und AA6061+22%(Al₂O₃)_p die Überprüfung der zeitabhängigen Entwicklung der durchschnittlichen Porengrößen der Porosität und der einzelnen Porengeometrien/ -orientierungen nahe (Abb. 5.3.33). Bei der Berechnung der durchschnittlichen Porengröße werden die jeweiligen Porenvolumina auf die entsprechende Porenanzahl bezogen.

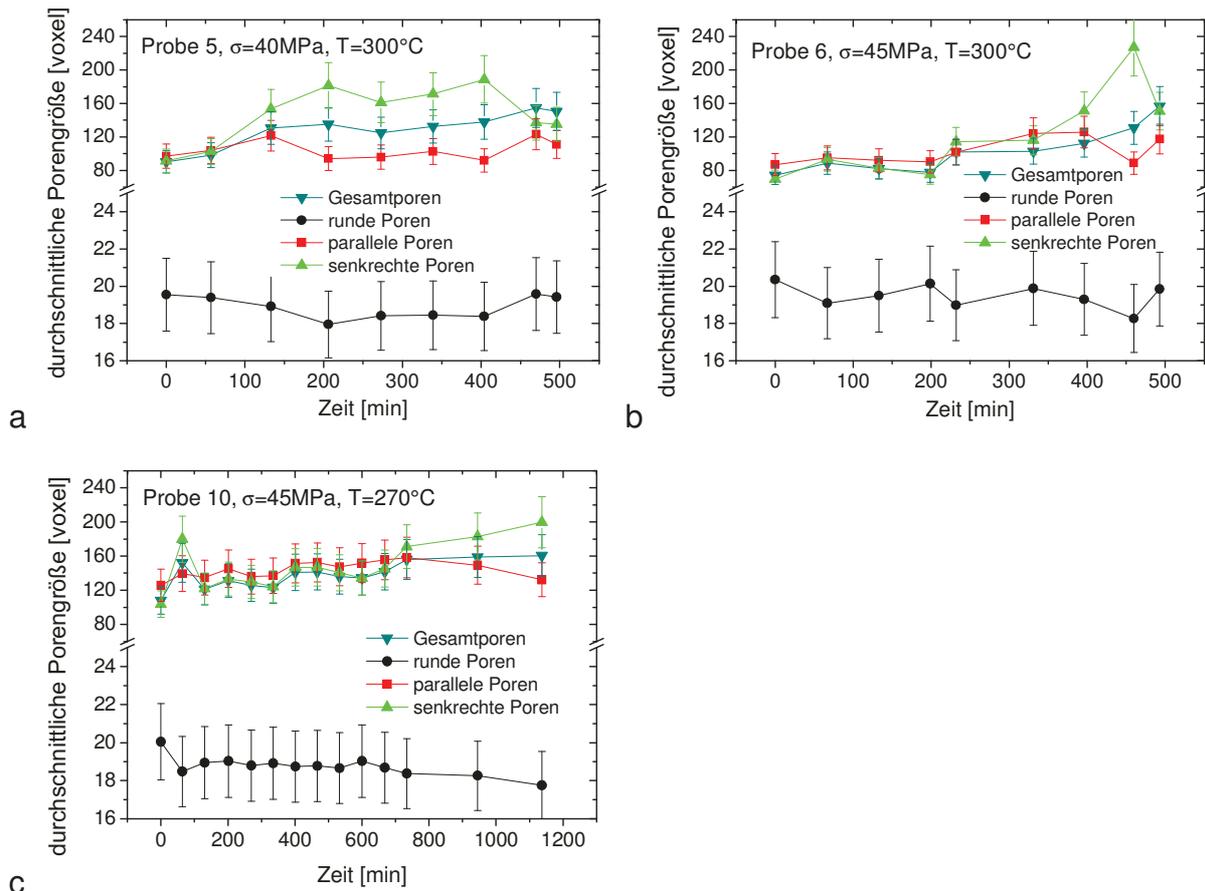


Abb. 5.3.33 Durchschnittliche Porengröße, a) Probe 5, b) Probe 6, c) Probe 10

Die durchschnittliche Porengröße der sphärischen Poren bleibt bei allen drei Experimenten über die gesamte Kriechdauer mit ca. 20voxel innerhalb der Fehlergrenze konstant. Für die parallelen und senkrechten Poren beträgt der Durchschnitt im Ausgangszustand ca. 90voxel. Bei Probe 5 wächst das durchschnittliche Porenvolumen der senkrechten Poren bis $0,8t_{fr}$ auf etwa das Doppelte mit ca. 180voxel an und fällt anschließend etwas ab. Die durchschnittliche Porengröße der parallelen Poren bewegt sich recht konstant um den Wert von $110\text{voxel} \pm 10\text{voxel}$. Es stellt sich ab $0,4t_{fr}$ im Rahmen der Fehlergrenzen für die durchschnittlichen Porengrößen ein nahezu stationärer Zustand der diffusionsgesteuerten senkrechten und der versetzungskriechgesteuerten parallelen Poren ein. Bei Probe 6 wächst die durchschnittliche Porengröße für die senkrechten Poren kontinuierlich bis $0,9t_{fr}$ über das 3,5fache bis auf ca. 240voxel an. Der Durchschnitt der parallelen Poren nimmt zwar ebenfalls kontinuierlich bis $0,8t_{fr}$ zu, jedoch nur um etwa das 1,3fache bis maximal ca. 120voxel. Für Probe 10 zeigt das Wachstum der durchschnittlichen Porengröße der senkrechten und parallelen Poren bis ca. 700min in etwa den gleichen Zuwachs auf das 1,3fache. Nach 700min bis ca. 1100min steigt das durchschnittliche Porenvolumen der senkrechten Poren weiterhin an, während das der parallelen Poren geringer wird. Die Proben 6 und 10 zeigen folglich anfänglich kontinuierlich ansteigende durchschnittliche Porengrößen. Die der senkrechten Poren steigen bis zum Kriechbruch weiterhin, die der parallelen Poren werden geringer. Dieses steht im Gegen-

satz zu dem sich einstellenden stationären Zustand von Probe 5. Daraus lässt sich folgern, dass die Entwicklung der durchschnittlichen Porengröße der einzelnen Porengeometrien in erster Linie spannungsabhängig und erst in zweiter Linie temperaturabhängig ist.

5.3.3.3 Wachstumsfunktion der Porenbildung

Es finden diffusions- und versetzungskriechgesteuerte Prozesse der Porenentwicklung statt (Abb. 5.3.32, Abb. 5.3.33), sind jedoch dem Spaltbreitenwachstum gebrochener Fasern untergeordnet. Das Wachstum der Faserbruchspalten tritt ab ca. $0,3t_{cr}$ als bestimmender Prozess für die Kriechdehnung der Proben in den Vordergrund (Abb. 5.3.29). Nachfolgend soll untersucht werden, ob zur zeitabhängigen Beschreibung der Kriechmechanismen für die Porenbildung und das Porenwachstum die Ansätze nach Greenwood [GRE69] und Cocks/ Ashby [COC82] trotzdem Gültigkeit besitzen. Im Gegensatz zu den partikelverstärkten Werkstoffen können keine Änderungen der Entwicklungsverläufe der Porenanzahlen der Gesamtporen bzw. der einzelnen Porengeometrien/ -orientierungen über die gesamten Kriechverläufe der Proben 5, 6 und 10 festgestellt werden (Abb. 5.3.34). Eine Differenzierung in die frühen bzw. späteren Kriechstadien ist anhand der linearen Porenbildungsfunktionen aufgrund der mikrostrukturellen Mechanismen demnach nicht möglich.

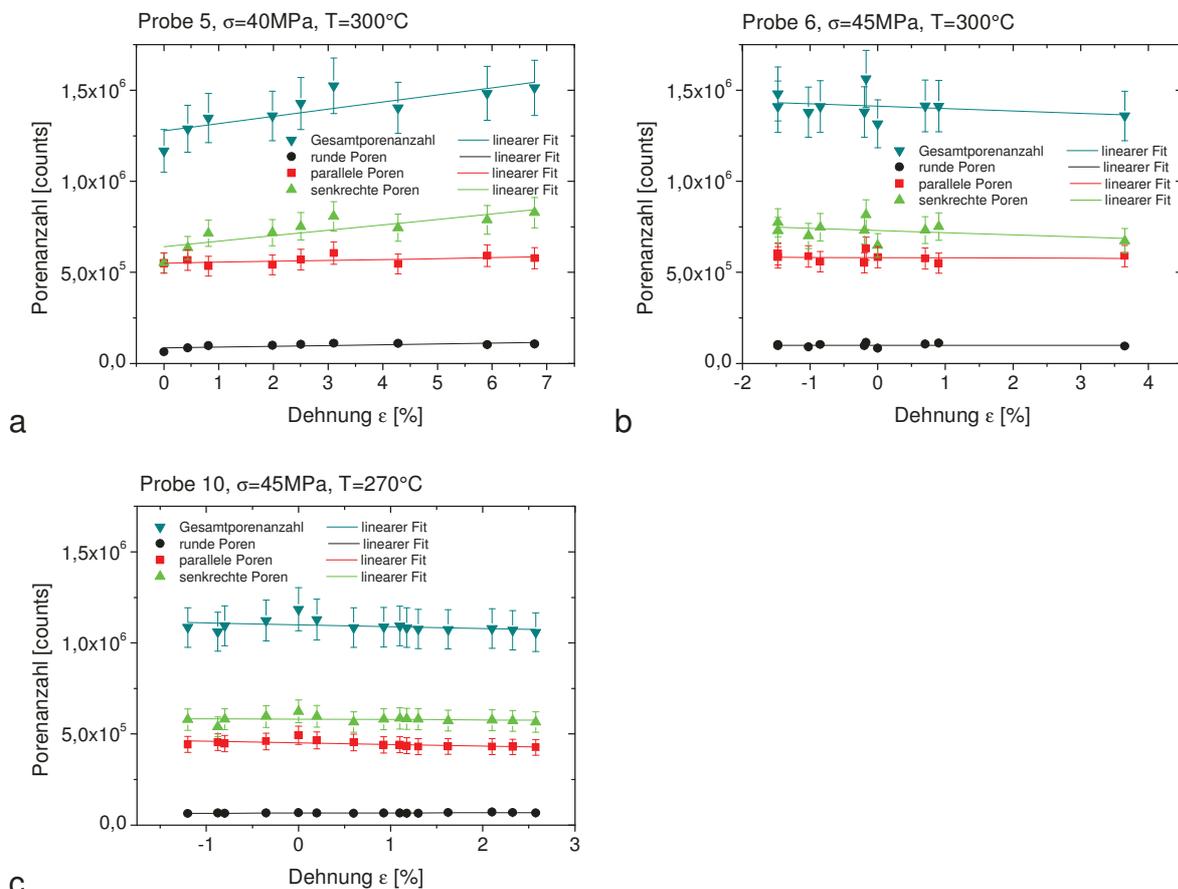


Abb. 5.3.34 Porenbildung, a) Probe 5, b) Probe 6, c) Probe 10

Für die Probe 5 sind die Steigungen der linearen Funktionen, gekennzeichnet durch den Proportionalitätsparameter B , für die Porenbildungsprozesse aller mikrostrukturellen Mechanismen und folglich auch deren Summe positiv. Der dominierende Mechanismus der Porenbildung in der Probe 5 ist die Oberflächendiffusion, wie aus dem größten Wert für die Steigung gefolgert werden kann (Tabelle A13, Anhang). Für die Proben 6 und 10 sind mit einer Ausnahme die Geradensteigungen aller Mechanismen negativ, d.h. es findet keine Poreneubildung sondern eine Verringerung der Porenanzahlen durch das Zusammenwachsen von Poren statt. Einzig der Verlauf der sphärischen Poren in der Probe 10 lässt sich mit einer ansteigenden linearen Funktion anpassen, d.h. es findet eine Poreneubildung durch den Mechanismus der Korngrenzendiffusion statt.

Die grafische Darstellung der Proportionalitätsparameter B verdeutlicht die Abhängigkeit der Porenbildungsfunktionen von der Spannung und der Temperatur (Abb. 5.3.35).

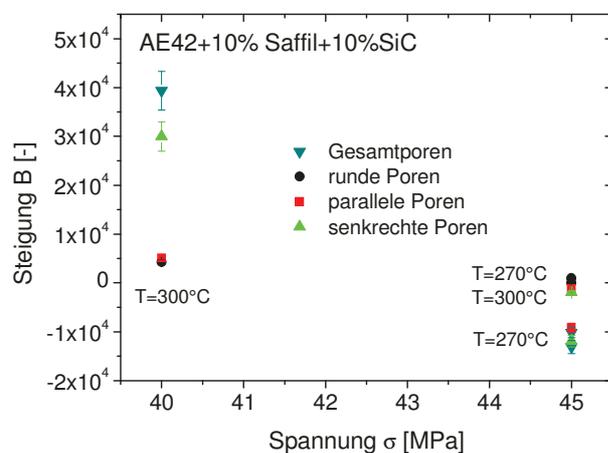


Abb. 5.3.35 Graphische Darstellung der durch Fitten ermittelten Proportionalitätsfaktoren B der Porenbildungsmechanismen

Eine Spannungserhöhung reduziert die Porenbildung. Bei konstanter Spannung und Verringerung der Temperatur nimmt die Porenbildung ab. Die geringste Auswirkung hat die Änderung der Spannung und/ oder der Temperatur auf die Korngrenzendiffusion, gefolgt von dem Versetzungskriechen der Matrix. Den größten Einfluss hat die gewählte Kriechbelastung auf die Porenbildung durch den Mechanismus der Oberflächendiffusion.

5.3.3.4 Wachstumsfunktion des Porenvolumens

Obwohl die Kriechdehnung im fortgeschrittenen Kriechverlauf durch das nach $0,3t_{cr}$ einsetzende Spaltbreitenwachstum der Faserbrüche bestimmt ist (Abb. 5.3.29), findet -wenn auch in seinem Einfluss auf die Kriechdehnung dem Spaltbreitenwachstum untergeordnet- ein Porenwachstum durch die mikrostrukturellen Kriechmechanismen statt (Abb. 5.3.32, rechts). Das Wachstum der Porenvolumina der Proben 5, 6 und 10 kann ebenso wie die Porenbildung über den gesamten Kriechverlauf mit einer Funktionsvorschrift angepasst werden (Abb. 5.3.36).

Eine Differenzierung der frühen und späteren Kriechstadien anhand von Funktionswechseln oder Steigungsänderungen des Porenwachstums ist demnach nicht möglich. Die Funktionsverläufe der Gesamtporenvolumina und der Porenvolumina der einzelnen Porengeometrien/–orientierungen der drei Proben folgen unterschiedlichen Wachstumfunktionen.

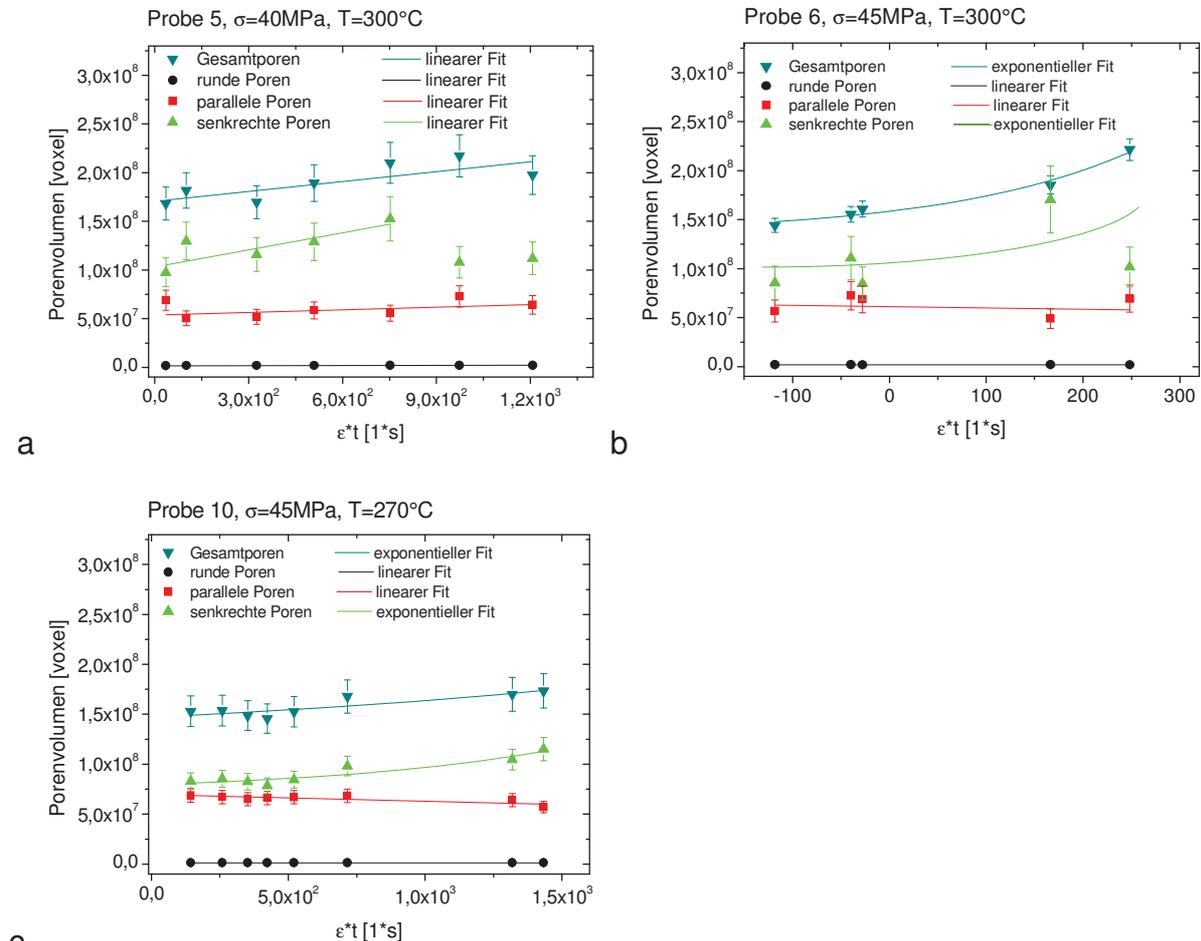


Abb. 5.3.36 Darstellung des Porenvolumens als Funktion des Produktes aus Dehnung und Zeit ($\epsilon \cdot t$), a) Probe 5, b) Probe 6, c) Probe 10

Alle Verläufe der Porenwachstumskurven von Probe 5 lassen sich durch eine lineare Funktion $f(p) = A + B \cdot x$ anpassen (Abb. 5.3.36 a). Das Wachstum der integralen Porenvolumina der Proben 6 und 10 folgt jeweils einer exponentiellen Funktion vom Typ $f(p) = y_0 + A1 \cdot e^{\left(\frac{x}{t1}\right)}$ (Abb. 5.3.36 b, c). Die Entscheidung, mit welcher Funktion das Wachstum angepasst wurde, lieferte der Determinationskoeffizient (R^2 -Wert), der möglichst nahe an 1 liegen sollte. Bei den beiden letztgenannten Proben dominiert der ebenfalls exponentiell zunehmende Mechanismus der Oberflächendiffusion das Porenwachstum. Der Wachstumsverlauf des Versetzungskriechens ist in beiden Proben linear abfallend. Da auch die Porenanzahl geringer wird, lässt sich aus diesem Verlauf schließen, dass die Poren im Ausgangszustand parallel zur Belastungsrichtung orientiert sind. Ihr Wachstum erfolgt jedoch über die Oberflächendiffusion, sodass ihre ursprünglich parallele Orientierung letztendlich in eine senkrechte Orientierung

übergeht. Gleiches gilt in der Probe 6 für die sphärischen Poren, deren Volumenanteil im Kriechverlauf geringer wird, was gleichbedeutend damit ist, dass diese Poren ebenfalls durch die Oberflächendiffusion wachsen. In der Probe 10 wachsen sich neu bildende sphärische Poren weiterhin durch Korngrenzendiffusion. Die grafische Darstellung veranschaulicht die Fit-Ergebnisse der Proportionalitätsfaktoren B und der exponentiellen Wachstumskonstanten $1/t_1$ als Funktionen der Spannung und der Temperatur für die Entwicklung der Porenvolumina (Abb. 5.3.37). Die Werte der ermittelten Fit-Parameter sind in Tabelle A14 im Anhang zusammengefasst.

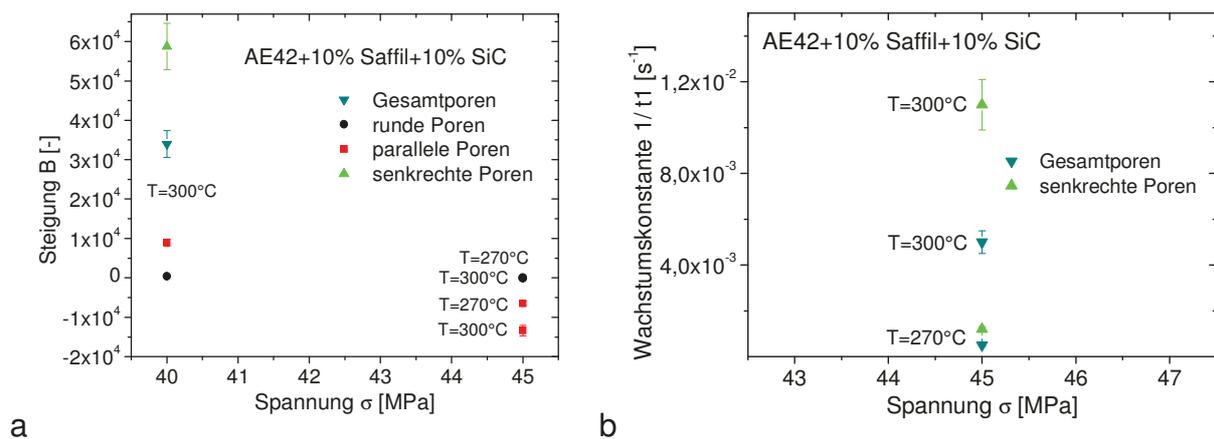


Abb. 5.3.37 Grafische Darstellung der Fit-Parameter der Funktion $f(p)$, a) lineare Steigung, b) exponentielle Wachstumskonstante $1/t_1$

Eine Spannungserhöhung bei gleichbleibender Temperatur führt bei dem Porenwachstum durch den Mechanismus der Oberflächendiffusion zu einem Wechsel von einer linearen zu einer exponentiellen Wachstumsfunktion (Abb. 5.3.37 a und b). Da das Gesamtporenwachstum im Wesentlichen von dem Mechanismus der Oberflächendiffusion getragen wird (Abb. 5.3.36), geht die Entwicklung des Gesamtporenvolumens ebenfalls von einer linearen zu einer exponentiellen Funktion über. Aus den sich verringernden Wachstumsfunktionen der beiden anderen mikrostrukturellen Mechanismen lässt sich ableiten, dass bei höherer Spannung ausschließlich das Porenwachstum durch die Oberflächendiffusion stattfindet (Abb. 5.3.37 a). Demnach begünstigt eine höhere Spannung temperaturunabhängig das Porenwachstum durch den Mechanismus der Oberflächendiffusion auf Kosten der Korngrenzendiffusion und des Versetzungskriechens. Wird bei gleichbleibender Spannung die Temperatur verringert, verringern sich die Wachstumsprozesse insgesamt. Demzufolge sind alle mikrostrukturellen Mechanismen des Porenwachstums unter den hier vorhandenen Kriechbedingungen sowohl spannungs- als auch temperaturabhängig.

5.4 Lage der Schädigungen und Bruch

Aus der Literatur ist bekannt, dass bei verstärkten Werkstoffen mit metallischer Matrix die Schädigungsmechanismen durch das Kriechen, wie Porosität, Verstärkungsbrüche sowie Ma-

trixablösungen, im Wesentlichen an den Verstärkungen stattfinden [CLY95, BRO01, SUR89, REQ02]. Nachfolgend werden die für MMCs bekannten Schädigungsmechanismen durch Kriechen auf ihre lokale und zeitliche bzw. zeitabhängige Entstehung und Entwicklung sowie deren Einfluss auf den Kriechbruch untersucht. Die in-situ Tomographie, die diese Informationen über die optische Auswertung der Tomogramme liefert, bildet damit das Bindeglied zwischen den mikrostrukturellen Mechanismen und dem makroskopischen Erscheinungsbild des Kriechbruchs.

5.4.1 Titan+15%(SiC)_p

Alle drei Proben zeigen eine für duktilen Kriechbruchverhalten charakteristische Einschnürung. Die Einschnürung setzt für Probe 1 ($\sigma=150\text{MPa}$, $T=510^\circ\text{C}$) zum Zeitpunkt $0,77t_{fr}$ und für Probe 2 ($\sigma=180\text{MPa}$, $T=510^\circ\text{C}$) zum Zeitpunkt $0,73t_{fr}$ ein. Bei Probe 3 ($\sigma=180\text{MPa}$, $T=480^\circ\text{C}$) zeigt sich der Beginn der Einschnürung bei $t_{cr}=23430\text{s}$ (Abb. A12, Anhang). Da Probe 3 nicht im Experiment gebrochen ist, kann keine relative zeitliche Zuordnung zur Bruchzeit t_{fr} erfolgen. Abb. 5.4.1 zeigt am Beispiel der Probe 1 den Beginn der Einschnürung bei $0,77t_{fr}$ (Abb. 5.4.1 a) und den Grad der Einschnürung bei $0,99t_{fr}$ im letzten Tomogramm vor dem Bruch (Abb. 5.4.1 b).

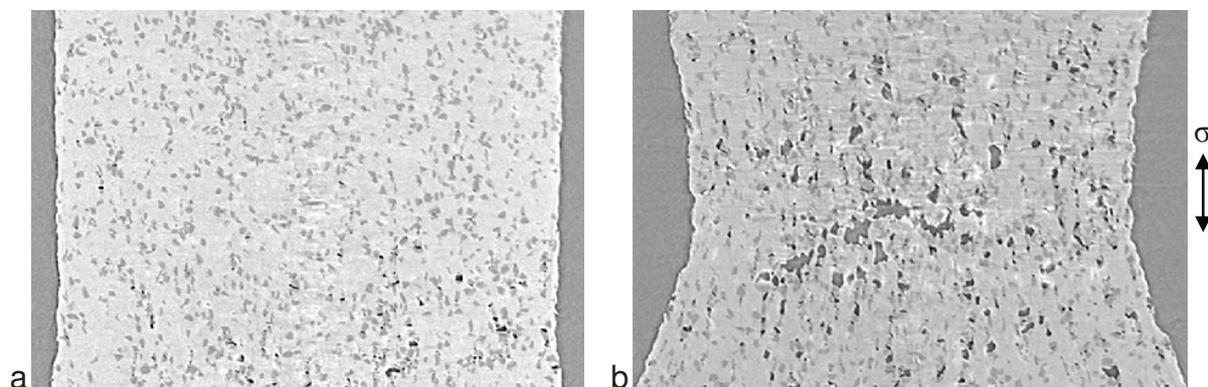


Abb. 5.4.1 Einschnürung von Probe 1, a) $0,77t_{fr}$, b) $0,99t_{fr}$

Kurz vor dem Bruch bei $0,99t_{fr}$ beträgt für die Probe 1 sowie für die Probe 2 der Wert der Brucheinschnürung $Z=35\%$. Probe 3 zeigt am Ende des Experiments nach der Kriechzeit von $t_{cr}=51870\text{s}$ eine Einschnürung um $Z=6\%$. Vergleicht man den Zeitpunkt des Beginns der Einschnürung bei Probe 1 und Probe 2 mit den aus dem Anhang (Abb. A7 a, b) entnommenen Darstellungen der Kriech- und Porositätskurven, so fällt dieser zeitlich mit dem Beginn des überproportionalen Anstiegs des Porositätswachstums zusammen (Abb. 5.4.2).

Bereits im Ausgangsmaterial ist eine herstellungsbedingte Porosität vorhanden. Aus der Charakterisierung des Ausgangszustandes sind zwei herstellungsbedingte Porenarten bekannt: Einerseits Matrixporen, die sich in den Körnern oder an den Korngrenzen befinden, und andererseits Poren, die in der Grenzfläche zwischen den Partikeln und der Matrix lokalisiert sind

(vgl. Abschnitt 5.1.1). Die Matrixporen liegen mit einem Durchmesser von $<2\mu\text{m}$ unterhalb des tomographischen Auflösungsvermögens von $2^3\mu\text{m}^3/\text{voxel}$.

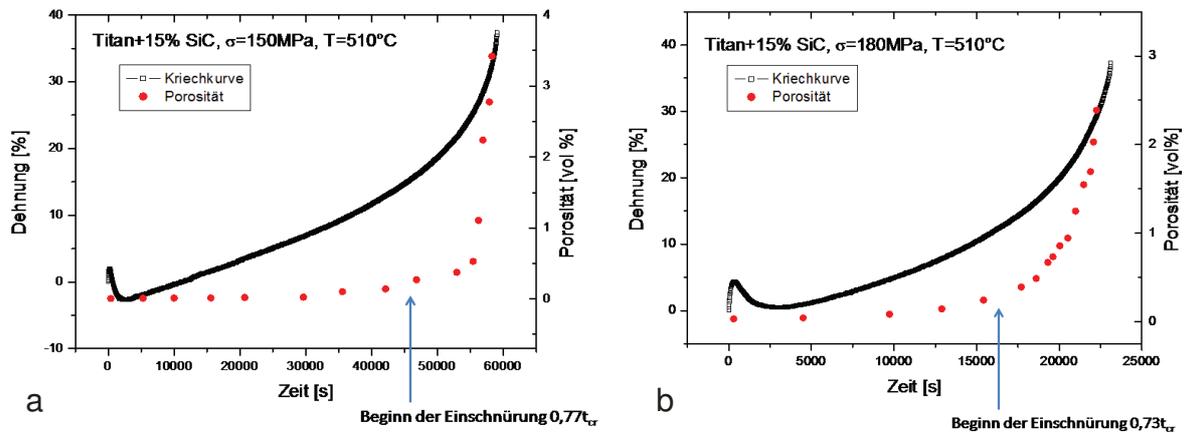


Abb. 5.4.2 Beginn der Einschnürung, a) Probe 1, b) Probe 2

Mit fortschreitendem Kriechverlauf zeigt sich, dass die herstellungsbedingten Poren an einzelnen Partikeln oder Partikel-Clustern Ausgangspunkte für das zeitabhängige Porenwachstum sind, während die Matrixporen unverändert bleiben (Abb. 5.4.3).

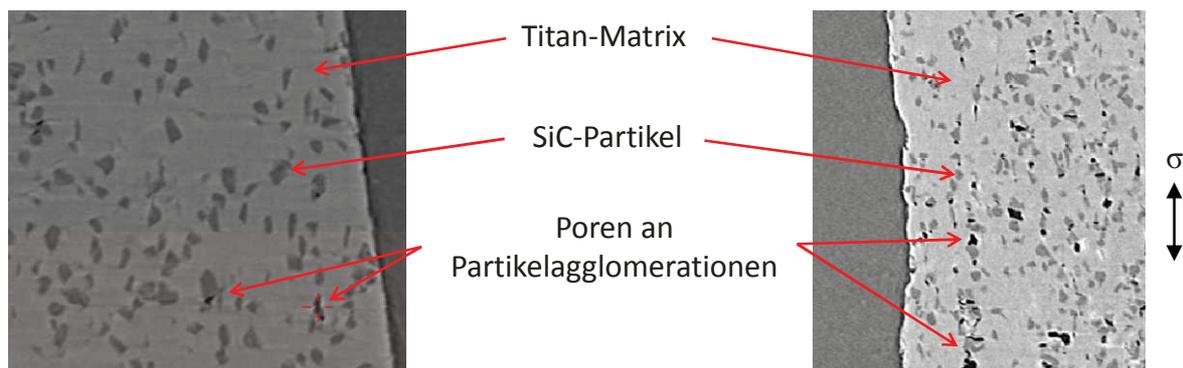


Abb. 5.4.3 Poren an Partikeln und Partikelagglomerationen am Beispiel von Probe 1, links: Anfangszustand, rechts: $0,92t_{fr}$

Während des Kriechverlaufs bilden sich neben den herstellungsbedingten Poren bevorzugt an den Polen der Partikel und in den Zwischenräumen der Partikel-Cluster neue Poren (Abb. 5.4.4, blaue Pfeile). Abb. 5.4.4 zeigt zur Verdeutlichung der Entstehungsorte die rasterelektronenmikroskopische Aufnahme des Längsschliffs von Probe 1 nach dem Kriechbruch in einiger Entfernung von der Bruchfläche. Typische Porenentstehungsorte an den Polen sind scharfe Kanten von Partikeln, die in Belastungsrichtung orientiert sind (rote Pfeile). Diese können sowohl am oberen als auch am unteren Pol des Partikels lokalisiert sein. Matrixablösungen von Partikeln treten bevorzugt an Partikelflächen auf (grüne Pfeile), deren Flächennormale in einem Winkel von $\pm 45^\circ$ zur Belastungsrichtung orientiert sind. Diese können einerseits wachsen und sich mit Poren an benachbarten Partikeln und Partikel-Clustern zu Mikrorissen vereinigen (Abb. 5.4.5) oder andererseits in Einzelfällen gar zur Delamination ganzer Partikel führen, wie später im Abschnitt noch gezeigt werden wird.

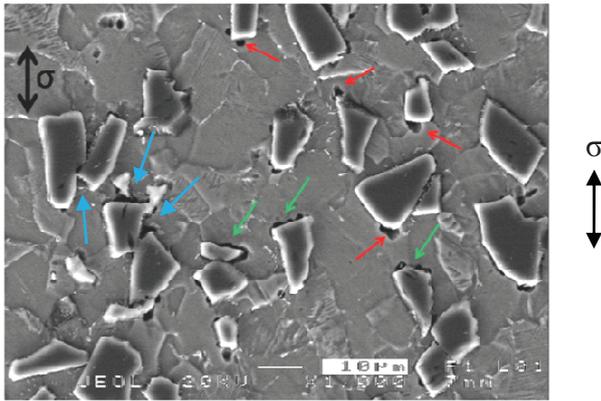


Abb. 5.4.4 REM-Aufnahme des Längsschliffs von Probe 1, nach dem Kriechbruch, rote Pfeile: Poren an scharfen Partikelkanten, grüne Pfeile: Delaminationen an Partikelflächen, blaue Pfeile: Poren an Partikel-Clustern

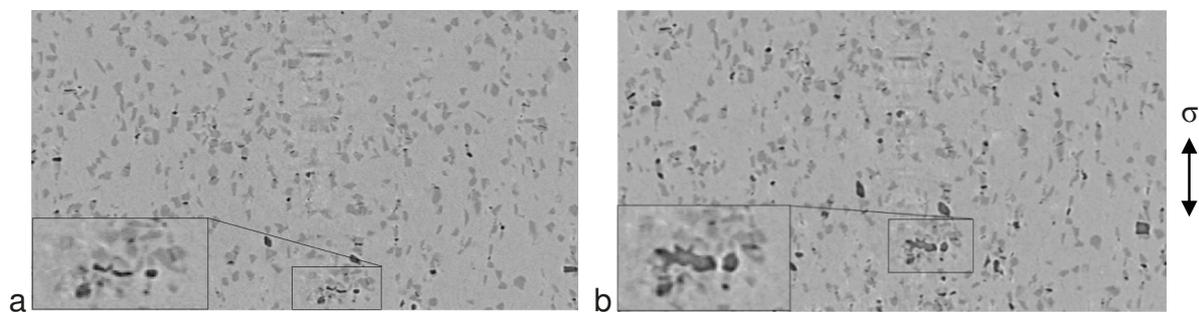


Abb. 5.4.5 Zusammenwachsen von Poren zu Mikrorissen am Beispiel von Probe 1, im Längsschnitt, a) $0,77t_{fr}$, b) $0,92t_{fr}$

Neben der Porenbildung sowie deren Wachstum in der Grenzfläche zwischen der Matrix und den Partikeln hat das Versagen der Verstärkungsphase einen Anteil an der Kriechschädigung. In den jeweiligen Ausgangszuständen von Probe 1, 2 und 3 sind mittels Tomographie lediglich vereinzelt gebrochene Partikel zu finden. Mit zunehmender Kriechzeit können bei Probe 1 ab $0,22t_{fr}$ gebrochene Partikel im Volumen gefunden werden, deren senkrecht zur Belastungsrichtung liegende Bruchstellen als Funktion der Kriechzeit immer weiter auseinanderklaffen (Abb. 5.4.6).

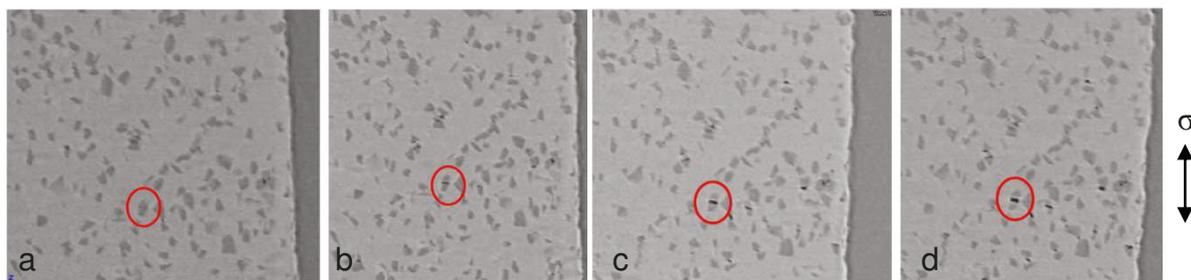


Abb. 5.4.6 Gebrochener Partikel am Beispiel von Probe 1, Längsschnitt, a) $0,22t_{cr}$, b) $0,45t_{cr}$, c) $0,77t_{cr}$, d) $0,92t_{cr}$

Bei Probe 2 sind bereits bei $0,12t_{fr}$ senkrecht zur Belastungsrichtung gebrochene Partikel mit einer deutlichen Spaltbreite zwischen den Bruchflächen zu finden (Abb. 5.4.7 a). Ebenso wie bei Probe 1 sind die Bruchflächen senkrecht zur Belastungsrichtung orientiert, die ab $0,22t_{fr}$

nachweislich beginnen auseinanderzuklaffen (Abb. 5.4.7 c). Abb. 5.4.7 c bis e zeigen die zeitabhängige Entwicklung zweier solcher Partikelbrüche.

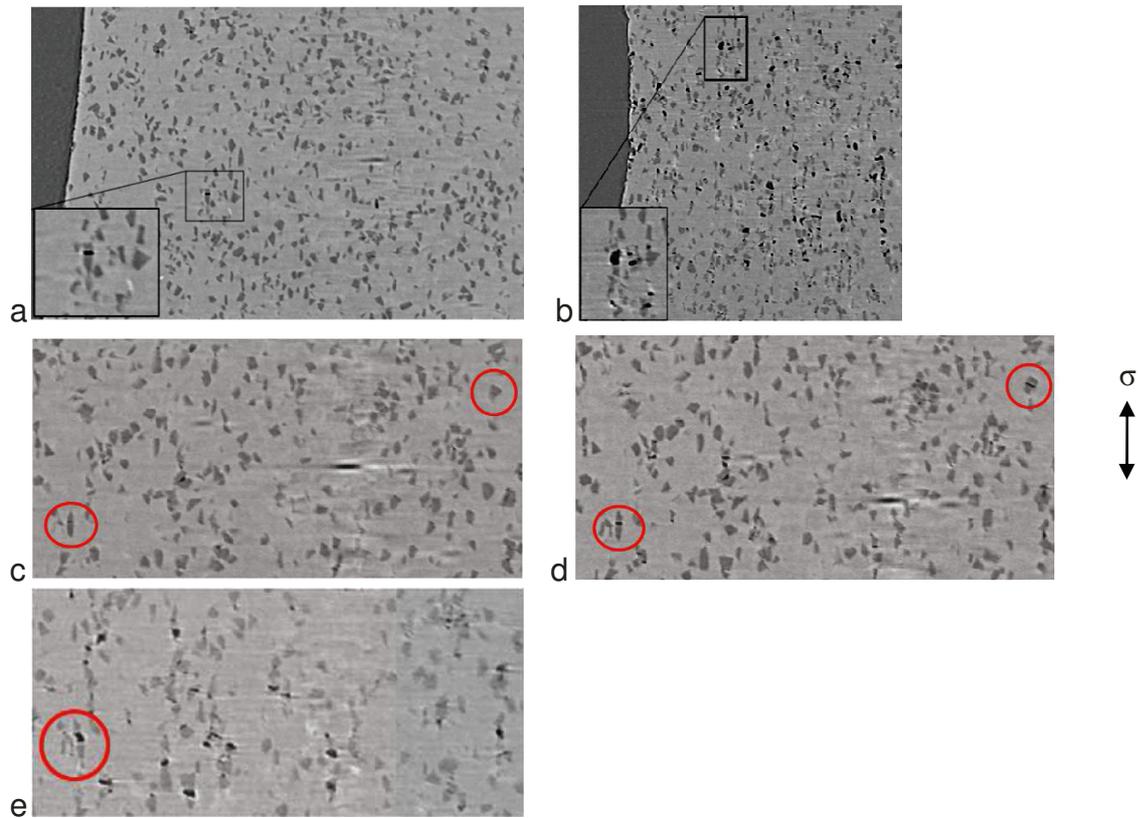


Abb. 5.4.7 Entwicklung von Partikelbrüchen Probe 2, a+b) früher Partikelbruch bei $0,12t_{fr}$ (a) und $0,92t_{fr}$ (b), c+d+e) spätere Partikelbrüche bei c) $0,22t_{fr}$, d) $0,46t_{fr}$, e) $0,92t_{fr}$

Wird das Beispiel aus den Abb. 5.4.7 c-e im Gesamtzusammenhang der Kriechschädigung betrachtet, so ist festzustellen, dass Partikelbrüche im gesamten Volumen stattfinden können (Abb. 5.4.8). Weiterhin verdeutlicht Abb. 5.4.8, dass der Bereich der größten Kriechschädigung auf den Bereich der Einschnürung beschränkt ist (vgl. Abb. 5.4.1 b).



Abb. 5.4.8 Partikelbruch aus Abb. 5.4.7c-e im Längsschnitt durch die gesamten Probe bei $0,97t_{fr}$

Für die Analyse der Auswirkung von Partikelbrüchen auf die Kriechschädigung werden nachfolgend vergleichend die Anzahl der Partikelbrüche in den drei Proben betrachtet. Es ergibt sich mit zunehmender Spannung und abnehmender Temperatur eine Zunahme an Partikelbrü-

chen. Probe 3 weist eine höhere Anzahl von Partikelbrüchen auf als Probe 2 und diese wiederum als Probe 1. Den Vergleich des Einflusses der Anzahl der Partikelbrüche auf die Porositätsentwicklung zeigt Abb. 5.4.9 in den Längsschnitten der drei Proben bei jeweils 10% Dehnung.

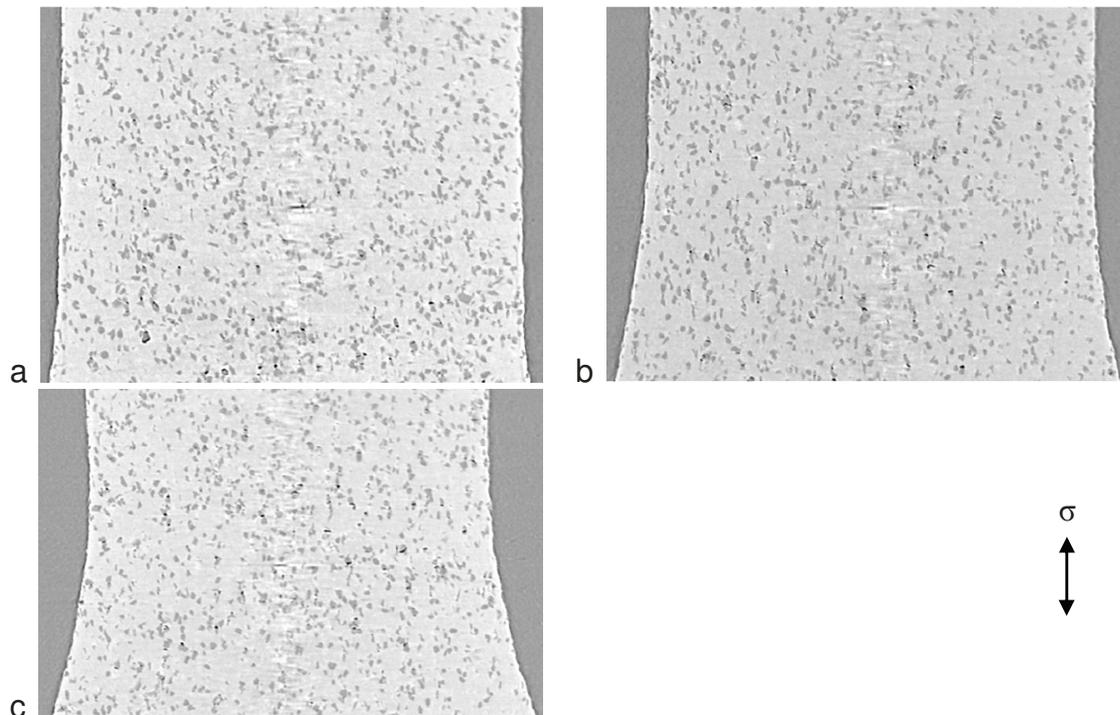


Abb. 5.4.9 Vergleich bei $\varepsilon=10\%$, a) Probe 1, b) Probe 2, c) Probe 3

Die Gegenüberstellung dokumentiert, dass bei gleicher Dehnung von $\varepsilon=10\%$ alle drei Proben eine verschieden große Einschnürung aufweisen. Die Einschnürung von Probe 1 ist am geringsten, gefolgt von einer stärkeren Einschnürung bei Probe 2 und schließlich mit der größten Einschnürung bei Probe 3. Weiterhin zeigt die Darstellung, dass die Anzahl an Partikelbrüchen mit der Porositätsentwicklung der Proben korreliert. Dementsprechend bewirkt eine Zunahme der Anzahl an Partikelbrüchen einen wachsenden Einfluss auf die Porositätsentwicklung der Proben. Neben Poren und Partikelbrüchen wird die Ablösung der Matrix von Partikeln als Schädigungsmechanismus beobachtet. Typischerweise erfolgt diese Delamination -wie bereits oben erwähnt- entlang von Partikelflächen (Abb. 5.4.4), deren Flächennormale in einem Winkel zwischen $\pm 45^\circ$ zur Belastungsrichtung liegen. Ferner kommt es vereinzelt zur Ablösung ganzer Partikel. Die in Abb. 5.4.10 a für Probe 1 dargestellten Beispiele für Matrixablösungen haben ihre Ausgangspunkte bei ca. $0,13t_{fr}$ als „Pore“ an einer scharfen Partikelkante und sind ab ca. $0,22t_{fr}$ als Delamination zu erkennen. Für Probe 2 in Abb. 5.4.10 b sind in beiden Beispielen ebenfalls zunächst Poren bei $0,22t_{fr}$ der Startpunkt lokaler Matrixablösung, die zum Zeitpunkt $0,34t_{fr}$ deutlich flächig ausgeprägt ist. Die Beispiele für Probe 3 in Abb. 5.4.10 c weisen bereits im Ausgangszustand herstellungsbedingte Poren auf, die ab $0,25t_{cr}$ als Delamination in Erscheinung treten. Für Probe 1 und 2 werden bei der hö-

heren Versuchstemperatur $T=510^{\circ}\text{C}$ im Vergleich zu Probe 3 bei der Temperatur $T=480^{\circ}\text{C}$ eine höhere Anzahl von Matrixablösungen beobachtet. Dieses deckt sich mit den Ergebnissen von Broeckmann [BRO01].

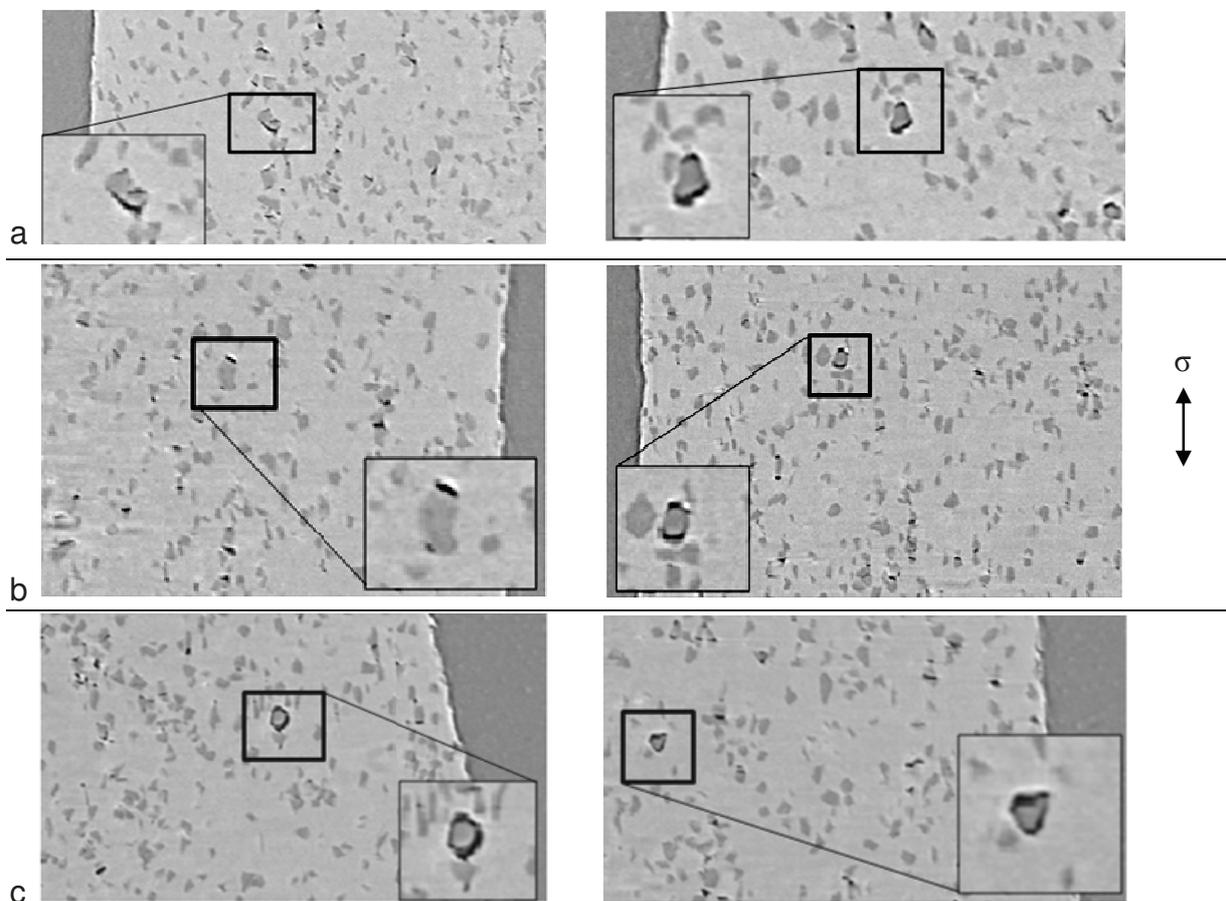


Abb. 5.4.10 Matrixablösungen von Partikeln, a) Probe 1, $0,61t_{fr}$, b) Probe 2, $0,73t_{fr}$, c) Probe 3, $0,42t_{cr}$

Aus der Bruchmechanik für Metalle ist der Bruchmechanismus des Gleitbruchs bekannt. Kennzeichnend für diesen Mechanismus sind einerseits die Hohlrumbildungen durch Ablösen der Matrix von Partikeln und andererseits Gleitvorgänge, die in Schubrichtung, d.h. in $\pm 45^{\circ}$ zur Belastungsrichtung orientiert, stattfinden. Aus der zunehmenden Verformung resultieren ein Wachstum der Poren und das Abscheren der Stege zwischen den Poren. Dieses führt letztendlich zum Versagen des Werkstücks und zur charakteristischen Bruchfläche mit Wabenstruktur [VER96] (Abb. 5.4.11). In dem letzten Tomogramm vor dem Bruch von Probe 1 finden sich Strukturen, die auf den Bruchmechanismus des Gleitbruchs hindeuten (Abb. 5.4.12). In Belastungsrichtung gestreckte Hohlräume lassen in der Nahordnung die dazwischenliegenden Stege erkennen. In der Fernordnung weisen die Hohlräume in einem Winkel von 90° zueinander liegende Wachstumsrichtungen auf, was einer Anordnung der Hohlräume entlang der Schubrichtung in dem Winkel von $\pm 45^{\circ}$ zur Belastungsrichtung entspricht.

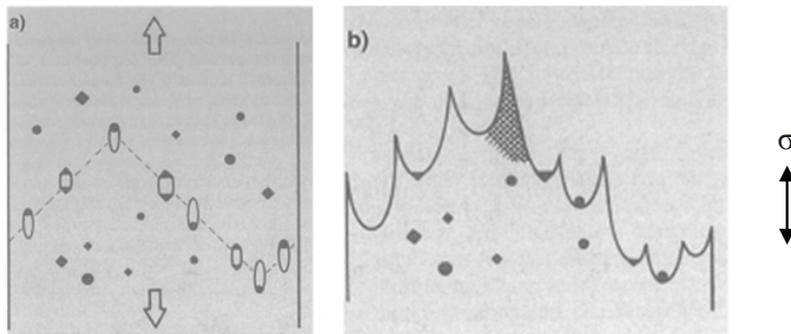


Abb. 5.4.11 Gleitbruch, a) Hohlrumbildung, b) Bruchfläche mit Wabenstruktur [VER96]

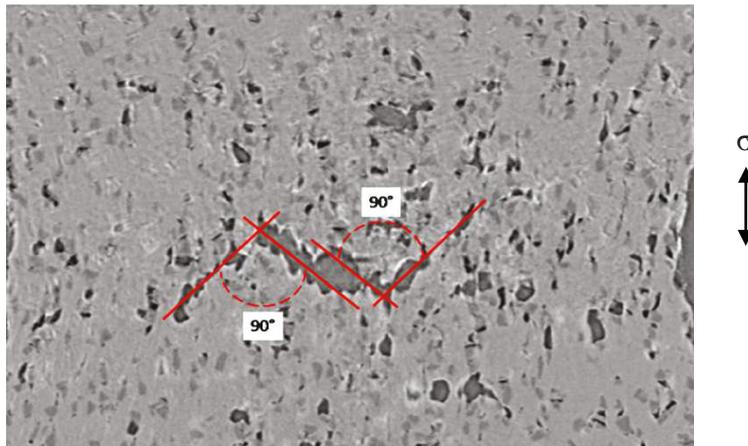


Abb. 5.4.12 Porenwachstum und -zusammenschluss im Winkel von 45° zur Lastachse

Die rasterelektronenmikroskopische Betrachtung der Bruchfläche von Probe 1 bestätigt diesen Befund: Es zeigen sich die für Gleitbrüche typische Wabenstruktur (Abb. 5.4.13 a) und weiterhin deutlich die Schubwaben (Abb. 5.4.13 b). Die Tiefe und Größe der Waben ist ein Maß für die Duktilität des Werkstoffes.

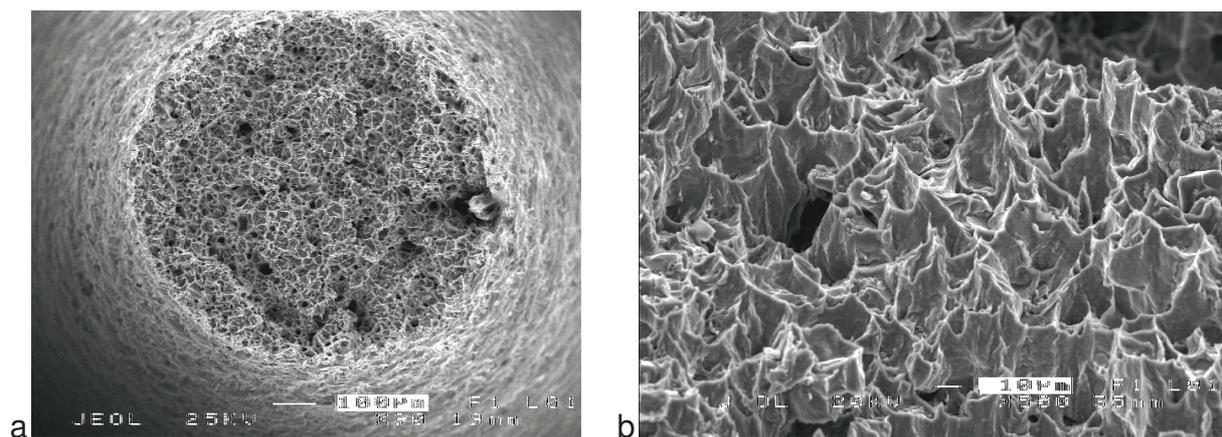


Abb. 5.4.13 REM-Aufnahmen der Bruchfläche von Probe 1, $\sigma = 150\text{MPa}$, $T = 510^\circ\text{C}$, a) Wabenstruktur, b) Schubwaben

Neben den Matrixstrukturen ist die Verstärkungsphase auf der Bruchoberfläche von Interesse. Auf dem Grund der Matrixwaben sind ganze oder gebrochene Partikel und sogar Partikel-Cluster vorhanden (Abb. 5.4.14).

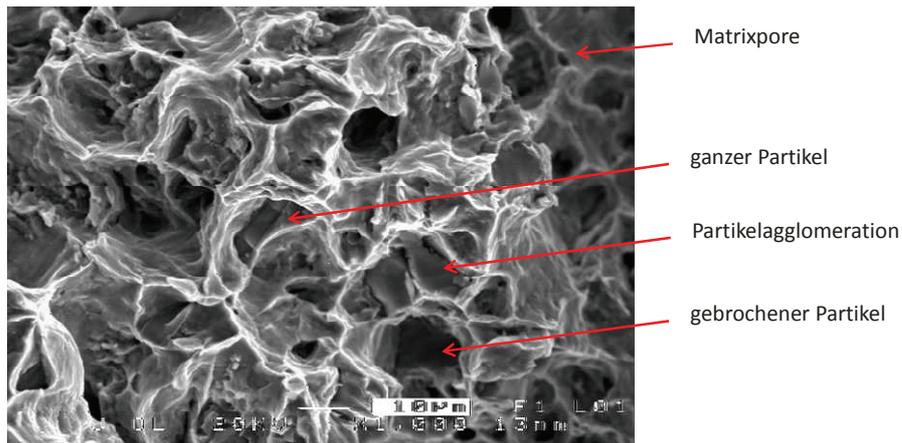


Abb. 5.4.14 REM-Aufnahme der Bruchfläche von Probe 1

Auf der Bruchfläche gelegenen ganzen Partikeln fehlt die Grenzfläche. Die Reaktionsprodukte zwischen Matrix und Partikeln, die TiC-Kristalle, die deren mechanische und chemische Verbindung bewirken (vgl. Abschnitt 2.1.3.3), befinden sich matrixseitig (Abb. 5.4.15). Demgemäß löst sich die Matrix mitsamt der Reaktionszone von der Oberfläche der SiC-Partikel.

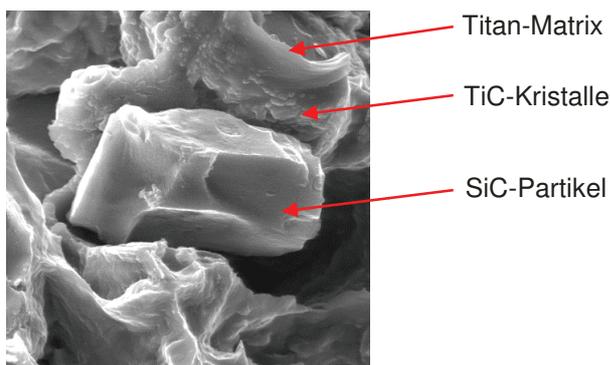


Abb. 5.4.15 Ablösung der Matrix-Grenzfläche von einem SiC-Partikel

Die Anzahl der auf der Bruchoberfläche befindlichen gebrochenen Partikel ist in den tomographischen Aufnahmen nicht gleichermaßen vorhanden. Daraus lässt sich schließen, dass der Bruch vieler auf der Bruchoberfläche gelegenen Partikel erst mit dem Kriechbruch des gesamten Werkstücks erfolgt. Neben den Matrixstrukturen und Partikeln befinden sich auf der Bruchoberfläche fein verteilte Matrixporen (Abb. 5.4.14), die mit $<2\mu\text{m}$ die gleiche Größe wie im Ausgangszustand besitzen, d.h. sie sind am zeitabhängigen Kriechporenwachstum nicht beteiligt. Dieses wird gestützt durch die tomographischen Ergebnisse, bei denen Porenbildung und -wachstum ausschließlich an Partikeln bzw. Partikel-Clustern gefunden wurde. Vergleichbar mit der Probe 1 (Abb. 5.4.12) findet sich in dem letzten Tomogramm vor dem Bruch von Probe 2 bei $0,99t_{fr}$ in der Nahordnung zwar ebenfalls eine nahezu 45° -Ausrichtung zusammengewachsener Poren (Abb. 5.4.16), eine mit Probe 1 vergleichbare Fernordnung über einen größeren Probenbereich ist jedoch nicht vorhanden. Es bestätigt sich anhand Abb. 5.4.16 der Befund aus Abb. 5.4.8, dass die größte Kriechschädigung im Einschnürungsbereich auftritt.

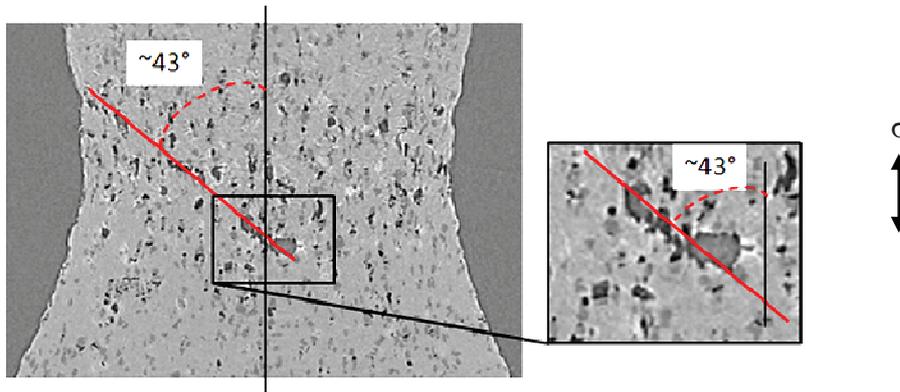


Abb. 5.4.16 Porenwachstum im Winkel von $\sim 43^\circ$ zur Belastungsrichtung

Die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen der Bruchfläche von Probe 2 unterscheiden sich nur geringfügig von der Bruchfläche der Probe 1. Lediglich die Schubwaben sind geringer ausgeprägt (Abb. A13 b). Der Vollständigkeit halber sind diese Aufnahmen im Anhang zu finden (Abb. A13, A14). Da der Kriechversuch der Probe 3 im in-situ Experiment abgebrochen wurde und die Probe nicht bis zum Kriechbruch belastet wurde, liegen keine Auswertungen der Bruchoberfläche vor. Es sei hier auf die Abb. 5.4.9 c verwiesen, die das letzte Tomogramm des Experiments im Längsschnitt zeigt. Die zu diesem Zeitpunkt erst gering vorhandene Porosität lässt keine Aussage über mögliche Versagensmechanismen zu.

5.4.2 AA6061+22% (Al₂O₃)_p

Das Kriechverhalten der vier Aluminium-MMC-Proben zeigt sich verglichen mit den Titan-MMC-Kriechproben trotz höherer homologer Temperatur und ähnlicher Werte für die normierten Spannungen weniger duktil. Der Beginn der ebenfalls auftretenden Einschnürungen kann bereits im ersten Tomogramm nach dem Ausgangszustand, d.h. unmittelbar nach dem Aufbringen der Temperatur, beobachtet werden. Jedoch erreichen die Brucheinschnürungen der Aluminium-basierten MMCs nicht annähernd die Werte des Titan-basierten MMCs. Tabelle 5.7 fasst die Werte für die Einschnürungen zusammen.

Tabelle 5.7 Brucheinschnürungen der Aluminium-MMC-Kriechproben

Probenname	Spannung σ [MPa]	Temperatur T [°C]	Brucheinschnürung Z [%]
Probe B	70	300	4,4
Probe C	60	300	7,3
Probe D	50	300	9,6
Probe E	190	200	4,8

Die Brucheinschnürungen bei der Versuchstemperatur von $T=300^\circ\text{C}$ sind abhängig von der angelegten Spannung σ . Eine Spannungserhöhung bewirkt eine Reduzierung der Einschnürung. Abb. 5.4.17 zeigt beispielhaft die Längsschnitte des Ausgangszustandes und des letzten Tomogramms vor dem Bruch von Probe D, die die größte Einschnürung von $Z=9,6\%$ besitzt. Trotz der im Vergleich zu dem Titan-basierten MMC geringeren Porosität des Aluminium-

basierten MMCs zum Bruchzeitpunkt ist erkennbar, dass der Bereich der größten Kriechschädigung ebenfalls im Einschnürungsbereich lokalisiert ist.

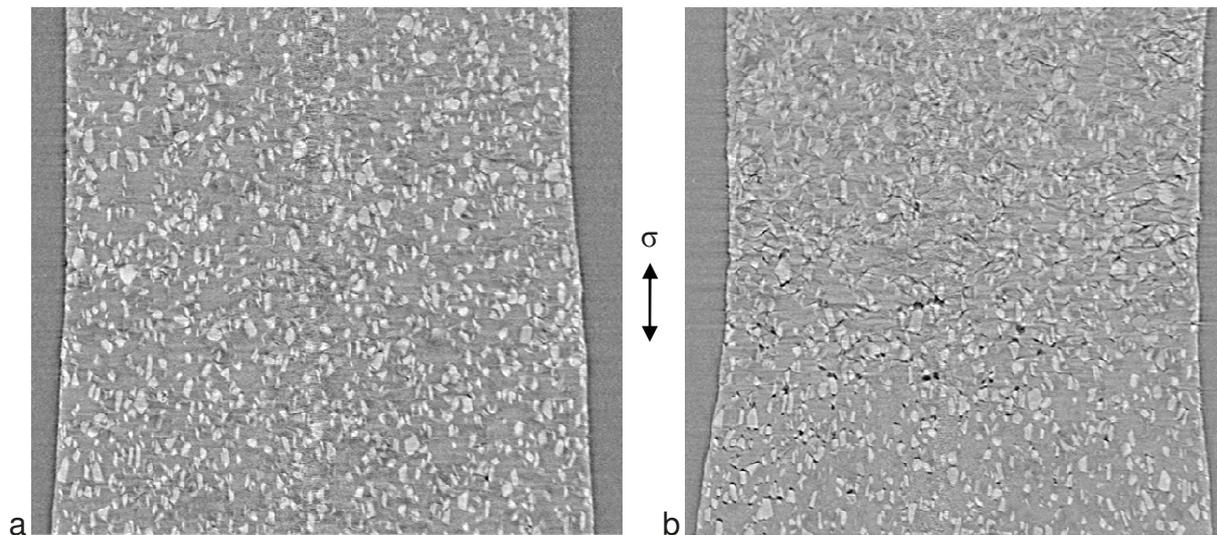


Abb. 5.4.17 Einschnürung Probe D, $\sigma=50\text{MPa}$, $T=300^\circ\text{C}$, a) Ausgangszustand, b) $0,996t_{fr}$

Die Charakterisierung des Ausgangszustandes ergab ebenso wie bei dem Titan-basierten MMC herstellungsbedingte Poren, die im Wesentlichen an Partikeln bzw. Partikel-Clustern lokalisiert sind (vgl. Abschnitt 5.1.2). Lediglich vereinzelt waren Matrixporen zu finden, deren Größe $\ll 1\mu\text{m}$ ist und mit der tomographischen Auflösung von $2^3\mu\text{m}^3/\text{voxel}$ nicht detektiert werden können. Die herstellungsbedingten Poren an Partikeln und Partikel-Clustern im Al-basierten MMC tragen als Ausgangspunkte durch ihr Wachstum mit fortschreitendem Kriechverlauf zur Kriechschädigung bei. Neben den herstellungsbedingten Poren kommt es zur Neubildung von Poren an Partikeln und Partikel-Clustern, die im weiteren Kriechverlauf mit Poren und Matrixablösungen an benachbarten Partikeln zu Mikrorissen zusammenwachsen, die zum Versagen der Kriechprobe führen (Abb. 5.4.18).

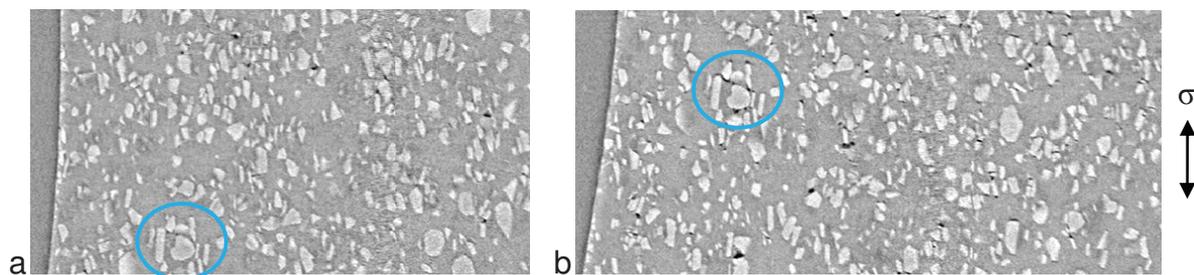


Abb. 5.4.18 Poren an Partikeln und Partikel-Clustern am Beispiel von Probe C, $\sigma=60\text{MPa}$, $T=300^\circ\text{C}$, a) Ausgangszustand, b) $0,92t_{fr}$

Für den Werkstoff AA6061+22%(Al₂O₃)_p sind ebenso, wie im Abschnitt 5.4.1 für den Werkstoff Titan+15%(SiC)_p beschrieben, die scharfen Kanten an den oberen oder unteren Polen von Partikeln, deren Längsachse in Belastungsrichtung orientiert sind, als Entstehungsorte für Poren (Abb. 5.4.4). Poren an scharfen Kanten von Partikeln, deren Längsseiten senkrecht oder bis max. $\pm 45^\circ$ zur Belastungsrichtung orientiert sind, führen häufig zur Matrixablösung ent-

lang der Partikelseiten. Benachbarte Delaminationen wachsen zu Mikrorissen zusammen. Es delaminieren nur vereinzelt Partikel nahezu vollständig. In der Abb. 5.4.19 sind für die beschriebenen Schädigungsmechanismen Beispiele dargestellt.

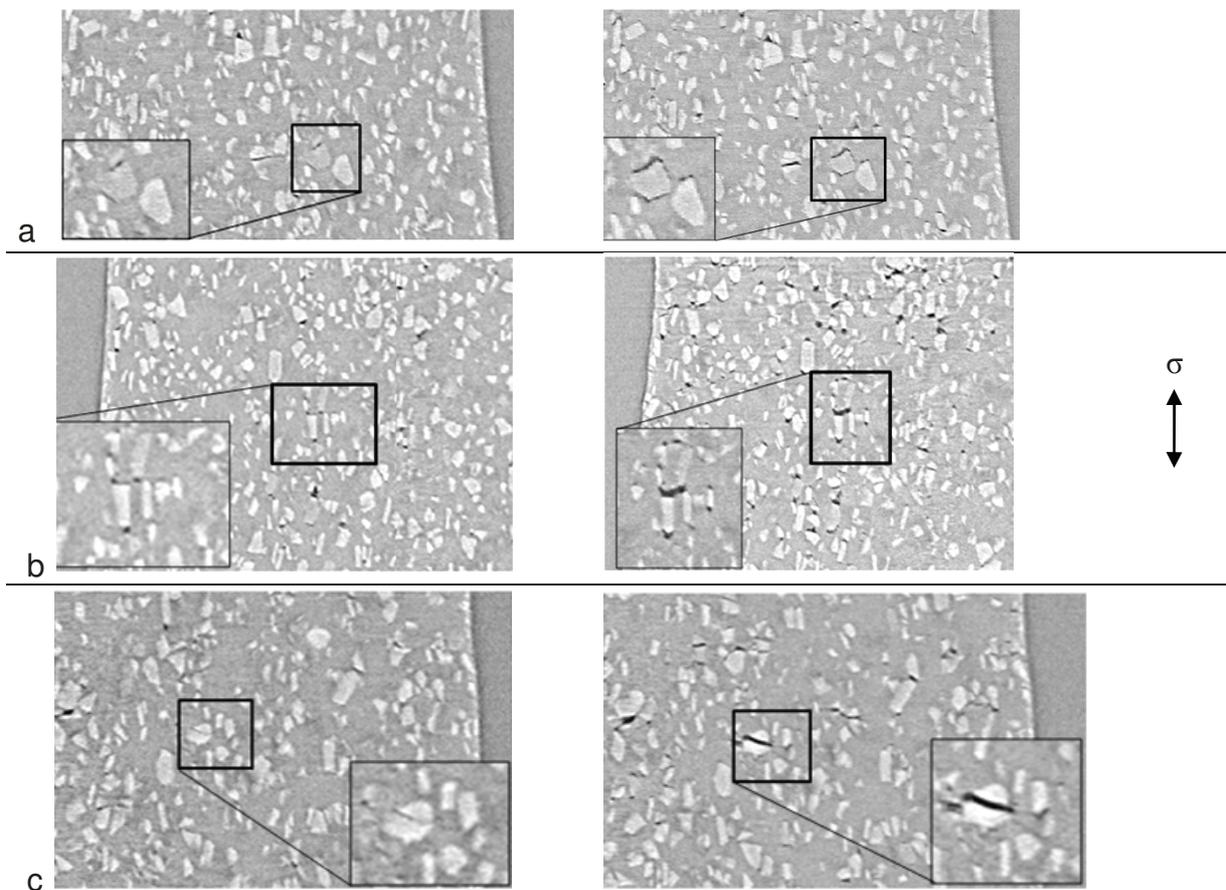


Abb. 5.4.19 Schädigungsmechanismen, a) Probe C, Partikeldelamination, links: Ausgangszustand, rechts: $0,91t_{fr}$, b) Probe D, Mikrorissbildung, links: $0,77t_{fr}$, rechts: $0,98t_{fr}$, c) Probe E, Partikelbruch, links: $0,03t_{fr}$, rechts: $0,96t_{fr}$

In den Ausgangszuständen aller vier Proben sind in den tomographischen Aufnahmen keine gebrochenen Partikel vorhanden. Partikelbrüche treten bei allen Proben in den Tomogrammen erstmals nach der Last- und Temperaturaufbringung in Erscheinung (Abb. 5.4.19 c, links). Die Partikelbrüche liegen senkrecht zur Partikellängsachse und treten in Partikeln auf, deren Längsausrichtung in Lastrichtung oder einem kleinen Winkel dazu orientiert ist. Die Bruchflächen klaffen mit fortschreitendem Kriechverlauf zunehmend auseinander (Abb. 5.4.19 c, rechts).

Da sich die Porosität von Probe B ausgehend von 0,03vol-% bei $0,04t_{fr}$ nur unwesentlich auf 0,07vol-% bei $0,74t_{fr}$, dem Zeitpunkt des letzten scharfen Tomogramms dieses Experiments, ändert, kann für diese Probe keine Aussage bzgl. des vorherrschenden Schädigungsmechanismus getroffen werden. Zum Vergleich: In den jeweils letzten Tomogrammen vor dem Bruch werden für die Proben C und E ca. 0,3vol-% und für Probe D ca. 0,8vol-% Porositätsanteil bei Ausgangsporositäten, die zwischen 0,03-0,07vol-% liegen, detektiert.

Abb. 5.4.20 zeigt vergleichend die letzten scharfen Tomogramme der Proben C, D und E vor dem Bruch.

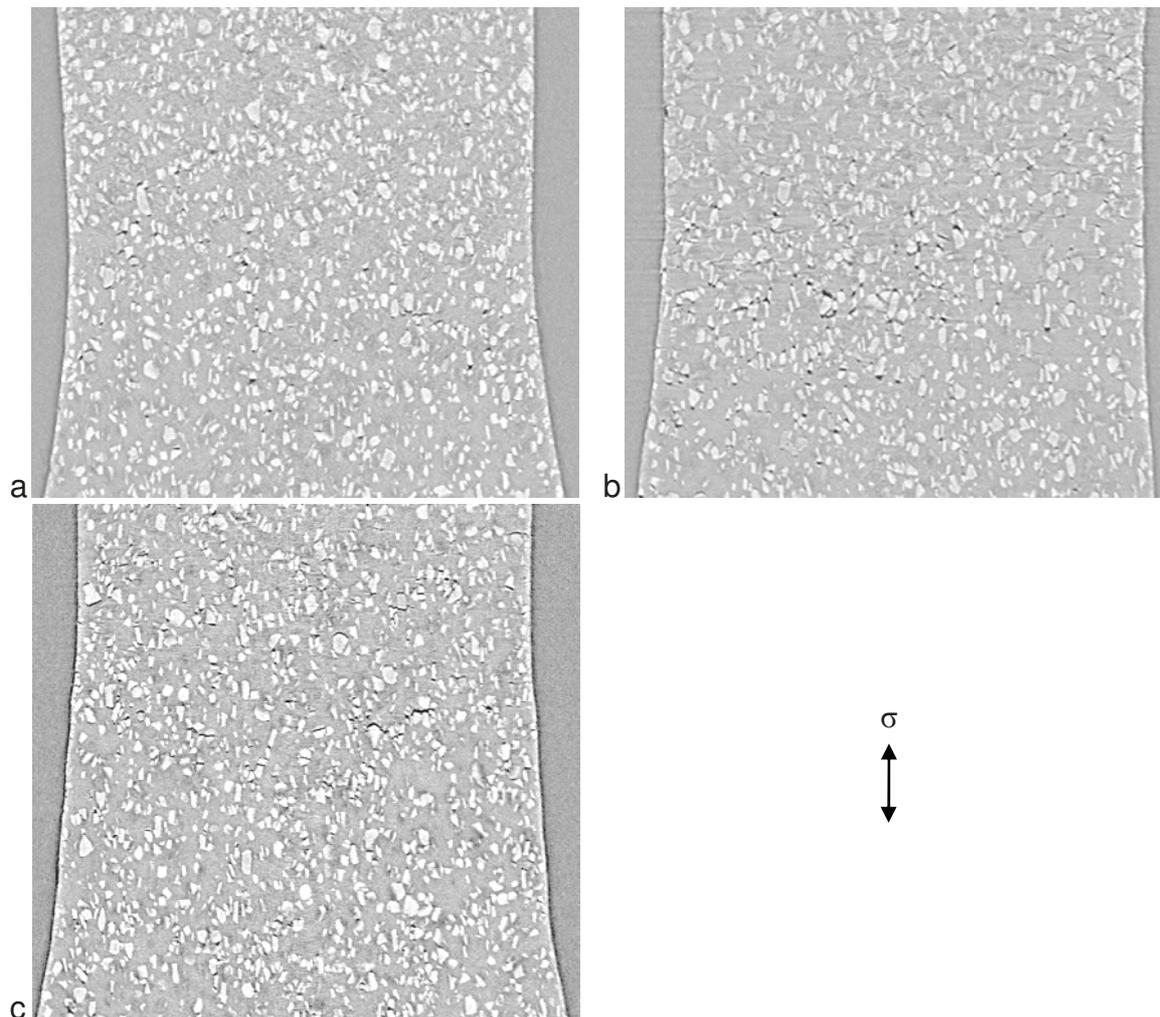


Abb. 5.4.20 Tomogramme kurz vor dem Bruch, a) Probe C, $0,92t_{fr}$, b) Probe D, $0,98t_{fr}$, c) Probe E, $0,96t_{fr}$

Die Darstellungen veranschaulichen, dass sich für die verschiedenen Kriechbelastungen die jeweils dominierenden Schädigungsmechanismen unterscheiden. Der Längsschnitt von Probe C (Abb. 5.4.20 a) weist überwiegend Poren an den Polen der Partikel auf. Haben im Kriechverlauf derartige Poren zu Matrixablösungen an senkrecht zur Belastungsrichtung orientierten Partikelflächen geführt und ist dieser Vorgang ebenfalls an benachbarten Partikeln aufgetreten, wachsen diese Ablösungen zu senkrecht zur Belastungsrichtung orientierten Mikrorissen zusammen, die lediglich eine geringe Ausdehnung in Lastrichtung zeigen. Partikelbrüche finden sich nur selten im Volumen und tragen nicht wesentlich zum Bruchverhalten bei. Betrachtet man den Längsschnitt von Probe D (Abb. 5.4.20 b), weist dieser ebenso wie Probe C Poren und Matrixablösungen an den Polen der Partikel auf. In der Gegenüberstellung zu Probe C überwiegen bei Probe D optisch die Erhöhung der Porosität insgesamt sowie Matrixablösungen verglichen mit den an Partikelpolen befindlichen Poren. Die in Probe D senkrecht

zur Lastrichtung zu Mikrorissen zusammengewachsenen Matrixablösungen zeigen eine deutlich größere Öffnung in Richtung der Belastungsrichtung als die Mikrorisse in Probe C. Diese Befunde werden durch Abb. 5.3.14, Abb. 5.3.17 bzw. Abb. A9 b gestützt (vgl. Abschnitt 5.3.2.1, Anhang). Diese zeigen einerseits die deutlich größere Porosität (Abb. 5.3.14 b, c), höhere Porenanzahlen und größere Porenvolumina (Abb. 5.3.27, Abb. A9 b) der Probe D gegenüber der Probe C. Die nach ihrer Orientierung zur Lastrichtung differenzierten Porengeometrien unterstützen sowohl in der Auftragung der Porenanzahlen als auch der Porenvolumina (Abb. 5.3.18 b, c) ebenfalls die aus den Tomogrammen ermittelten Schädigungsmechanismen. Ebenso wie bei Probe C finden sich bei Probe D kurz vor dem Bruch nur vereinzelte gebrochene Partikel, deren Beitrag zum Kriechbruchverhalten gering ist.

Im Ausgangszustand von Probe E sind wie in allen anderen Proben lediglich vereinzelt gebrochene Partikel und zudem Poren an Partikel-Clustern vorhanden. Bereits in dem ersten Tomogramm nach dem Aufbringen der Temperatur findet sich ein signifikant höherer Anteil an gebrochenen Partikeln im Vergleich zu den Proben B, C und D, die mit geringeren mechanischen und höheren thermischen Belastungen beaufschlagt waren. Im weiteren Kriechverlauf führen die herstellungsbedingten Poren an den Partikel-Clustern und vor allen Dingen das Spaltbreitenwachstum der gebrochenen Partikel zu Ablösungen der Matrix von den Partikeln, die an benachbarten Partikeln senkrecht zur Lastrichtung zu Mikrorissen zusammenwachsen (Abb. 5.4.20 c). Vergleichbar mit den Proben C und D tritt an scharfen Kanten von Partikeln Porenbildung auf. Diese spielt jedoch im Vergleich zur Mikrorissbildung, die durch Partikelbruch sowie Matrixablösung von den Partikeln verursacht wird, für das Bruchverhalten von Probe E eine untergeordnete Rolle.

Vergleicht man in den letzten scharfen Tomogrammen vor dem jeweiligen Bruch die durchschnittliche Ausdehnung der Mikrorisse in Belastungsrichtung, die letztendlich zum Bruch führen, so ergeben sich mittlere Rissbreiten von $b_{r,C} = 5,98 \mu\text{m}$ für Probe C, $b_{r,D} = 13,4 \mu\text{m}$ für Probe D und $b_{r,E} = 4,82 \mu\text{m}$ für Probe E. Diese Werte spiegeln die Duktilität des Bruchverhaltens der Kriechbelastungen wider, das sich ebenfalls anhand der Bruchflächen beurteilen lässt. Deren rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen sind beispielhaft an den Proben C (Abb. 5.4.21 a) und E (Abb. 5.4.21 b) dargestellt. Die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen der Bruchflächen der Proben B und D finden sich im Anhang (Abb. A15 a, b). Alle Bruchflächen zeigen die für den duktilen Gewaltbruch typische Wabenstruktur, wie sie bereits im Abschnitt 5.4.1 beschrieben ist. Im Wabengrund befinden sich für die Proben B, C und D im Wesentlichen ganze Partikel bzw. Cluster ganzer Partikel. Im Gegensatz dazu überwiegt bei Probe E die Anzahl gebrochener Partikel die Anzahl nicht gebrochener Partikel im Wabengrund. Die auf der Bruchoberfläche freigelegten ganzen Partikel der Proben B, C und D zeigen an ihrer Oberfläche eine weitgehend intakte Spinellschicht bestehend aus MgAl_2O_4 , die die Reaktionszone zwischen der Matrix und den Al_2O_3 -Partikeln bildet. Dieses weist darauf

hin, dass hier eine vollständige Ablösung der Matrix von den Partikeln vor dem Bruch stattgefunden hat. An vielen Partikeln im Wabenrund sind bei Probe B weitere Poren und Matrixablösungen zu finden. Bei den Proben C und D treten ebenfalls zusätzliche Matrixablösungen am Grund der Waben an den Partikeln auf, wenn auch deutlich weniger verglichen mit Probe B. Bei Probe E weisen die freigelegten Oberflächen ganzer Partikel überwiegend ein weiteres, feines Wabenmuster von Matrixmaterial auf. Daraus kann geschlossen werden, dass hier keine oder zumindest keine vollständige Ablösung der Matrix von den Partikeln vor dem Bruch erfolgte. Nach [BRO01] befinden sich auf den Partikeln kerbförmige Gräben um die Spinellteilchen, die mit Matrixmaterial gefüllt sind. Dieses kann durch mechanische Verklammerung einerseits die Grenzflächenhaftung verbessern, andererseits ist aufgrund der Kerbwirkung eine Änderung der Spannungsverteilung im Partikel zu erwarten, was zu Partikelbruch führen kann. Die Experimente zeigen, dass die auftretenden Schädigungen an und in den Partikeln spannungs- und/ oder temperaturabhängig sind. Lediglich bei Probe E sind auf der Bruchfläche riefenartige Matrixstrukturen zu finden, die von der Gestalt her der Erscheinungsform eines transkristallinen Gleitbruchs, der unter bestimmten Bedingungen bei aushärtbaren Aluminium-Legierungen auftritt, entsprechen und somit dem Restgewaltbruch zuzuordnen sind [VER96].

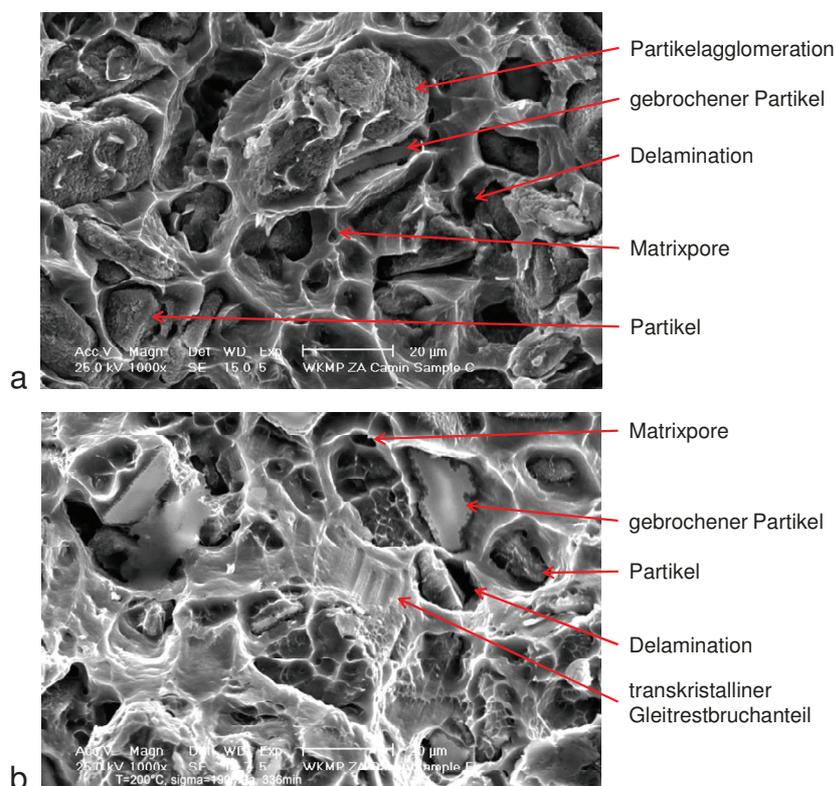


Abb. 5.4.21 Bruchflächen der AA6061+22%Al₂O₃-Kriechproben, a) Probe C, $\sigma = 60\text{MPa}$, $T = 300^\circ\text{C}$, b) Probe E, $\sigma = 190\text{MPa}$, $T = 200^\circ\text{C}$

Auf den Bruchflächen aller Proben befinden sich Matrixporen, die bei Probe B eine maximale Größe von ca. $4\mu\text{m}$ sowie bei Probe E von ca. $3\mu\text{m}$ aufweisen, womit die Matrixporengrößen

nur knapp oberhalb der tomographischen Auflösungsgrenze von ca. $2^3\mu\text{m}^3/\text{voxel}$ liegen und ein tomographischer Nachweis somit nicht erfolgen kann. Aufgrund ihrer geringen Größe haben die Matrixporen keinen Einfluss auf die Versagensmechanismen der untersuchten Kriechproben. Die auf der Bruchoberfläche detektierten Matrixporen liegen im Wesentlichen an Wabentripelpunkten. Daraus ist abzuleiten, dass sie aufgrund von Gleitprozessen entstehen.

5.4.3 AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p

Bei dem Vergleich der Bruchdehnungen aller drei untersuchten MMC-Werkstoffe (vgl. Abschnitt 5.2) erreichen die Bruchdehnungen des Werkstoffes AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p abgesehen von Probe E des Werkstoffes AA6061+22%(Al₂O₃)_p die geringsten Werte. Die größte Brucheinschnürung von $Z = 1,2\%$ besitzt Probe 5, wie aus dem letzten scharfen Tomogramm vor dem Kriechbruch bei $0,98t_{fr}$ entnommen werden kann. Für die Proben 6 und 10 bleiben die Querschnittsflächen bis zum Kriechbruch bzw. zum Abbruch des Experiments erhalten und verändern sich nicht. Von den drei untersuchten Werkstoffen zeigt demnach der Werkstoff AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p die geringste Duktilität.

Abb. 5.4.22 stellt exemplarisch den Längsschnitt durch Probe 5 im Ausgangszustand (a) und bei $0,98t_{fr}$ (b) dar. Bei $0,98t_{fr}$ weist Probe 5 in dem Bereich der Einschnürung einen deutlichen Riss auf, der senkrecht zur Belastungsrichtung liegt (Abb. 5.4.22 b, Ausschnitt).

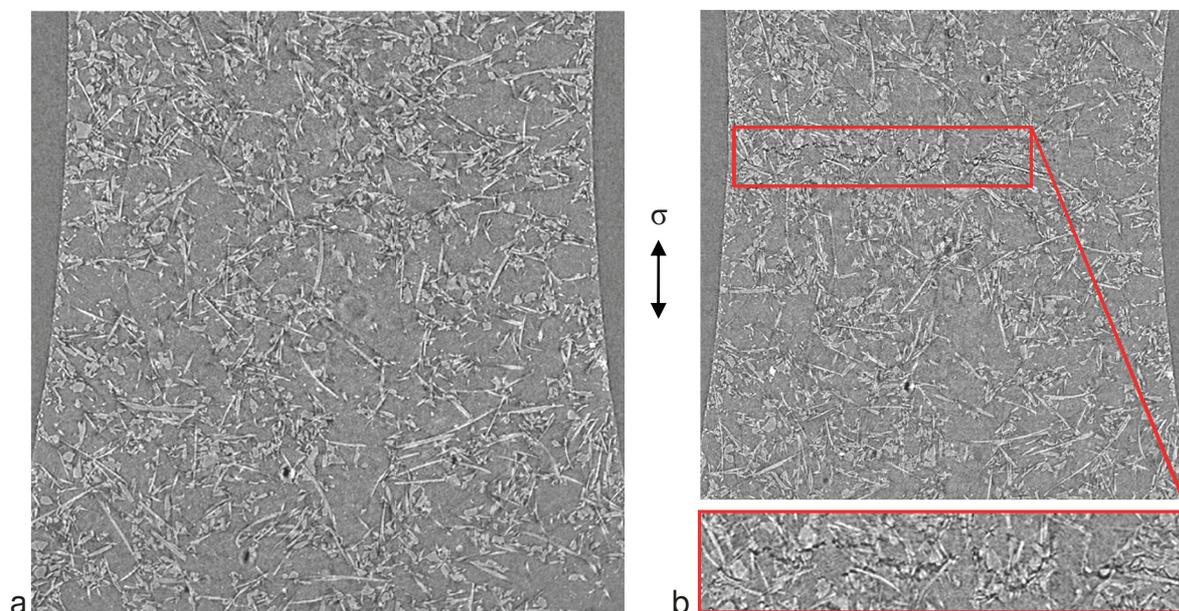


Abb. 5.4.22 Längsschnitt Probe 5, a) Ausgangszustand, b) $0,98t_{fr}$

Ein ebensolcher Riss findet sich für Probe 6 im letzten Tomogramm vor dem Bruch und wird hier deshalb nicht dargestellt. Vergleicht man für Probe 5 die Längsschnitte des Ausgangszustandes und bei $0,98t_{fr}$ aus Abb. 5.4.22 a, b, so zeigt sich im Unterschied zu den Werkstoffen Titan+15%(SiC)_p und AA6061+22%(Al₂O₃)_p, dass die Kriechschädigung auf ein sehr eng be-

grenztes Probenvolumen beschränkt ist. Abb. 5.4.22 b unterstützt die in Abschnitt 5.3.3.1 gewonnenen Ergebnisse, nach denen die Kriechschädigungen, die zum Versagen des Werkstoffes führen, nicht durch eine fortschreitende Porenbildung und -entwicklung, wie sie kennzeichnend für die Werkstoffe Titan+15%(SiC)_p und AA6061+22%(Al₂O₃)_p sind, bestimmt sind. Die herstellungsbedingte Porosität, die an Verstärkungs-Clustern lokalisiert und im Volumen homogen verteilt ist, liefert keinen Beitrag zum Versagen des MMC-Werkstoffes A-E42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p. Vielmehr versagt der Werkstoff durch das zeitabhängige Wachstum von Faserbruchspalten und durch das Zusammenwachsen von Faserbruchspalten mit Verstärkungsdelaminationen, die sich zu Mikrorissen vereinigen.

Im Ausgangszustand sind im Volumen keine Verstärkungsbrüche zu finden. Lediglich im Randbereich zeigen sich beliebig orientierte, gebrochene Fasern, die mitunter in mehrere Bruchstücke fragmentiert sind (Abb. 5.4.23). Es ist anzunehmen, dass diese Fasern bei der spanenden Probenherstellung brechen. Im fortschreitenden Kriechversuch ändern sich diese Faserfragmente bzgl. ihrer Lage zueinander bzw. im Volumen nicht und sind auch keine Ausgangspunkte für Porenentstehung und nachfolgendes Porenwachstum, d.h. sie haben keinen Einfluss auf das Kriech- und Bruchverhalten der Proben.

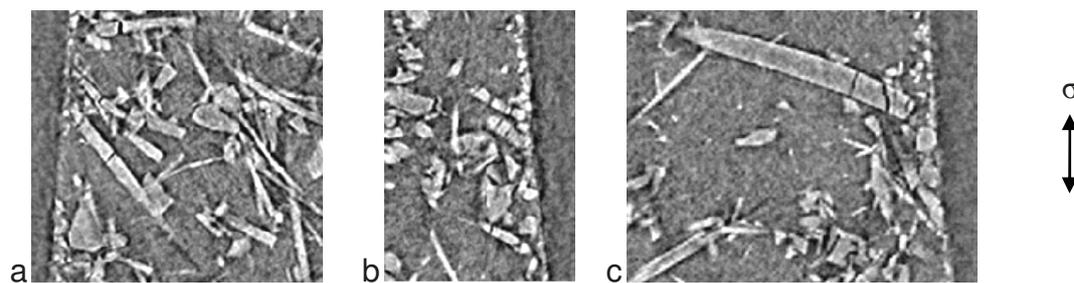


Abb. 5.4.23 Fragmentierte Fasern im Randbereich, Ausgangszustand, a) Probe 5, b) Probe 6, c) Probe 10

Bereits im ersten Tomogramm nach dem Aufbringen der Temperatur sind bei im Ausgangszustand intakten Fasern, die im Volumen liegen, Faserbrüche zu erkennen (Abb. 5.4.24). Es sei daran erinnert, dass bei den tomographischen Aufnahmen des Ausgangszustandes die mechanische Last bereits an der Probe anliegt.

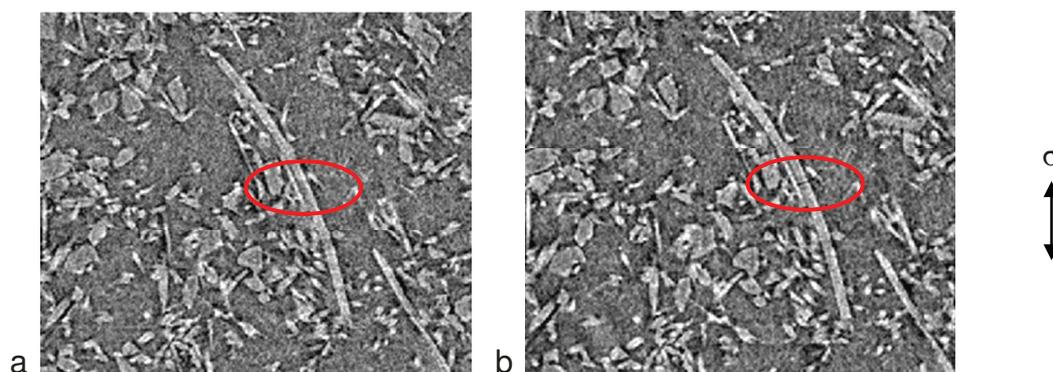


Abb. 5.4.24 Faserbruch, Probe 6, a) Ausgangszustand mit mechanischer Last, b) mit mechanischer Last, nach T-Aufbringung

Die Temperaturaufbringung ist jedoch nicht alleinige Ursache für Faserbrüche. Es kommt ferner mit fortschreitendem Kriechverlauf zu weiteren Faserbrüchen. Abb. 5.4.25 zeigt dieses am Beispiel von Probe 5 anhand einer Faser, die zu den Zeitpunkten $0,6t_{fr}$ intakt, bei $0,72t_{fr}$ jedoch gebrochen ist (blaue Markierung).

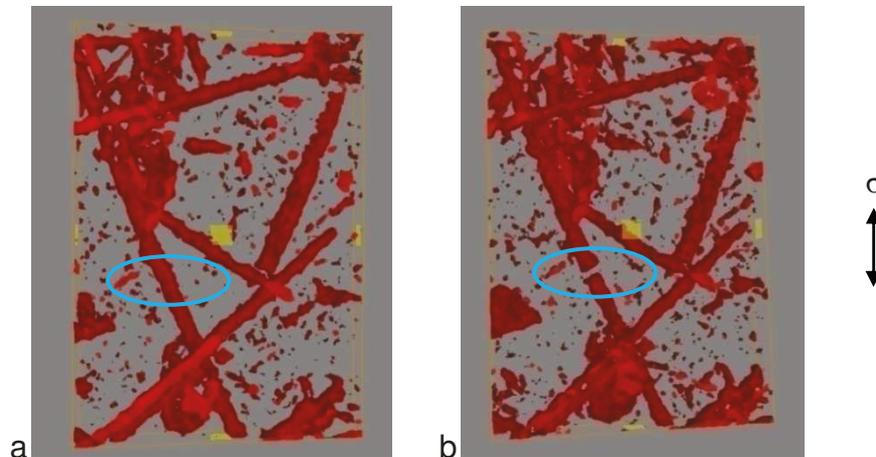


Abb. 5.4.25 Probe 5, a) $0,6t_{fr}$, b) $0,72t_{fr}$

Von Faserbrüchen betroffen sind Fasern, deren Längsachse in Belastungsrichtung oder maximal in einem Winkel von $\pm 45^\circ$ dazu orientiert ist (Abb. 5.4.26, gelber Kreis, Abb. 5.4.27, rote Kreise).

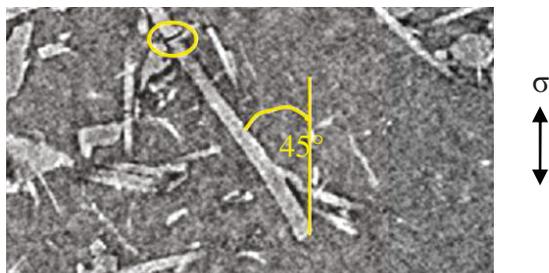


Abb. 5.4.26 Grenzwinkel für Faserbrüche [KIL13]

Die Faserbruchstellen liegen zum Großteil senkrecht zur Faserlängsachse. Eine Ausnahme wird weiter unten beschrieben. Fasern, deren Orientierungswinkel β_S der Längsachsen zwischen 45° bis 90° zur Belastungsrichtung orientiert sind, brechen im Verlauf des Kriechexperiments nicht (Abb. 5.4.27, gelbe Pfeile).

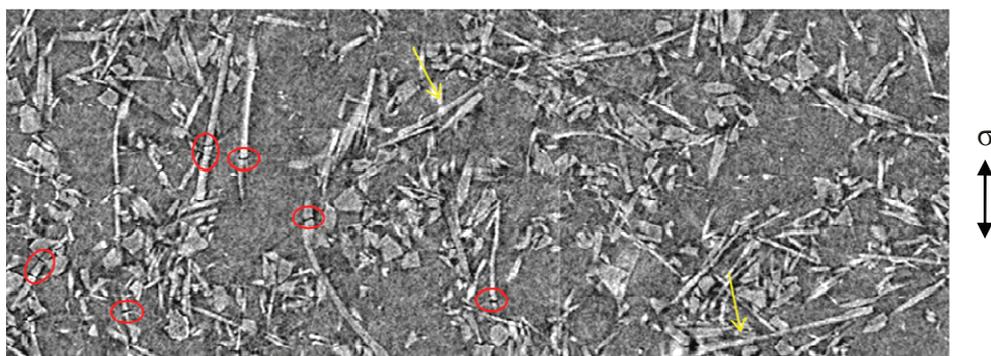


Abb. 5.4.27 Faserbruchverhalten in Abhängigkeit vom Orientierungswinkel β_S [KIL13]

In allen Proben finden sich Ein- und Mehrfachbrüche von Fasern. In Abb. 5.4.28 sind hierzu Beispiele dokumentiert. Die einzelnen Bruchfragmente bei Ein- und Mehrfachbrüchen besitzen nicht zwangsläufig die gleiche Länge (Abb. 5.4.28 c, rote Markierung). Auffällig indes ist, dass benachbarte Fasern etwa in der gleichen z-Höhe -bezogen auf das Gesamprobenvolumen- brechen, unabhängig von der Lage des Bruches in der einzelnen Faser selbst (Abb. 5.4.28 c, blaue Markierung und Abb. 5.4.29). Daraus lässt sich schließen, dass für die Lage eines Bruches innerhalb einer Faser nicht ausschließlich die von außen anliegende Spannung bestimmend ist, sondern zudem von ihrer Nachbarschaft zu anderen Fasern und/ oder Partikeln abhängt.

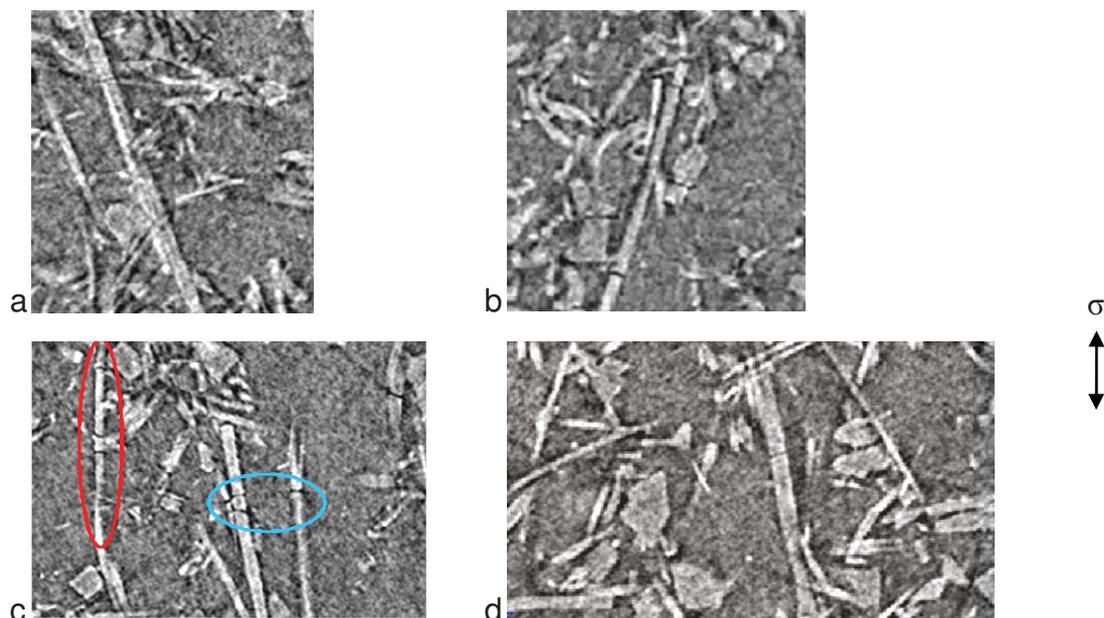


Abb. 5.4.28 Faserbrüche, a) Probe 5, $0,04t_{fr}$, b) Probe 6, $0,66t_{fr}$, c) Probe 5, $0,3t_{fr}$, d) Probe 10, $0,04t_{cr}$

Die Abb. 5.4.29 verdeutlicht, dass die Nachbarschaft zu anderen Verstärkungen dazu führen kann, dass ein Faserbruch nicht senkrecht zur Faserlängsachse erfolgt (gelber Pfeil), wie bereits oben erwähnt wurde.

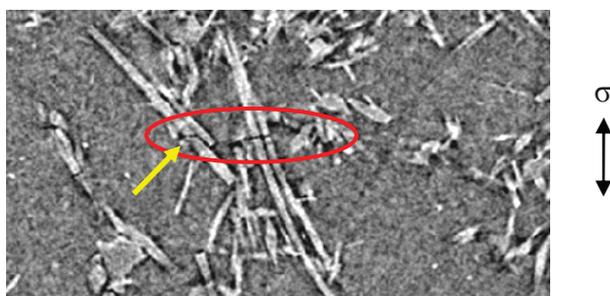


Abb. 5.4.29 Faserbrüche benachbarter Fasern, Probe 10, $\sigma = 45\text{MPa}$, $T = 270^\circ\text{C}$

Die Brüche innerhalb einer Faser können mit der Tomographie erst detektiert werden, wenn die Bruchstellen so weit auseinanderklaffen, dass sie mit der Auflösung des Detektors erfasst werden können. Daraus resultierend muss bei der Betrachtung von Faserbrüchen einschrän-

kend angemerkt werden, dass im Rahmen dieser Arbeit nicht der tatsächliche Zeitpunkt des Bruches bestimmt wird, sondern der Zeitpunkt, an dem die Spaltflächen nachweisbar beginnen auseinanderzuklaffen. Das Auseinanderklaffen der Bruchstellen von Mehrfachbrüchen - und damit möglicherweise die Entstehung der Brüche selbst- einer Faser oder eines Faserpakets kann zu verschiedenen Zeitpunkten des Kriechens erfolgen (vgl. Abschnitt 5.3.3.1), wie es ebenfalls von Dlouhy beschrieben wird [DLO95]. Abb. 5.4.30 zeigt anhand von Probe 6 zwei Faserbrüche innerhalb eines Faserpakets, die zu verschiedenen Zeitpunkten des Kriechverlaufs entstanden sind.

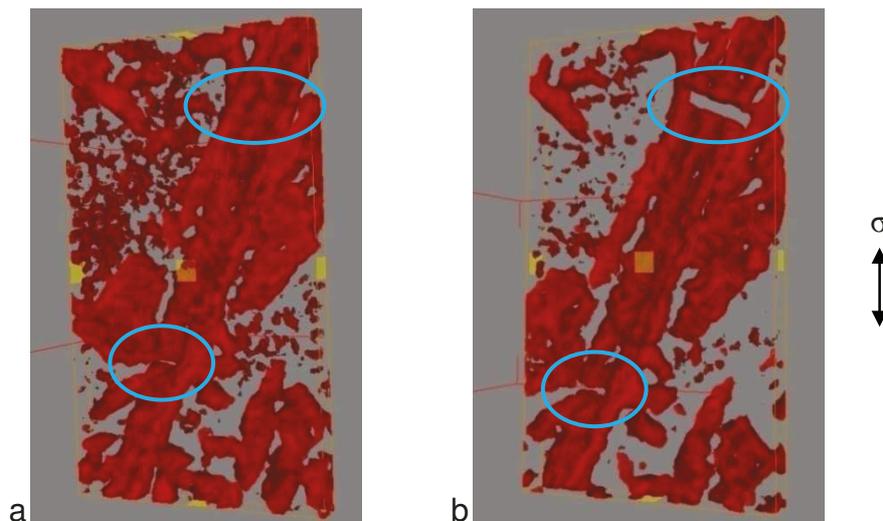


Abb. 5.4.30 Probe 6, Mehrfachbruch, a) $0,4t_{fr}$, b) $0,97t_{fr}$

Die zeitlich später erfolgte Bruchstelle im oberen Bildbereich weist kurz vor dem Kriechbruch der Probe eine signifikant größere Spaltbreite auf als der zeitlich früher erfolgte Bruch. Der Beitrag der einzelnen Spaltbreite eines Faserbruchs bzw. eines Faserpaketbruchs zur Kriechdehnung kann demnach durchaus unterschiedlich groß sein und ist zudem vom Bruchzeitpunkt unabhängig. Abb. 5.4.31 veranschaulicht anhand von Probe 6 und Probe 5 das Beispiel von Mehrfachbrüchen innerhalb einer Faser, die zeitgleich durch das Aufheizen entstanden sind (Abb. 5.4.31, links). Im fortschreitenden Kriechverlauf klaffen die Spaltflächen der Bruchstellen unterschiedlich weit auseinander (Abb. 5.4.31, rechts). Weiterhin können Spaltbreiten im Kriechverlauf nahezu unverändert bleiben (Abb. 5.4.31 b, gelbe Pfeile), während andere Spalte innerhalb der gleichen Faser wachsen (Abb. 5.4.31 b, rote Pfeile). Die Spaltbreite eines einzelnen Faserbruches in einer mehrfach gebrochenen Faser ist demzufolge ebenfalls kein Indiz für den Zeitpunkt des Faserbruches. Der Beitrag zur Kriechdehnung von Faserbrüchen, die innerhalb einer Faser zum selben Zeitpunkt entstanden sind, kann folglich ebenfalls verschieden groß sein.

Das Spaltbreitenwachstum zeitgleich mehrfach gebrochener Fasern, die in einem Winkel zur Belastungsrichtung orientiert sind, verhält sich vergleichbar dem Wachstum der in Belastungsrichtung ausgerichteten Fasern.

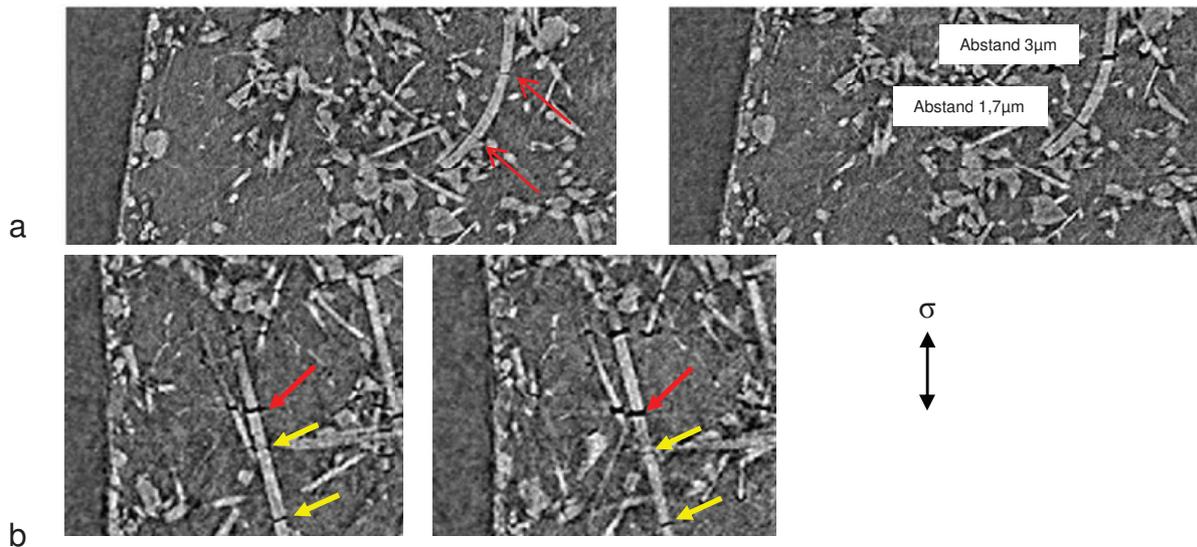


Abb. 5.4.31 Spaltbreitenwachstum von Mehrfachbrüchen, a) Probe 6, links: $0,024t_{fr}$, rechts: $0,97t_{fr}$, b) Probe 5, links: $0,26t_{fr}$, rechts: $0,8t_{fr}$

Partikelbrüche wurden in diesem Werkstoff nicht beobachtet.

Neben der Porosität in der Matrix und den Faserbrüchen treten als weiterer Kriechschädigungsmechanismus Matrixablösungen an beiden Verstärkungsphasen auf. Die an den Partikeln stattfindende Delamination folgt den gleichen Gesetzmäßigkeiten, wie sie bereits in den Abschnitten 5.4.1 und 5.4.2 für die beiden partikelverstärkten Matrix-Werkstoffe beschrieben wurden, weshalb in diesem Abschnitt nicht näher darauf eingegangen werden soll. Ebenso wie bei den Partikeln ist die Orientierung der Kurzfaserverstärkungsphase zur Belastungsrichtung des hybridverstärkten AE42-Werkstoffes von Bedeutung. Bei den Kurzfasern treten in Abhängigkeit von der Orientierung ihrer Längsachse zur Belastungsrichtung zwei Arten der Matrixablösungen auf: Einerseits findet Delamination am unteren und oberen Faserpol statt (Abb. 5.4.32). Andererseits delaminiert die Matrix entlang der Fasermantelfläche (Abb. 5.4.34).

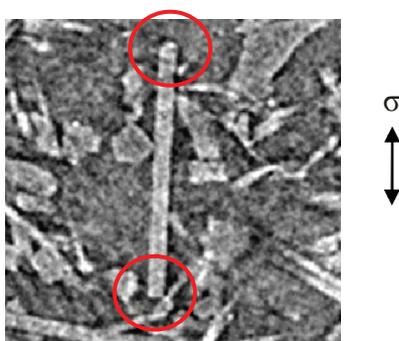


Abb. 5.4.32 Delamination der Matrix an den Faserpolen, Beispiel Probe 5, $t = 0,26t_{fr}$

Die Delamination der Matrix an beiden Faserenden erfolgt nicht zwangsläufig zu den gleichen Zeitpunkten. In Abb. 5.4.32 delaminiert bei Probe 5 die Matrix zuerst am oberen Faserende bei ca. $0,04t_{fr}$ und später am unteren Faserende bei ca. $0,19t_{fr}$. Dieses Phänomen zeigt

sich ebenfalls bei Probe 6, wobei die Ablösung am oberen Faserende zu einem Zeitpunkt vor $0,1t_{fr}$ und am unteren Faserende bei ca. $0,2t_{fr}$ einsetzt. Delamination an den Faserpolen tritt nicht nur an Fasern auf, die parallel zur Belastungsrichtung orientiert sind (Abb. 5.4.33).

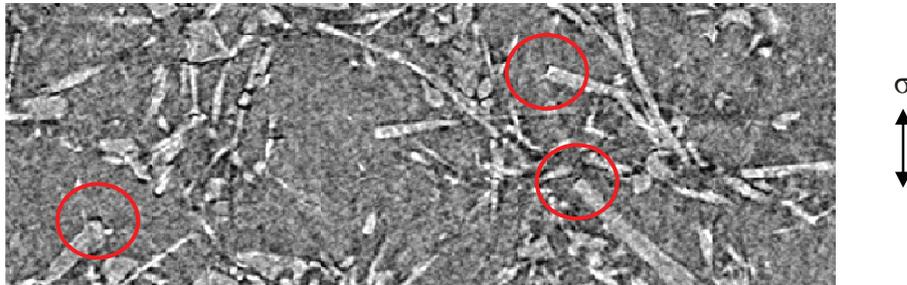


Abb. 5.4.33 Matrixablösung an Faserpolen von Fasern, die nicht parallel zur Belastungsrichtung liegen, Beispiel Probe 5 bei $0,98t_{fr}$

An Fasern, die innerhalb eines Winkels von $< \pm 65^\circ$ zur Belastungsrichtung liegen, delaminiert die Matrix an den Faserpolen. Bei einem Winkel der Faserlängsachse zur Belastungsrichtung von $> \pm 65^\circ$ wird der Anteil der Matrixablösung an den Faserpolen geringer und nimmt an der Fasermantelfläche zu (Abb. 5.4.34, rote Pfeile).

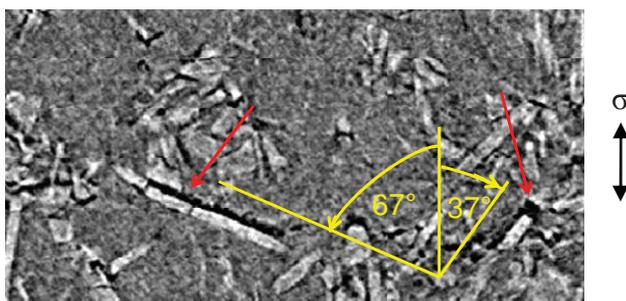


Abb. 5.4.34 Matrixablösungen an Kurzfasern in Abhängigkeit vom Orientierungswinkel der Faserlängsachse zur Belastungsrichtung

Die Ablösung der Matrix an der Fasermantelfläche ist in der größten Verformungszone und deren Nahbereich, in der der Kriechbruch erfolgt, deutlich größer als in Bereichen, die weiter entfernt sind (Abb. 5.4.35).

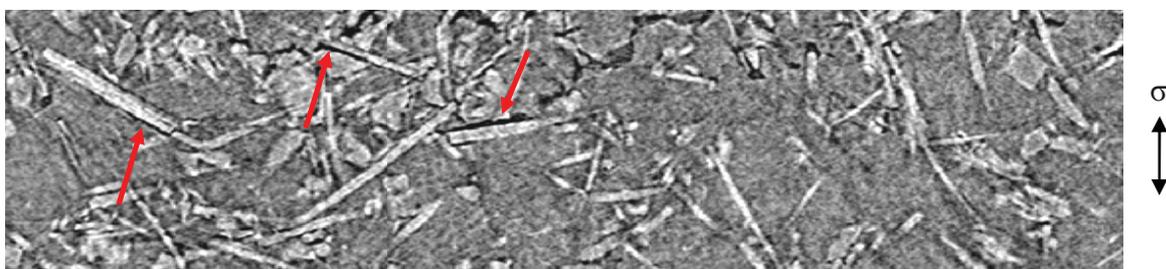


Abb. 5.4.35 Delamination der Matrix an der Fasermantelfläche, Beispiel Probe 5 bei $0,98t_{fr}$

Ob die Matrix von der Faser“oberseite“, der Faser“unterseite“ bzw. der gesamten Fasermantelfläche delaminiert, ist von der sie direkt umgebenden Schädigungssituation abhängig und

nicht von ihrer Lage zur größten Verformungszone. Die Matrixablösung von der Fasermantelfläche tritt in der größten Verformungszone auch an gebrochenen Fasern auf (Abb. 5.4.36).

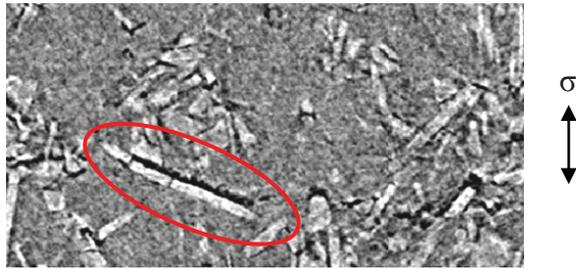


Abb. 5.4.36 Probe 5, delaminierte und mehrfach gebrochene Faser bei $0,98t_{fr}$

Von den untersuchten Proben 5, 6 und 10 sind im Experiment die Proben 5 und 6 gebrochen. Daher werden im Folgenden die Bruchflächen dieser beiden Proben betrachtet. Die Bruchflächen zeigen keine entsprechende Wabenstruktur der Matrix, wie sie für den duktilen Gewaltbruch kennzeichnend und bei den partikelverstärkten MMC-Werkstoffen Titan+15%(SiC)_p sowie AA6061+22%(Al₂O₃)_p vorhanden ist. Es finden sich zwar durchaus Wabenbereiche jedoch auch Gebiete, die auf interkristallines Bruchverhalten hinweisen (Abb. 5.4.37 a). Die Wabenbereiche können bei Probe 6 als Schubwaben identifiziert werden (Abb. 5.4.37 b); die Bruchfläche von Probe 5 weist hingegen Bereiche auf, deren spaltflächenartiger Charakter eher auf einen spröden Gewaltbruch hindeuten (Abb. 5.4.37 c).

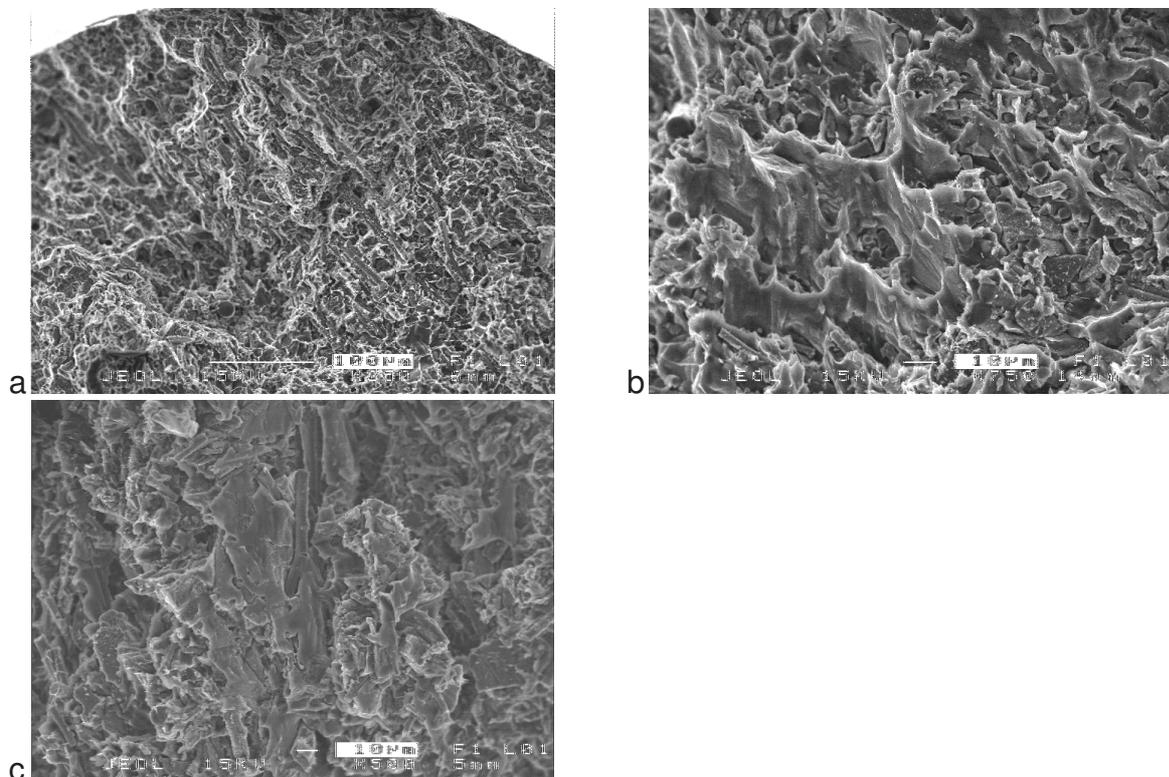


Abb. 5.4.37 REM-Aufnahmen, a) Bruchflächenausschnitt, Probe 6, b) Schubwaben, Probe 6, c) Spaltflächen, Probe 5

Im Wabengrund finden sich Fasern oder Partikel bzw. deren Cluster (Abb. 5.4.38).

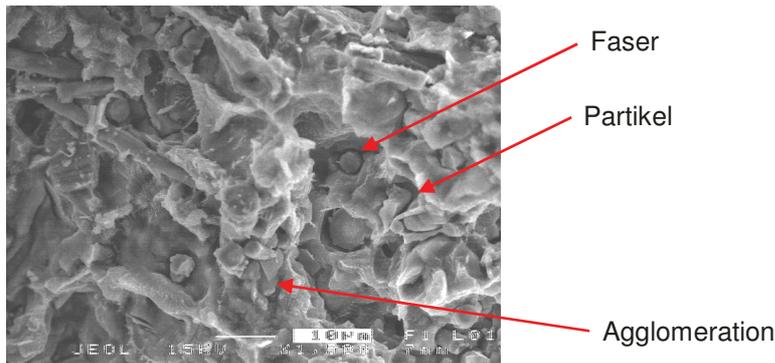


Abb. 5.4.38 Fasern und Partikel im Wabengrund, Probe 6

Nicht nur im Wabengrund sondern auch auf der Oberfläche der Bruchflächen der Proben sind beide Verstärkungsphasen vorhanden, d.h. sowohl Fasern als auch Partikel. Die Orientierung der Fasern liegt in Belastungsrichtung und in verschiedenen Winkeln dazu bis hin zu einer senkrechten Ausrichtung zur Bruchflächennormalen (Abb. 5.4.39).

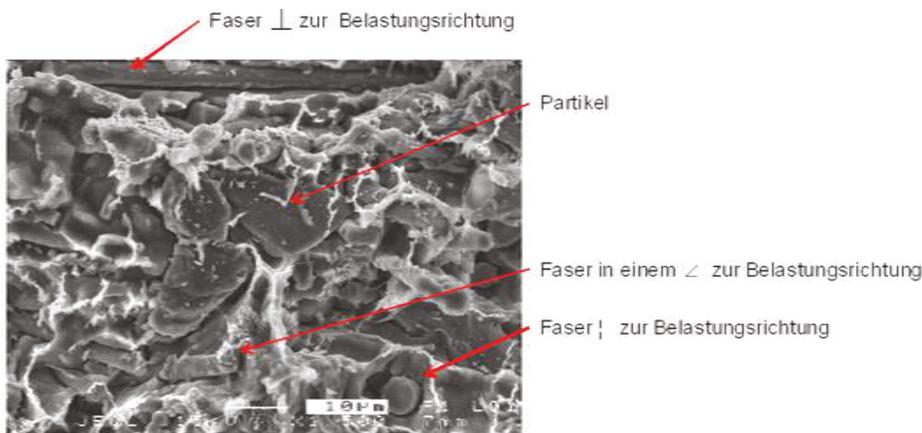


Abb. 5.4.39 Verstärkungsphasen auf der Bruchfläche, Probe 6

Auf der Bruchfläche angeordnete Fasern, die nicht senkrecht zur Belastungsrichtung liegen und deren Faserenden somit sichtbar sind, zeichnen sich entweder durch eine sich verjüngend zulaufende Faserspitze oder durch Faserstirnflächen aus, die senkrecht zu den Faserachsen liegen. Die Faserstirnflächen sind im unbeschädigten Fall mit Grenzflächenmaterial bestehend aus überwiegend MgO versehen (Abb. 5.4.40 a) oder zeigen im Falle des Faserbruches die Bruchfläche der Faser, umhüllt vom Grenzflächenmaterial (MgO) (Abb. 5.4.40 b).

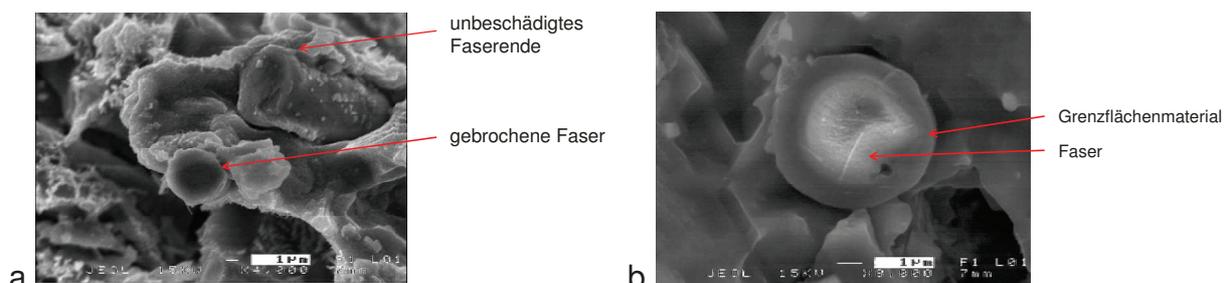


Abb. 5.4.40 Faserenden auf der Bruchfläche, a) unbeschädigtes Faserende, b) gebrochene Faser

Die Grenzschicht bildet die chemische Anbindung an die Matrix. Die auf der Grenzschicht liegenden Mg_2Si -Ausscheidungen bewirken die mechanische Verklammerung mit der Matrix (vgl. Abb. 5.1.17). Die Faserenden schließen entweder unterhalb, oberhalb oder auf gleicher Ebene mit der Bruchfläche ab (Abb. 5.4.41).

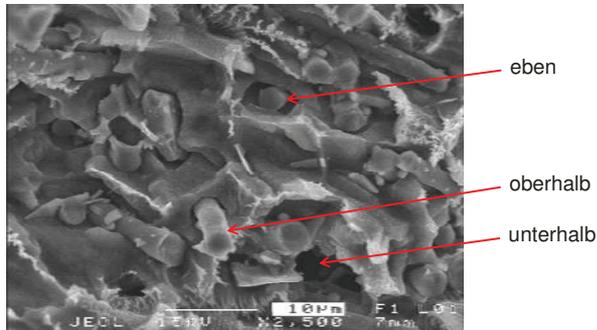


Abb. 5.4.41 Lage der Faserenden in Relation zur Bruchoberfläche

Die Lage der Faserenden in Relation zur Bruchoberfläche ist von Faktoren, wie Delamination, Faser „pull-out“, Faserbruch während des Kriechens bzw. Faserbruch verursacht durch den Kriechbruch selbst, abhängig.

Besonders auffällig sind auf der Bruchfläche von Probe 5 ein bereits bei geringer Vergrößerung erkennbares, senkrecht zur Belastungsrichtung liegendes Faserbündel, in dem zudem eine Faser mit einem Durchmesser von $d_F \approx 6,5\mu m$ enthalten ist, sowie ein Partikel-Cluster mit einer Fläche, die eine Größe von ca. $30^2\mu m^2$ aufweist und senkrecht zur Bruchflächennormalen orientiert ist (Abb. 5.4.42).

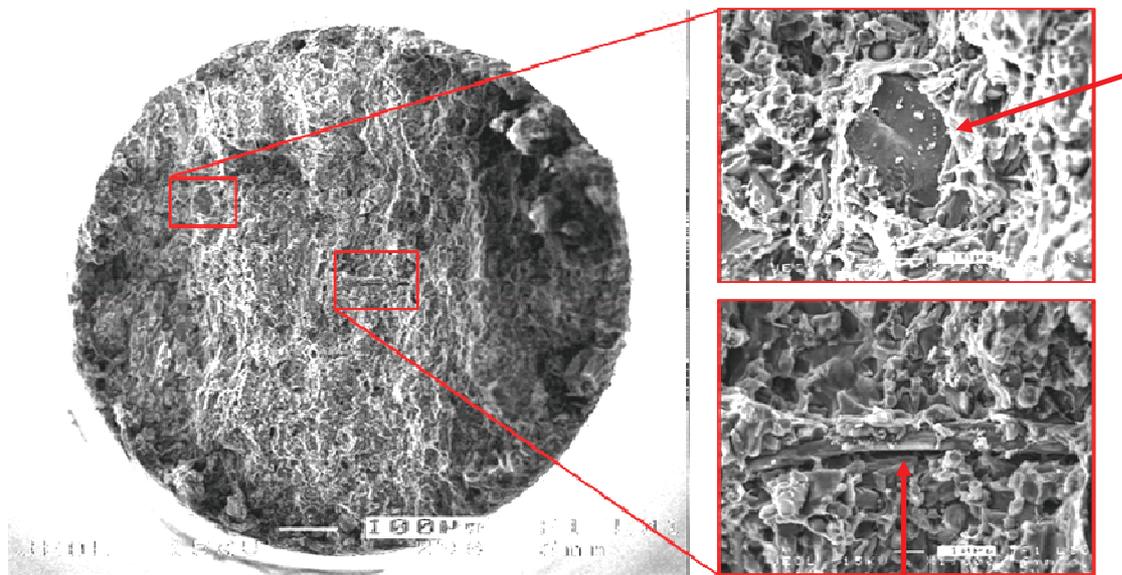


Abb. 5.4.42 REM-Aufnahme der Bruchfläche von Probe 5

Matrixporen sind auf der Bruchfläche nur vereinzelt zu finden und tragen nicht zum Kriechbruch bei. Mit einer Größe von ca. $0,2\mu m$ liegen sie unterhalb der Auflösungsgrenze der Tomographie. Wie bereits in Abschnitt 5.3.3 beschrieben, führt letztendlich die Kriechschädigung, die an den Faserverstärkungen stattfindet, zum Versagen der Kriechproben.

6. Interpretation und Diskussion der Ergebnisse

Die im Rahmen dieser Arbeit anhand von Miniaturproben experimentell in in-situ Kriechversuchen an den Leichtmetall-Verbundwerkstoffen Titan+15%(SiC)_p, AA6061+22%(Al₂O₃)_p und AE42+10%(Saffil[®])_r+10%(SiC)_p gewonnenen Ergebnisse werden im Folgenden interpretiert und diskutiert. Die Charakterisierung der Werkstoffe, die ermittelten Kriechkurven, Kriechratenkurven und Kriechparameter werden der Literatur gegenübergestellt. Die mit der in-situ μ -Tomographie 3-dimensional zeitabhängig und lokal bestimmte Kriechschädigung durch das Versagen der Matrix sowie der Verstärkungsphase wird auf die ursächlichen Mechanismen untersucht. Daraus ergibt sich eine neue Sichtweise der Schädigungsentstehung und -entwicklung, die über bisherige Modelle hinausgeht. Für die Analyse der zeitabhängigen Schädigungsvorgänge in der Matrix werden die Modelle von Greenwood [GRE69] und Cocks/ Ashby [COC82] kombiniert. Beschreibt das Modell von Greenwood die Zusammenhänge der Porenentstehung in den frühen Kriechstadien und des Porenwachstums in den späteren Kriechstadien, so liefert das von Cocks/ Ashby für den 2-dimensionalen Fall entwickelte Modell des Porenwachstums die mikrostrukturellen Mechanismen. Das Modell von Cocks/ Ashby wird für die Anwendbarkeit auf die Tomographiedaten in den 3-dimensionalen Anwendungsfall überführt. Die tomographisch bestimmte zeitabhängige und lokale Kriechschädigung durch das Versagen der Verstärkungsphase wird mit den Modellvorstellungen von Eggeler [EGG94] und Dlouhy [DLO95] verglichen.

6.1 Mikrostruktur der untersuchten Leichtmetall-MMC-Werkstoffe

6.1.1 Titan+15%(SiC)_p

Das hier verwendete Rein-Titan (α -Titan) als Werkstoff mit hoher Schmelztemperatur und aufgrund des hexagonalen Gitters mit eingeschränkter plastischer Verformbarkeit gilt als kriechfest [PET02, SCH98]. In der Literatur wird die Anwesenheit von Partikeln als Verstärkungsphase im Vergleich zur unverstärkten Matrixlegierung als kriechfestigkeitsfördernd angesehen und über den Mechanismus des Lasttransfers von der Matrix auf die Partikelverstärkung erklärt [ZHU98, MA02]. Die Untersuchungen des mit 15vol-% SiC-Partikeln verstärkte Rein-Titan-MMC bestätigen weitgehend die in [POL08] beschriebene Mikrostruktur. Finden Poletti et al. jedoch zwischen den SiC-Partikeln und der Titan-Matrix keine Reaktionszone am identischen Werkstoff [POL08], zeigen REM-Untersuchungen am Ausgangszustand des MMC-Werkstoffes eine ca. 0,5 μ m dicke Grenzschicht zwischen den SiC-Partikeln und der Titan-Matrix. Gemäß REM-Untersuchungen und EDX-Messungen besteht diese nachweislich aus TiC-Kristallen (Abb. 5.1.6, Abb. 5.1.7), wie sie von der Zusammensetzung, Morphologie [MAR84] (Abb. 2.17) und Schichtdicke [GOR98] bei den von [POL08] genannten Herstellungsbedingungen zu erwarten ist. Die partikelseitige Ablösung der Matrix, die die

Kristalle der spröden TiC-Phase enthält (Abb. 5.4.15), ist ein Indiz für eine schwache Grenzfläche [KAI03]. [CLY93] beschreiben die Kombination von Ti/SiC insbesondere bei langfaserverstärkten MMC-Werkstoffen als gängige aber nicht ganz ideale Kombination. Die sich aufgrund der hohen Reaktivität beider Reaktionspartner schnell bildende Reaktionszone kann durchaus nachteilig für die Festigkeit des Verbundwerkstoffs sein. Dieses kann durch die Beschichtung der SiC-Phase vermindert werden. Inwieweit die verwendeten SiC-Partikel in dem in dieser Arbeit untersuchten Werkstoff beschichtet waren, ist nicht bekannt.

Von Poletti et al. wird, ohne Zahlen zu nennen, eine geringe Porosität innerhalb von Partikel-Clustern im Ausgangszustand beschrieben, die im Rahmen dieser Arbeit tomographisch mit maximal 0,03vol-% bestimmt wurde. Über die Literatur hinausgehend wurden die Porengeometrien und deren lokale Anordnung im Ausgangswerkstoff untersucht. Die Porosität verteilt sich einerseits auf sphärische sowie unregelmäßig geformte Poren, die an der Verstärkungsphase bzw. deren Agglomerationen lokalisiert sind, und andererseits auf hexagonale Matrixporen, die in den Körnern oder an Korngrenzen zu finden sind. Die hexagonale Geometrie der Matrixporen zeigt sich überwiegend im Querschliff (Abb. 5.1.5). Daraus lässt sich ableiten, dass durch den Herstellprozess die Ausrichtung der c-Achse des hexagonalen Titan-Kristallgitters vorherrschend in Strangpressrichtung erfolgt.

6.1.2 AA6061+22%(Al₂O₃)_p

Die Analyse der Mikrostruktur des Werkstoffs AA6061+22%(Al₂O₃)_p zeigt eine gute Übereinstimmung mit den Beschreibungen der Literatur [BRO01, HUP10, LI97b, PAC96, REQ02, ZHU98]. Bisher ist jedoch in keiner Literaturstelle das Vorhandensein einer Al-Si-O-Ausscheidung an den Partikeln beschrieben, wie sie in den rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen dieser Arbeit gefunden und deren Elemente mittels EDX bestimmt wurde (Abb. 5.1.12). Es ist zu vermuten, dass sich die Al-Si-O-Phase während des Lösungsglühens bildet, da lokal an den Partikeln durch die Spinell-Bildung die Umgebung an Mg verarmt und somit eine Al-Si-O-Phasenbildung möglich ist, wie sie gemäß des ternären Phasendiagramms nach [STA95] entstehen kann. Die Al-Si-O-Phase befindet sich zwischen der Spinellschicht und der Matrix. Bereits im Ausgangszustand ist zu erkennen, dass die Al-Si-O-Ausscheidung selbst keine chemische und mechanische Verbindung zur Spinellschicht einerseits und zur Matrix andererseits besitzt. Dieses bewirkt lokal begrenzt eine Trennung der Matrix von der Spinellschicht und damit eine Schwächung der matrixseitigen Grenzflächenhaftung. Dort kann der Ausgangspunkt für Kriechschädigung durch Porenbildung und Matrixablösung sein. Die Reaktionszone bestehend aus Spinellen (MgAl₂O₄) besitzt eine gute Haftung, wie sich aus der matrixseitigen Ablösung und den Partikelbrüchen ableiten lässt (Abb. 5.4.21, Abb. A15, [KAI03]). Das Kriechverhalten der Matrix bestimmt die Kriechschädigung an den Partikeln, wie es auch [BRO01] beschreibt.

Die herstellungsbedingten Poren an Partikeln und insbesondere im Zwischenraum von Partikel-Clustern sind unregelmäßig geformt (Abb. 5.1.9). Matrixporen, die sphärisch geformt sind, finden sich nur vereinzelt.

6.1.3 AE42+10% (Saffil[®])_f+10% (SiC)_p

Die hier gefundene Mikrostruktur des Magnesium-basierten MMCs entspricht den Ergebnissen von Arunachaleswaran et al., die den identischen Werkstoff untersuchten [ARU07b]. Das Matrixgussgefüge ist mit Korngrößen von 50µm bis deutlich größer als 200µm inhomogen und grobkörnig. Über die mikrostrukturellen Untersuchungen von [ARU07b] hinausgehend, wurde zwischen den Verstärkungen Materialbrücken gefunden, deren Zusammensetzung mit EDX als Al-Si-Mg-Phase bestimmt wurde (Abb. 5.1.20). Während die Elemente Al und Mg aus den Al₂O₃-Kurzfasern sowie der Magnesium-Matrix-Schmelze hervorgehen, ist anzunehmen, dass der Si-Anteil einerseits aus den SiC-Partikeln und andererseits aus dem SiO₂-Binder der Preform, der die Verstärkungen zusammenhält, stammt und somit die Brücken entstehen lässt. Die Materialbrücken verbinden die Fasern senkrecht zu ihrer Faserlängsachse, sodass einerseits ein zusätzlich stabilisierendes Netzwerk entsteht. Andererseits können im Falle des Faserbruchs über die Materialbrücken Spannungen auf benachbarte Fasern übergeleitet werden, sodass diese ebenfalls brechen. Die Ablösung der Matrix findet matrixseitig statt, sodass die Reaktionsprodukte der Grenzflächen sowohl an den Partikeln als auch an den Fasern verbleiben. Es bilden sich matrixseitig kleine Dimpel, was ein Indiz für eine sehr gute Haftung und damit Lastübertragung ist.

Beschreibt [ARU07b] den Ausgangszustand des identischen Werkstoffs als porenfrei, so konnte in dieser Arbeit gezeigt werden, dass an Partikel-Clustern herstellungsbedingte unregelmäßig geformte Poren zu finden sind (Abb. 5.1.19). Die tomographisch ermittelte Porosität des Ausgangswerkstoffes liegt bei ca. 3,7±0,6vol-%.

6.2. In-situ Kriechversuche an Miniaturkriechproben

Mälzer et al. untersuchten anhand miniaturisierter Flachproben mit rechteckiger Querschnittsfläche das Kriechverhalten der Ni-Basis-Superlegierung LEK 94. In der Gegenüberstellung mit Standardproben wurden vergleichbare Ergebnisse erzielt [MÄL07]. In seiner Arbeit zur Untersuchung des Kriechverhaltens einer kurzfaserverstärkten Aluminiumlegierung verwendete Kurumlu ebenfalls miniaturisierte Flachproben [KUR10]. Diese besaßen die identische Geometrie, wie sie von [MÄL07] eingesetzt wurden. Kurumlu fand eine gute Übereinstimmung der Kriechkurven der Miniaturproben im Vergleich zu den Untersuchungen von Kausträter an Standardproben des identischen Werkstoffs [KAU02]. Den primären Kriechbereich beschreibt Kurumlu zu höheren Dehnungen verschoben, was er mit einem Anschmiegen der Proben an die Probenhalterung erklärt. Für die minimalen Kriechraten von Miniatur- und

Standardproben zeigt er im Norton-Diagramm nahezu identische Verläufe. Die Ergebnisse dieser Arbeiten unterstützen die Verwendung und Eignung von Miniaturproben zur Untersuchung des Kriechverhaltens von MMC-Werkstoffen. Olbricht et al. haben Kriechversuche an Standardproben und zylindrischen Miniaturproben durchgeführt, deren Durchmesser die Mindestanforderungen nach ISO 204 erfüllten [OLB13]. Die Autoren untersuchten den wärmebehandelten martensitisch ferritischen Stahl P91 (X10CrMoVNb9-1) mit der Werkstoffnummer 1.4903. Die Ergebnisse der Kriechversuche, die anhand beider Probengeometrien gewonnen wurden, wurden untereinander und mit Literaturwerten verglichen. Dabei fanden Olbricht et al., dass Miniaturproben geeignet sind, das Kriechverhalten insgesamt gut abzubilden und erzielten eine gute Wiederholgenauigkeit. Im Detail jedoch ermittelten die Autoren systematische Abweichungen der minimalen Kriechraten, der Bruchdehnungen und der Kriechzeiten im Vergleich der Ergebnisse von Standard- und Miniaturproben. In Übereinstimmung mit Literaturergebnissen führen Olbricht et al. diese Abweichungen auf die Größenunterschiede der Proben zurück.

Die an miniaturisierten Kriechproben durchgeführten Experimente dieser Arbeit orientieren sich bezüglich der ausgewählten Kriechbelastungen für den Titan-basierten MMC an den Arbeiten von Ma et al. [MA02], für den Aluminium-basierten MMC an den Arbeiten von Requena et al. [REQ02] sowie Broeckmann [BRO01] und für den Magnesium-basierten MMC an den Arbeiten von Dieringa [DIE06]. Die genannten Autoren haben Kriechversuche an normgerechten Proben mit gleichen bzw. vergleichbaren MMC-Werkstoffen und Kriechbelastungen durchgeführt. Im folgenden Abschnitt wird diskutiert werden, inwieweit sich die Ergebnisse der hier verwendeten Miniaturproben mit einer experimentell bedingten Reduzierung der Messlänge im Verhältnis zum Durchmesser von 1:1 und die apparativ bedingte geänderte Versuchsführung auf die Kriechparameter wie Kriechzeiten, Dehnraten, Bruchdehnungen und -einschnürungen in die Ergebnisse der zugrundeliegenden Literatur einordnen lassen.

6.2.1 Kriech- und Dehnratenkurven

Da die Messung der Längenänderung nicht direkt am Messvolumen der Miniaturprobe erfolgt (vgl. Abschnitt 4.4.1, Abb. 4.4), wirkte sich die thermisch bedingte apparative Gesamtdehnung im Aufheizvorgang bis zum Erreichen des Temperaturgleichgewichts auf die Anfangsbereiche aller durchgeführten Kriechexperimente aus. Besonders deutlich zeigten die Werkstoffe Titan+15%(SiC)_p und AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p einen ungewöhnlichen Kriechkurven- und Dehnratenverlauf im Anfangsbereich (Abb. 6.1 a+c, Abb. 6.2 a+c), (Abb. 5.2.1, Abb. 5.2.3). Die Kriechkurven fallen nach einem Maximum, das bei dem Werkstoff Titan+15%(SiC)_p nach maximal $0,024t_{fr}$ und bei AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p nach maximal $0,05t_{fr}$ erreicht ist, ab. Es tritt scheinbar eine negative Dehnung auf. Dieses ist aufgrund der experimentellen Besonderheiten als messbedingter Artefakt zu werten. In dem Werkstoff

AA6061+22%(Al₂O₃)_p tritt ein ebensolcher Verlauf in Erscheinung, wenngleich vom Ausmaß sehr viel geringer (Abb. 6.1 b, Abb. 6.2 b). Die Dehnratenkurven des letztgenannten Werkstoffs sind davon nicht beeinflusst. Da die Einflüsse des Einstellens des Temperaturgleichwichts nicht quantifiziert werden können, kann eine Beurteilung der primären Kriechstadien nicht vorgenommen werden. Es kann angenommen werden, dass in dem Minimum der Kriechkurven das Temperaturgleichgewicht und zudem das sekundäre Kriechstadium erreicht ist. In dem sekundären Kriechstadium werden mit dem LVDT-Messwertaufnehmer ausschließlich die Längenänderung und damit die Kriechdehnung der Proben erfasst. Die Diskussion der Kriech- und Dehnratenkurven wird daher auf das sekundäre und tertiäre Kriechstadium beschränkt. Messbedingte Artefakte für die primären Kriechstadien ihrer Kriechversuche an Miniaturproben finden ebenso Mälzer et al. und Kurumlu [MÄL07, KUR10]. Die Autoren führen scheinbar negative Dehnraten darauf zurück, dass beim Aufbringen der mechanischen Belastung eine Ausrichtung der Miniaturproben in den Probenhalterungen erfolgt. In den sekundären und tertiären Kriechstadien beschreiben [MÄL07, KUR10] gute Übereinstimmungen der Kriechkurven von Miniaturproben mit den Ergebnissen an Standardproben.

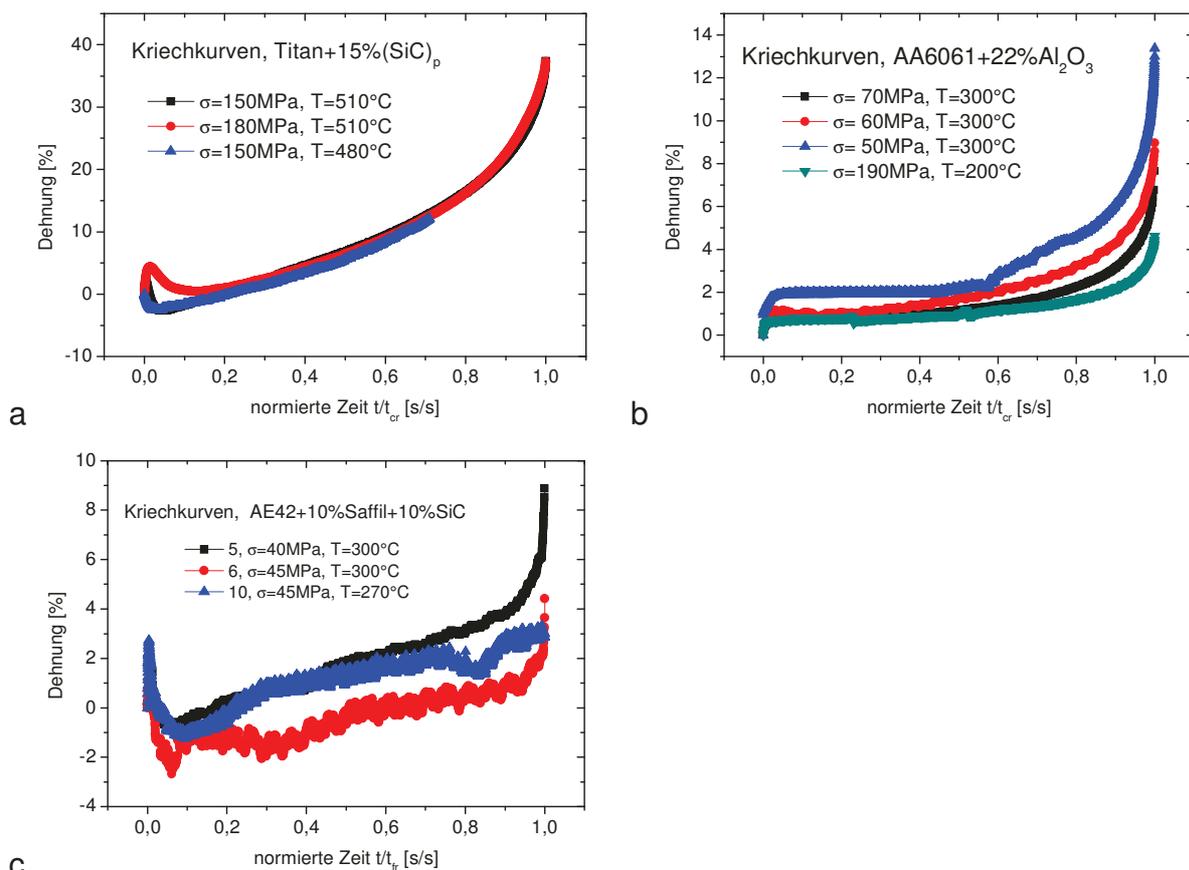


Abb. 6.1 Kriechkurven der Leichtmetall-MMCs, a) Ti-MMC, b) Al-MMC, c) Mg-MMC

Für eine bessere Vergleichbarkeit der Experimente eines Werkstoffs und der drei Werkstoffe untereinander sind die Kriechzeiten t der Kriech- und Dehnratenkurven aller ausgewerteten Experimente der drei untersuchten Werkstoffe auf die Bruchzeiten t_{fr} normiert (Abb. 6.1,

Abb. 6.2). Die Kriechbruchzeiten der Proben, die nicht im Experiment gebrochen sind, wurden für die Normierung anhand der Monkman-Grant-Gleichung (vgl. Abschnitt 6.2.2, Gl. 6.1) extrapoliert [BÜR11].

Das sekundäre Kriechstadium zeichnet sich bei allen Werkstoffen und durchgeführten Experimenten dadurch aus, dass sich kein stationärer Zustand einstellt, sondern die Kriechdehnung überproportional wächst (Abb. 6.1) und die Dehnrates nach dem Durchlaufen eines Minimums kontinuierlich zunimmt (Abb. 6.2). Dieses Verhalten ist typisch für Kriechexperimente mit konstanter Kraft $F = \text{const}$ (vgl. Abschnitt 2.2, Abb. 2.5). In der Literatur werden als Ursachen die Abnahme des Querschnittes durch die Kriechdehnung, die Kriechschädigung und die daraus resultierende Spannungszunahme neben den mikrostrukturellen Veränderungen der Matrix, z.B. die Vergrößerung von Ausscheidungen in ausscheidungsgehärteten Werkstoffen, genannt [RÖS08] (vgl. Abschnitt 2.2). Der überproportionale Anstieg der Kriechrate erfolgt bei dem Titan-basierten MMC bei ca. $0,2t_{fr}$ (Abb. 6.2 a) und bei dem Magnesium-basierten MMCs bei ca. $0,1t_{fr}$ (Abb. 6.2 c). Bei dem Aluminium-basierten MMC setzt der Anstieg signifikant später bei ca. $0,55t_{fr}$ ein (Abb. 6.2 b). Die minimalen Kriechraten $\dot{\epsilon}_{min}$ wurde bei allen Experimenten mit dem Erreichen des sekundären Stadiums bei $0,2t_{fr}$ bestimmt.

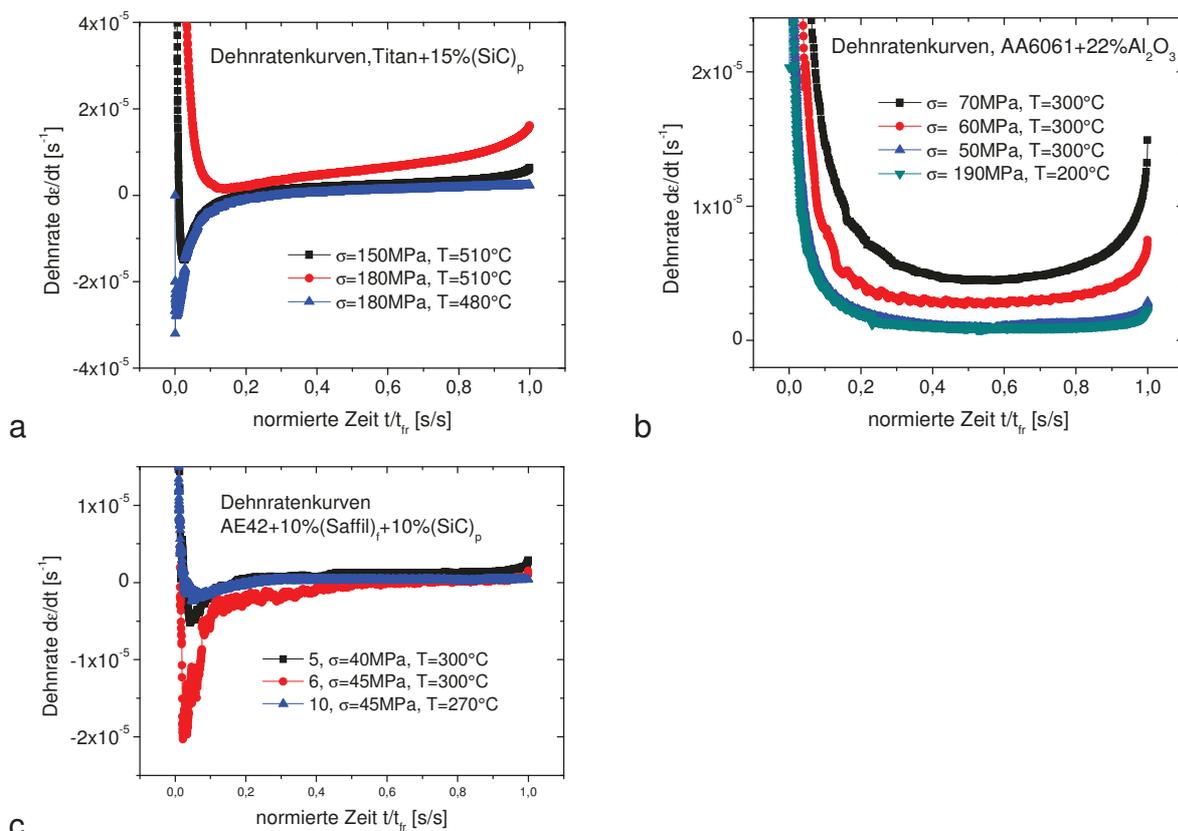


Abb. 6.2 Dehnrates der Leichtmetall-MMCs, a) Ti-MMC, b) Al-MMC, c) Mg-MMC

Requena identifiziert für den MMC-Werkstoff AA6061+22%(Al₂O₃)_p, T6-wärmebehandelt, bei der Versuchstemperatur von $T = 300^\circ\text{C}$ das sekundäre Kriechstadium als das Stadium, das

mit beständig ansteigender Kriechrate bei den Spannungen $\sigma = 50, 60, 70 \text{ MPa}$ den größten Anteil von $0,55-0,7t_{fr}$ an der gesamten Kriechdauer ausmacht [REQ05]. Bei den in dieser Arbeit durchgeführten Experimenten an dem gleichen Werkstoff mit gleicher Wärmebehandlung und identischen Kriechbelastungen wie in [REQ02] ist die Anteilsdauer des sekundären Stadiums mit $0,3-0,5t_{fr}$ an der Gesamtkriechzeit kürzer als von Requena et al. beschrieben [REQ02]. Für die Versuchstemperatur $T = 200^\circ\text{C}$ wurde im Rahmen dieser Arbeit eine Anteilsdauer des sekundären Stadiums von $0,5t_{fr}$ ermittelt. Broeckmann [BRO01] beschreibt bei Temperaturen zwischen $T = 200-350^\circ\text{C}$ lediglich qualitativ ein sehr kurzes sekundäres Kriechstadium, ohne hierfür Werte zu nennen. Die hier ermittelten Werte für die Anteilsdauer des sekundären Stadiums an der Gesamtkriechzeit lassen sich folglich zwischen den Ergebnissen von [REQ02] und [BRO01] einordnen. Broeckmann erläutert für diesen Werkstoff den Einfluss der Prüftemperatur auf die Dehnratenkurve. Er sieht als Grund für große Abweichungen der Ergebnisse in den Arbeiten verschiedener Autoren bei höheren Temperaturen als $T = 300^\circ\text{C}$ die unterschiedliche Dauer der Aufheiz- und Vorheizphasen in der Versuchsführung. In der hier vorliegenden Arbeit wurde die Aufheizphase aufgrund der experimentellen Randbedingungen sehr kurz gehalten. Daher kann angenommen werden, dass die von der Literatur abweichenden Ergebnisse unter anderem in den unterschiedlichen Temperaturführungen der Aufheizphase der Experimente begründet sind.

Die Kriechkurven des Titan-MMC-Werkstoffs besitzen von allen untersuchten MMC-Werkstoffen ein tertiäres Kriechstadium mit dem größten Anteil an der gesamten Kriechdauer. Ma et al. beschreiben ebenso ein ausgedehntes tertiäres Kriechstadium für partikelverstärkte MMCs mit der Titanlegierung Ti-6Al-4V als Matrixwerkstoff [MA02]. Den geringsten Anteil des tertiären Kriechstadiums an der Gesamtkriechdauer weist der hybridverstärkte MMC mit der Magnesiumlegierung AE42 als Matrixwerkstoff auf. Die qualitativ gleichen Kurvenverläufe mit ebenfalls sehr kurzem tertiären Kriechstadium, wie sie in dieser Arbeit gefunden wurden, beschreiben einerseits Dieringa et al. für die gleiche Magnesium-Matrixlegierung AE42 mit 20% Saffil[®]-Kurzfaserverstärkung [DIE05], andererseits Nieh für mit 20% SiC-Kurzfasern verstärkte Aluminium-basierte MMCs [NIE84], sowie Kurumlu et al. für Miniaturkriechproben eines mit 15% Saffil[®]-Kurzfasern verstärkten Aluminium-basierten MMCs [KUR12] und Zwerschke et al. für einen mit 20% Saffil[®]-Kurzfasern verstärkten Blei-basierten MMC [ZWE02]. Demzufolge ist der Kurzfasergehalt der hybridverstärkten AE42-basierten MMCs als ursächlich für das kurze tertiäre Stadium anzusehen.

Alle Kriechkurven zeigen eine Abhängigkeit der Anteile der sekundären und tertiären Kriechstadien an der Gesamtkriechdauer sowie der minimalen Kriechrate von der mechanischen Belastung und der Temperatur (Abb. 6.1, Abb. 6.2). Die Kriechkurvenverläufe sind demzufolge in guter Übereinstimmung mit der gängigen Literatur.

6.2.2 Kriechparameter

Aufgrund fehlender Wiederholungsmessungen ist die Plausibilität der Kriechparameter, wie Kriechzeit t_{fr} , minimale Kriechrate $\dot{\epsilon}_{min}$, Bruchdehnung ϵ_{fr} sowie Brucheinschnürung Z , der in-situ Einzelexperimente an Miniaturproben nur begrenzt zu beurteilen. Für die Werkstoffe Titan+15%(SiC)_p und AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p finden sich in der Literatur keine Quellen, die Zugkriechversuche an den identischen Werkstoffen durchgeführt haben. Lediglich für den Werkstoff AA6061+22%(Al₂O₃)_p liefern die Experimente von Requena [REQ02, REQ04] und Broeckmann [BRO01] eine Vergleichsmöglichkeit der in-situ Experimente mit Ergebnissen, die anhand von Standardproben gewonnen wurden. Beide Autoren haben über die identischen Kriechbelastungen hinausgehend, wie sie in dieser Arbeit gewählt wurden, weitere Versuche durchgeführt. Dieses ermöglicht die Beurteilung der Ergebnisse anhand einer breiteren Datenbasis.

In den Tabellen 6.1. bis 6.4 sind die Daten oben genannter Kriechparameter aus dieser Arbeit und der Literatur zusammengefasst. Die Messwerte der Kriechzeiten von Requena verdeutlichen, dass Wiederholungsmessungen eines Autors bereits größere Abweichungen von bis zu 35% aufweisen können (Tabelle 6.1). Weiterhin weichen die Ergebnisse von Requena und Broeckmann trotz gleicher Kriechbelastungen um einen Faktor von 1,8 bis 3 voneinander ab.

Tabelle 6.1 Kriechzeit AA6061+22%(Al₂O₃)_p

Kriechzeit								
Camin			Requena et al.			Broeckmann		
σ [MPa]	T [°C]	t_{fr} [s]	σ [MPa]	T [°C]	t_{fr} [s]	σ [MPa]	T [°C]	t_{fr} [s]
50	300	46350	50	300	66960	50	300	23040
			50	300	43200			
60	300	11970	60	300	18360			
			60	300	23760			
70	300	5140	70	300	6840			
190	200	20270				190	200	18000

Das Zeitstandschaubild aus den Daten dieser Arbeit und der Literatur [REQ04, BRO01] veranschaulicht den Vergleich (Abb. 6.3). Die Abweichungen der Kriechzeiten der Miniaturproben wurde nach dem CEN Workshop Agreement CWA 15261-3 mit konservativem Ansatz vom Typ B berechnet. Für die Berechnungen liegt bereits eine Auswerteprozedur an der BAM (Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Unter den Eichen 87, 12205 Berlin) vor. Die Berechnungen wurden von Frau B. Skrotzki durchgeführt und über eine private Mitteilung zur Verfügung gestellt. Die Messunsicherheiten liegen zwischen 43 – 46%. Die Kriechzeiten der in-situ Experimente an Miniaturproben liegen quantitativ zwischen den Werten von Requena sowie Broeckmann und ordnen sich im Rahmen dieser Abweichungen gut in die Ergebnisse der Standardproben ein.

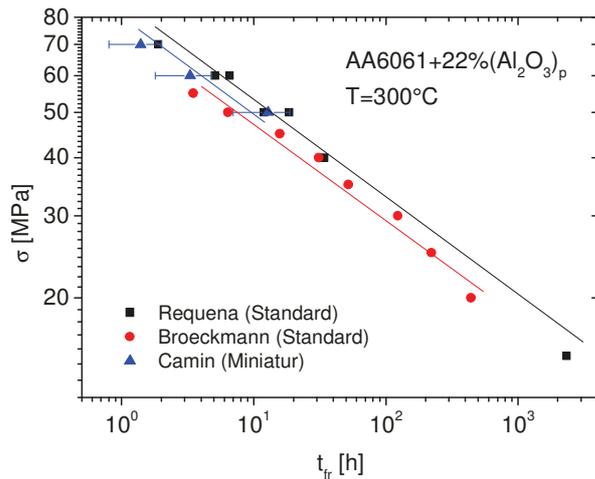


Abb. 6.3 Vergleich Zeitbruchlinien (die eingetragenen Fehlerbalken sind die berechnete Messunsicherheit nach Auswerteverfahren BAM, B. Skrotzki)

In der Literatur, die sich der Gegenüberstellung von Kriechversuchen an Miniatur- und Standardproben widmet, betrachten lediglich Olbricht et al. vergleichend die Kriechzeiten beider Probengrößen [OLB13]. Die Autoren beschreiben bei entsprechenden Kriechbelastungen eine um mehr als das Doppelte verlängerte Kriechzeit der Miniaturproben. Einen Einfluss der Probengeometrie wollen Olbricht et al. letztendlich als Ursache aufgrund der geringen Anzahl der verglichenen Experimente jedoch nicht festlegen. Aus dem Vergleich der Kriechkurven von Miniatur- und Standardproben leiten Olbricht et al. weiterhin einen Zusammenhang zwischen der Kriechzeit und der Bruchdehnung ab: Bei denjenigen Miniaturproben, deren Kriechzeit größer ist als ihre jeweiligen Standardvergleichsproben, bleibt die Bruchdehnung kleiner. Im Gegensatz dazu erreicht eine Miniaturprobe mit kürzerer Kriechzeit als ihre Standardvergleichsprobe eine höhere Bruchdehnung [OLB13]. Dieses Verhalten kann anhand der Ergebnisse dieser Arbeit nicht bestätigt werden (Tabelle 6.2, Abb. 6.4).

Tabelle 6.2 Bruchdehnung AA6061+22%(Al₂O₃)_p

Bruchdehnung								
Camin			Requena et al.			Broeckmann		
σ [MPa]	T [°C]	ε_{fr} [%]	σ [MPa]	T [°C]	ε_{fr} [%]	σ [MPa]	T [°C]	ε_{fr} [%]
50	300	13,4	50	300	6,1	50	300	7
			50	300	9			
60	300	9	60	300	6			
			60	300	6,6			
70	300	7,7	70	300	7,6			

Liegen die Kriechzeiten der Miniaturproben dieser Arbeit zwischen den Werten der Autoren Requena und Broeckmann (Abb. 6.3), sind dagegen die Bruchdehnungen konsequent höher als die Literaturwerte der Standardproben (Abb. 6.4).

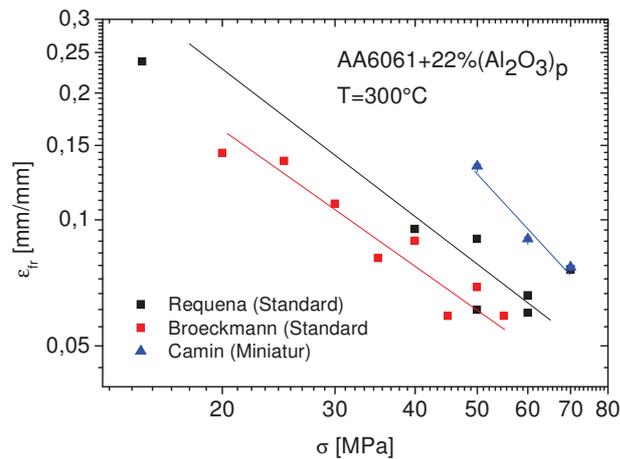


Abb. 6.4 Vergleich der Bruchdehnungen (die eingetragenen Fehlerbalken sind die berechnete Messunsicherheit nach Auswerteverfahren BAM, B. Skrotzki)

In den Experimenten von Requena beträgt die maximale Abweichung der Bruchdehnungen für Wiederholungsmessungen bei der Spannung $\sigma = 50 \text{ MPa}$ den Wert $\Delta\epsilon_{fr} = 33\%$ (Tabelle 6.2). Bei dieser Spannung ist die Abweichung der Bruchdehnung der Miniaturprobe im Vergleich zu den Standardproben ebenfalls maximal und beträgt $\Delta\epsilon_{fr} = 48\%$. Da die Probenlänge im in-situ Experiment nicht ausschließlich in der parallelen Messlänge erfasst wird, sondern die Gesamtlänge der Probe gemessen wird (vgl. Abschnitt 4.4.1), kann davon ausgegangen werden, dass nicht nur die parallele Messlänge sondern auch die Radienbereiche im Übergang zum Einspannbereich der Probe (vgl. Abschnitt 4.4.1, Abb. 4.1) einen Beitrag zur Probendehnung liefern. Für die Beurteilung des sich daraus ergebenden Fehlers bietet sich nach den Richtlinien der CEN (Europäisches Komitee für Normung) für die Abschätzung von Unsicherheiten im Kriechversuch die Berechnung einer Referenzlänge an [CEN05, Abschnitt A3.3]. Mit den Geometriedaten der hier verwendeten Miniaturprobe und der gemäß CEN vorgegebenen Annahme eines Spannungsexponenten $n = 5$ (es nennen: [BRO01] $n = 4,6$, [REQ02] $n = 5,4$) ergibt die Berechnung der Referenzlänge jedoch nur eine kleine Änderung der zu berücksichtigenden Messlänge, die die Größenordnung der Differenz nicht erklärt. Gemäß der Auswerteprozedur der BAM ergeben sich die berechneten Messunsicherheiten der Bruchdehnungen für die Miniaturproben zu lediglich 1%. Die Probengeometrie allein kann folglich nicht ursächlich für die höheren Bruchdehnungen sein. Bei der Betrachtung der Kriechkurven des Al-MMCs (Abb. 6.1. b) sind hohe Anfangsdehnungen der Miniaturproben von 1-2% auffällig, wie sie in den Experimenten von Requena und Broeckmann nicht annähernd vorhanden sind [REQ02, BRO01]. Neben dem Geometriefaktor der Proben ist die experimentell bedingte Versuchsdurchführung, die nicht Norm-konform ist, zu berücksichtigen. Da bei den in-situ Experimenten das Aufheizen der Probe mit bereits angelegter mechanischer Belastung erfolgt (vgl. Abschnitt 4.4.1), legt dieses die Annahme nahe, dass diese Vorgehensweise zu höheren Dehnungen führen kann. Für diese Hypothese sprechen insbesondere

die für Kriechkurven ungewöhnlich verlaufenden Anfangsbereiche der beiden anderen in dieser Arbeit untersuchten MMC-Werkstoffe (Abb. 6.1. a, c), die es unmöglich machen, das primäre Stadium festzulegen. Der Einfluss der Versuchsdurchführung kann mit üblichen Methoden weder quantifiziert noch abgeschätzt werden. Die Größenordnung der Dehnungen im Anfangsbereich legen jedoch nahe, dass die Versuchsführung ursächlich für die höheren Dehnungen der Miniaturproben im Vergleich zu den Standardproben sein könnte.

Bei der Betrachtung der minimalen Kriechraten finden sich ebenfalls höhere Werte bei den Miniaturproben verglichen mit den Standardproben (Tabelle 6.3). Jedoch liegen die Messwerte etwa in einer Größenordnung.

Tabelle 6.3 Minimale Kriechraten AA6061+22%(Al₂O₃)_p

minimale Kriechrate								
Camín			Requena			Broeckmann		
σ [MPa]	T [°C]	$\dot{\epsilon}_{min}$ [s ⁻¹]	σ [MPa]	T [°C]	$\dot{\epsilon}_{min}$ [s ⁻¹]	σ [MPa]	T [°C]	$\dot{\epsilon}_{min}$ [s ⁻¹]
50	300	$8,2 \cdot 10^{-7}$	50	300	$3 \cdot 10^{-7}$	50	300	$6,5 \cdot 10^{-7}$
			50	300	$3 \cdot 10^{-7}$			
60	300	$2,7 \cdot 10^{-6}$	60	300	$6,6 \cdot 10^{-7}$			
			60	300	$5,6 \cdot 10^{-7}$			
70	300	$4,4 \cdot 10^{-6}$	70	300	$1,6 \cdot 10^{-6}$			

Die Norton-Darstellung veranschaulicht den Vergleich der Ergebnisse dieser Arbeit mit denen der Autoren Requena und Broeckmann (Abb. 6.5). Die Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechraten der Miniaturproben entspricht der der Standardproben. Berücksichtigt man die mit der Auswerteprozedur der BAM berechneten Messunsicherheiten für die Miniaturproben mit ca. 46%, liegen die Messwerte nahe an den Ergebnissen von Broeckmann, die bis zu dem maximalen Spannungswert von $\sigma = 55\text{MPa}$ vorliegen.

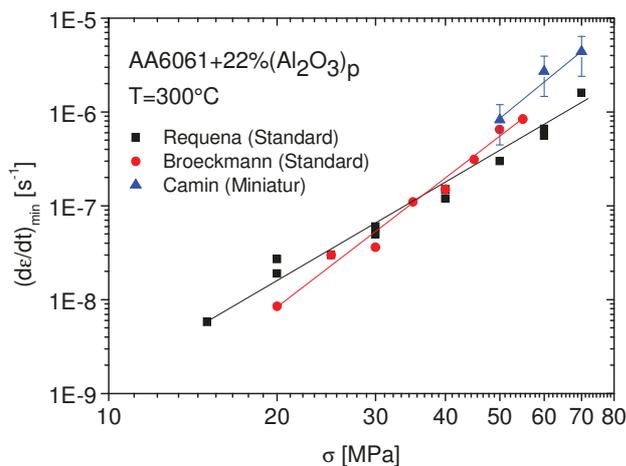


Abb. 6.5 Vergleich der minimalen Kriechraten (die eingetragenen Fehlerbalken sind die berechnete Messunsicherheit nach Auswerteverfahren BAM, B. Skrotzki)

Kurumlu findet in seiner Gegenüberstellung der minimalen Kriechraten von Miniatur- und Standardproben des identischen Werkstoffs nahezu gleiche Entwicklungen und Größenord-

nungen [KUR10]. Olbricht et al. dagegen stellen eine deutlich geringere minimale Kriechrate der Miniaturproben im Vergleich zu Standardproben fest. Für die Beurteilung ihrer Ergebnisse nehmen Olbricht et al. ebenfalls Literaturdaten anderer Autoren hinzu und stellen qualitativ gleiche Entwicklungsverläufe, quantitativ jedoch keine vollständige Deckung der verschiedenen Datensätze fest. Die Schlussfolgerung von Olbricht et al., dass aus Experimenten mit Miniaturproben erzielte Ergebnisse für die Kriechparameter kleine aber systematische Abweichungen von den Ergebnissen mit Standardproben aufweisen, lässt sich anhand der hier durchgeführten Vergleiche bestätigen. Diese Schwankungen korrespondieren nach [OLB13] mit Ergebnissen weiterer Autoren, die die Probengröße als ursächlich beschreiben. Andererseits weisen Olbricht et al. darauf hin, dass dieses in der Literatur nicht einheitlich diskutiert wird und bisher keine zufriedenstellende Begründung vorhanden ist. Die in dieser Arbeit ermittelten Kriechparameter, wie die Kriechzeit, Bruchdehnung sowie minimale Kriechrate, zeigen ebenfalls qualitativ gute Übereinstimmungen mit den Messergebnissen von Standardproben. Die Kriechzeiten der Miniaturproben gleichen zudem quantitativ denen der Standardproben, die Bruchdehnungen und minimalen Kriechraten sind jedoch höher. Die quantitativen Unterschiede haben ihre Ursache vermutlich eher in der von Standardkriechversuchen abweichenden Versuchsdurchführung denn in der Probengröße. Der jeweilige quantitative Einfluss der beiden Faktoren konnte nicht abschlusshaft geklärt werden.

Um die Einordnung und Anwendbarkeit der Ergebnisse auf Standardproben zu überprüfen, wird der Ansatz von Dunand et al. verwendet [DUN99]. Dunand et al. untersuchten den Zusammenhang der minimalen Kriechrate $\dot{\varepsilon}_{min}$ mit der Bruchdehnung ε_{fr} und der Kriechbruchzeit t_{fr} für dispersionsgehärtete und partikelverstärkte Aluminiumwerkstoffe auf der Grundlage der originalen (Gl. 6.1) und der modifizierten (Gl. 6.2) Monkman-Grant-Beziehung.

$$t_{fr} \cdot \dot{\varepsilon}_{min}^m = C \quad (\text{Gl. 6.1})$$

$$\frac{t_{fr} \cdot \dot{\varepsilon}_{min}^{m'}}{\varepsilon_{fr}} = C' \quad (\text{Gl. 6.2})$$

Hierbei sind m, m', C, C' Konstanten. In der modifizierten Monkman-Grant Gleichung ist m' nahe 1.

Nach Dunand et al. ermöglicht die Monkman-Grant-Beziehung die Abschätzung der Plausibilität einzelner Kriechexperimente, wenn für einen bestimmten Werkstoff bereits anhand einer Anzahl von Experimenten die Konstanten C und m bestimmt wurden. Angewendet auf die Literaturdaten von Requena und Broeckmann sowie die in dieser Arbeit experimentell ermittelten Kriechbruchzeiten t_{fr} , Bruchdehnungen ε_{fr} und minimalen Kriechraten $\dot{\varepsilon}_{min}$ lässt sich der Zusammenhang grafisch darstellen (Abb. 6.6). Da C' eine temperaturunabhängige Konstante ist, können alle Ergebnisse für diesen Werkstoff aus den Experimenten der Miniatur- und Standardproben verwendet werden.

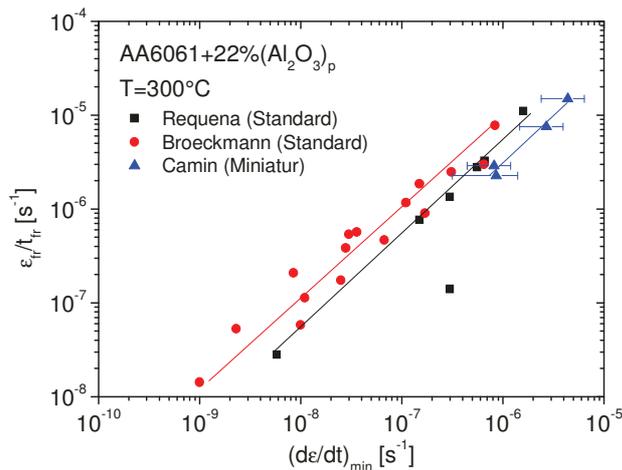


Abb. 6.6 Monkman-Grant-Beziehung nach (Gl. 6.2) (die eingetragenen Fehlerbalken sind die berechnete Messunsicherheit nach Auswerteverfahren BAM, B. Skrotzki)

Die Geradensteigungen durch die Datenpunkte der einzelnen Autoren sind nahezu parallel mit annähernd äquidistanten Abständen. Bestimmt man grafisch aus der Norton-Darstellung die Größenordnung der Messwertabweichungen der Ausgleichgeraden, so ergeben sich die Fehler für die Messdaten von Requena zu $\pm 25\%$ und von Broeckmann zu $\pm 50\%$. Für die Miniaturproben sind die errechneten Fehler der Messdaten bei $T = 300^\circ\text{C}$ $\pm 46\%$ und bei $T = 200^\circ\text{C}$ $\pm 62\%$. Daraus lässt sich ableiten, dass nach dem Ansatz von Dunand et al. die Ergebnisse der Miniaturproben trotz größerer Bruchdehnungen und minimalen Kriechraten, verglichen mit den Standardproben, als plausibel eingeordnet werden können. Es kann davon ausgegangen werden, dass die Plausibilität ebenso für die Experimente der Werkstoffe Titan+15%(SiC)_p und AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p gilt, die unter den gleichen Versuchsbedingungen durchgeführt wurden.

Einen Ansatz zur Vergleichbarkeit der minimalen Kriechrate unterschiedlicher Werkstoffe hat Dieringa in seiner Dissertation entwickelt [DIE06]. Im Vergleich zu den Untersuchungen von Dieringa an dem Werkstoff AE42+20%(Saffil[®])_f sind die experimentellen Kriechraten des hier untersuchten Werkstoffs AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p um drei Zehnerpotenzen höher (Tabelle 6.4).

Tabelle 6.4 Minimale Kriechraten AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p

minimale Kriechrate						
Camin				Dieringa (AE42+20% Saffil [®])		
σ [MPa]	T [°C]	$\dot{\epsilon}_{min}$ [s ⁻¹]	$\dot{\epsilon}_{min}^{ASS}$ [s ⁻¹]	σ [MPa]	T [°C]	$\dot{\epsilon}_{min}$ [s ⁻¹]
40	300	$2,7 \cdot 10^{-6}$	$1,9 \cdot 10^{-6}$	40	300	$2 \cdot 10^{-9}$
45	300	$1,2 \cdot 10^{-6}$	$6,8 \cdot 10^{-6}$	45	300	$4 \cdot 10^{-9}$
45	270	$6,6 \cdot 10^{-7}$	$9,5 \cdot 10^{-7}$	45	270	$3 \cdot 10^{-10}$

Für die Vergleichbarkeit der minimalen Kriechraten wird der von Dieringa in [DIE06] für Magnesium entwickelte Formalismus verwendet. Dieringa stützt sich in seiner Arbeit auf Be-

obachtungen von Agnew et al., die eine Anisotropie im Zug- und Druckkriechverhalten der Druckgusslegierung AM60B beobachteten. Agnew et al. führten Druck- und Zugkriechversuche unter gleichen Versuchsbedingungen (Spannungen und Temperatur) durch. Sie fanden dabei, dass die Kriechrate im Druckkriechversuch um eine Zehnerpotenz geringer war als im Zugkriechversuch [AGN00a]. Die Spannungsexponenten waren mit $n \approx 4$ für beide Belastungsarten identisch. Dieringa untersuchte die Anisotropie im Zug- und Druckkriechverhalten an der Magnesium-Legierung AE42 und dem MMC-Werkstoff AE42+20%(Saffil[®])_f [DIE05, DIE06, DIE09]. In seinen Arbeiten bestätigt Dieringa die Befunde von Agnew et al. der geringeren Kriechraten im Druckkriechversuch im Vergleich zum Zugkriechen.

Zunächst mutmaßten Agnew et al., dass die in Gusswerkstoffen vorhandene Porosität der Grund für die Anisotropie des unterschiedlichen Kriechverhaltens von Zug- und Druckkriechen sei [AGN00a]. Ihre weiterführenden Analysen an mehreren Mg-Legierungen bestätigte diese Mutmaßung jedoch nicht [AGN00b]. Selbst in porenfreien Werkstücken tritt die Anisotropie des Kriechverhaltens auf. Von den Autoren wird ein Zusammenhang der dynamischen Ausscheidung der β -Mg₁₇Al₁₂ Phase, die im Zug- und Druckkriechen nach [AGN00b] in verschiedenem Ausmaß stattfindet, als ursächlich genannt. Agnew et al. schreiben die höhere Kriechrate unter Zugkriechbedingungen einem größeren Gehalt der Ausscheidungen zu, den sie für eine erhöhte Punktfehlerdichte und Versetzungsbeweglichkeit verantwortlich machen. Indem Dieringa weitere Mikrostrukturanalysen durchführt, weist er anhand lichtmikroskopischer Untersuchungen spannungsabhängig unterschiedliche Zwillingsentwicklungen in der Magnesium-Legierung AE42 und im Verbundwerkstoff AE42+20%(Saffil[®])_f bei beiden Belastungsarten nach. Bilden sich in der unverstärkten AE42-Legierung im Druckkriechversuch lediglich primäre Zwillinge, so sind im Zugkriechversuch zudem sekundäre Zwillinge vorhanden [DIE09]. Da sekundäre Zwillingsbildung zur Folge hat, dass sich zusätzliche Bereiche ausbilden, in denen Versetzungsbewegung stattfinden kann, sieht Dieringa darin einen Grund für Differenzen in den minimalen Kriechraten. In dem Verbundwerkstoff dagegen beobachtete Dieringa im Druckkriechversuch nur vereinzelt Zwillingsverformung und im Zugkriechversuch nur bei hohen Spannungen von $\sigma = 80\text{MPa}$. Bei niedrigen Spannungen von $\sigma = 40\text{--}45\text{MPa}$ konnte Dieringa in Übereinstimmung mit der hier vorliegenden Arbeit keine durch Zugkriechen induzierte Zwillingsverformung nachweisen.

Dieringa findet für das Zug- und Druckkriechen trotz gleicher Kriechbelastungen unterschiedliche Spannungsexponenten, die als Indikatoren der mikrostrukturellen Mechanismen der Verformung gelten. Aus seinen Ergebnissen entwickelte Dieringa in seiner Dissertation eine Berechnungsvorschrift, die es erlaubt, anhand experimentell ermittelter Werte aus Zugkriechversuchen die minimalen Kriechraten für Druckkriechversuche und umgekehrt zu ermitteln [DIE06]. Auf der Basis eines geometrischen Zusammenhangs, der die Entwicklung der Mikrostruktur unberücksichtigt lässt, hat Dieringa ferner die Berechnungsmöglichkeit der mini-

malen Dehnrate eines Verbundwerkstoffes aus den Kriechdaten des Matrixwerkstoffes bzw. weiterer Verbundwerkstoffkombinationen hergeleitet. Die Transformation ist an die Bedingung geknüpft, dass die Versuche mit gleichen thermischen und mechanischen Belastungen durchgeführt werden. Ausgehend von dem oben gefundenen Zusammenhang, dass die Ergebnisse der Miniaturproben mit denen von Standardproben vergleichbar sind, macht der von Dieringa entwickelte Formalismus es möglich, die minimalen Kriechraten der Werkstoffe AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p und AE42+20%(Saffil[®])_f vergleichend zu betrachten. Die minimalen Kriechraten für den Werkstoff AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p berechnen sich aus den Kriechdaten des Werkstoffes AE42+20%(Saffil[®])_f:

$$\dot{\epsilon}_{min}^{ASS} = \frac{\dot{\epsilon}_{min}^{AS}}{10(a^{AS} - a^{ASS} + n^{AS} \cdot \log \sigma - n^{ASS} \cdot \log \sigma)} \quad (\text{Gl. 6.3})$$

Hierbei bezeichnen die im Exponenten verwendeten Abkürzungen „AS“ den von Dieringa betrachteten Werkstoff AE42+20%(Saffil[®])_f und „ASS“ den in dieser Arbeit untersuchten Werkstoff AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p. Die Konstanten a und n ergeben sich aus der Geradengleichung (Gl. 2.14) der Norton-Darstellung zur Ermittlung des Spannungsexponenten n (vgl. Abschnitt 2.2). In der Tabelle 6.5 sind die für die Berechnung benötigten Parameter zusammengestellt. Die Konstanten für den Werkstoff AE42+20%(Saffil[®])_f sind [DIE06] entnommen. Die Werte für den Werkstoff AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p wurden anhand der Spannungsexponenten-Fits bestimmt (Abb. A4, Anhang).

Tabelle 6.5 Konstanten der Geradengleichung

Temperatur [°C]	AE42+20%(Saffil [®]) _f [DIE06]		AE42+10%(Saffil [®]) _f +10%(SiC) _p	
	a^{AS}	n^{AS}	a^{ASS}	n^{ASS}
270	-30,4	12,6	-23,76	10,7
300	-23,88	9,36	-30,23	15,2

Die nach (Gl. 6.3) mit den Werten aus Tabelle 6.5 für AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p berechneten minimalen Kriechraten $\dot{\epsilon}_{min}^{ASS}$ liegen in der gleichen dezimalen Größenordnung wie die experimentellen Dehnraten (Tabelle 6.4). Dem Ansatz von Dieringa zufolge sind damit die in-situ gewonnenen experimentellen Kriechraten der Miniaturproben des Werkstoffes AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p in der Gegenüberstellung zu den Standardproben des Werkstoffes AE42+20%(Saffil[®])_f als glaubwürdig einzuordnen.

Auf die Bewertung der Spannungsexponenten n und die für das Kriechen benötigten Aktivierungsenergien für die MMC-Werkstoffe wird im Rahmen dieser Arbeit verzichtet. Grund hierfür sind die geringe Anzahl von Messungen sowie fehlende Wiederholungsmessungen. Dieses ist hinsichtlich einer statistisch fundierten Aussagekraft unzureichend.

Für die Beschreibung der Verformungsfähigkeit bzw. Duktilität der Werkstoffe dienen die Kennwerte der Bruchdehnungen ε_{fr} und der Brucheinschnürungen Z (Tabelle 6.6). Für den Werkstoff AA6061+22%(Al₂O₃)_p liegen für die Bruchdehnung Literaturwerte der Autoren [REQ02, BRO01] vor (Tabelle 6.2) und wurden bereits oben diskutiert. Werte für die Brucheinschnürungen nennt keine der Quellen.

Tabelle 6.6 Bruchdehnungen und -einschnürungen

Bruchdehnung und -einschnürung											
Titan+15%(SiC) _p				AA6061+22%(Al ₂ O ₃) _p				AE42+10%(Saffil [®]) _f +10%(SiC) _p			
σ	T	ε_{fr}	Z	σ	T	ε_{fr}	Z	σ	T	ε_{fr}	Z
[MPa]	[°C]	[%]	[%]	[MPa]	[°C]	[%]	[%]	[MPa]	[°C]	[%]	[%]
150	510	36	35	50	300	13,4	9,6	40	300	8,9	1,2
180	510	35	35	60	300	9	7,3	45	300	4,4	0
				70	300	7,7	4,4				
				190	200	4,6	4,8				

Der Werkstoff Titan+15%(SiC)_p weist die größten Bruchdehnungen mit $\varepsilon_{fr} \approx 36\%$ bei gleichzeitig größter Einschnürung von $Z = 35\%$ auf. Bereits bei Raumtemperatur besitzt (commercial pure) cp-Titan (Grade 1-4) Bruchdehnungen von $\varepsilon_{fr} = 15-30\%$ sowie Brucheinschnürungen von $Z = 25-35\%$ [PET01, MOE14]. Bei erhöhter Temperatur $T = 510^\circ\text{C}$ finden sich bei [LUS53] für cp-Titan Werte für die Bruchdehnungen von $\varepsilon_{fr} = 50\%$ und Brucheinschnürungen von $Z = 85\%$. In der Literatur wird die Anwesenheit von Partikeln als Verstärkungsphase im Vergleich zur unverstärkten Matrixlegierung als kriechfestigkeitsfördernd angesehen [ZHU98, MA02]. Mit abnehmender Duktilität werden folglich die Bruchdehnungen und Brucheinschnürungen geringer. Daraus lässt sich ableiten, dass die Partikelverstärkung mit 15% SiC in dem cp-Titan-basierten MMC eine Kriechfestigkeitssteigerung bewirkt und die plastische Verformung der Matrix einschränkt, wie es auch in [DAV95] beschrieben ist (vgl. Abschnitt 2.1.3, Abb. 2.2). In der lichtmikroskopischen Aufnahme der Einschnürungszone nach dem Kriechversuch ist neben Poren im Vergleich zum Ausgangszustand eine mikrostrukturelle Veränderung des Matrixgefüges zu erkennen (Abb. 6.7). Bis zu einem Abstand von ca. 400 μm von der Bruchfläche findet sich ein teil-rekristallisiertes Gefüge und in Belastungsrichtung gestreckte Körner (Abb. 6.7 a), während weiter entfernt von der Bruchfläche liegendes Gefüge die Struktur des Ausgangszustandes aufweist (Abb. 6.7 b). Die Bestimmung der Korngröße ergab in der Bruchflächennähe eine durchschnittliche Korngröße von 7 μm (Abb. 6.7 a). Das weiter entfernt liegende Titangefüge besitzt eine Korngröße von 11 μm (Abb. 6.7 b).

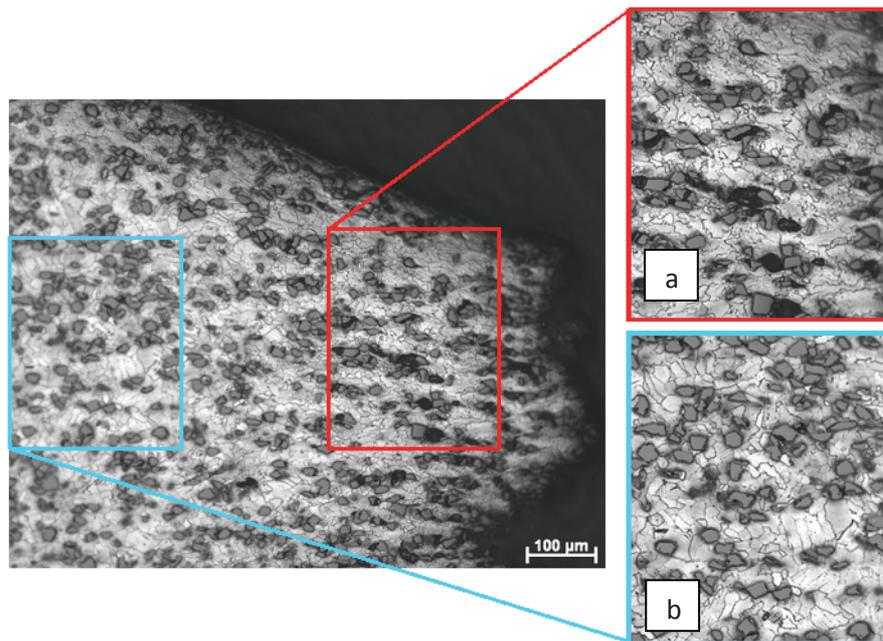


Abb. 6.7 Lichtmikroskopische Aufnahme, Längsschnitt, Titan+15%(SiC)_p-Kriechbruchprobe, a) rekristallisiertes Gefüge im Einschnürungsbereich, b) unbeeinflusstes Matrixgefüge

Tabelle 6.7 fasst die mittleren Korngrößen des Ausgangszustandes, in der Nähe der Bruchfläche und im weiter entfernt liegenden Matrixgefüge zusammen. Im Ausgangszustand betrug die mittlere Korngröße im Längsschnitt $7\mu\text{m}$ (vgl. Abschnitt 5.1.1, Tabelle 5.2). Die mittlere Korngröße von $11\mu\text{m}$ des Matrixgefüges, das etwas weiter von der Bruchstelle entfernt ist, ist demnach auf ein Kornwachstum des strangepressten Werkstoffes aufgrund der homologen Temperatur von $T/T_m = 0,4$ im Kriechversuch zurückzuführen. Die an der Bruchfläche wiederum geringere mittlere Korngröße von $7\mu\text{m}$ ist auf Rekristallisation verursacht durch die Versuchstemperatur und die in der Einschnürungszone vorhandenen Spannungsverhältnisse zurückzuführen [PET10]. Dieses wird durch die Klassifizierung der Kriechbruchmechanismen nach Ashby et al. gestützt (vgl. Abschnitt 2.2.2, Abb. 2.8, [ASH79]). Demnach sind in der Matrix des Werkstoffes Titan+15%(SiC)_p in dem Temperaturbereich $T \geq 0,3T_m$ zwei mikrostrukturelle Veränderungen zu erwarten: Einerseits die Entstehung und das Wachstum von Poren, die dem power-law folgen, und andererseits die dynamische Erholung oder Rekristallisation. Als Merkmal für das Stattfinden einer Rekristallisation ist die Neubildung von Körnern an ehemaligen Korngrenzen sowie einen damit einhergehenden Entfestigungsprozess kennzeichnend. Die Kornneubildung hat die Abnahme der Versetzungsdichte und dementsprechend die Abnahme der damit in Zusammenhang gebrachten Rückspannung (back stress, threshold stress) zur Folge. Ebenfalls können die neugebildeten Körner in Richtungen entstehen, die eine makroskopisch homogene plastische Deformation zulassen [SKR01]. Die hohen Kriechbruchdehnungen und die starken Einschnürungen der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Titan-MMC-Kriechproben dürften auf diesen Vorgängen begründet sein.

Tabelle 6.7 Korngrößen der Titanmatrix

Bildebene	Mittlere Korngröße [μm]	Mittlere Projektionslänge von z (Länge) [μm]	Mittlere Projektionslänge von x oder y (Breite) [μm]	Verhältnis Länge zu Breite
längs (z/y) Ausgangszustand	7 ± 3,5	6 ± 4	5 ± 3	1,2
längs (z/y) Bruchnähe	7 ± 3	7 ± 4	5 ± 3	1,3
längs (z/y) Matrixgefüge	11 ± 3	8 ± 4	8 ± 4	1,01

Die Werte für die Bruchdehnungen des auf der aushärtbaren Aluminium-Legierung AA6061 basierenden MMCs sind mit Werten zwischen $\varepsilon_{fr} = 4,6$ bis 13,4% deutlich geringer als die des Rein-Titan-MMCs. Die Beurteilung im Vergleich zur Literatur wurde bereits oben diskutiert. Ein rekristallisiertes Gefüge vergleichbar zum Titan-MMC findet sich in dem Al-MMC nicht.

Für den Werkstoff AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p ergeben sich bei der Versuchstemperatur $T = 300^\circ\text{C}$ und den Spannungen von 40 bzw. 45MPa aus den experimentellen Daten eine maximale Bruchdehnung von $\varepsilon_{fr} = 8,9\%$ bei gleichzeitig lediglich einer Brucheinschnürung von $Z_{max} = 1,2\%$. Bei der Bruchdehnung von $\varepsilon_{fr} = 4,4\%$ tritt sogar keine messbare Einschnürung auf. Dieringa beschreibt für den Werkstoff AE42+20%(Saffil[®])_f im Zugkriechversuch bei etwas höheren Spannungen (50 bzw. 60MPa) Bruchdehnungen von weniger als 1% [DIE06], die im Vergleich zu Untersuchungen des Kriechverhaltens kurzfaserverstärkter MMCs anderer Autoren niedrig erscheinen. Kurumlu untersuchte Al-basierte MMCs mit 15% Saffil[®]-Kurzfaserverstärkung anhand miniaturisierter Kriechproben und fand ähnliche Bruchdehnungswerte wie Kausträter et al. an Standardproben des identischen Werkstoffs unter gleichen Kriechbelastungen ($\sigma = 40\text{MPa}$, $T = 350^\circ\text{C}$). Kurumlu nennt einen Bruchdehnungswert von $\varepsilon_{Mini,fr} = 4,6\%$ [KUR10] und Kausträter den Wert $\varepsilon_{Makro,fr} = 4\%$ [KAU01]. Nieh zeigt für einen Al-MMC mit AA6061-Matrix und 20% SiC_w-Verstärkung eine Bruchdehnung von $\varepsilon_{fr} \approx 4,6\%$ ($\sigma = 52\text{MPa}$, $T = 343^\circ\text{C}$) [NIE84]. Vor diesem Hintergrund erscheinen die hier experimentell bestimmten Bruchdehnungswerte der in-situ Kriechversuche für den Werkstoff AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p durchaus glaubwürdig und reihen sich in die Ergebnisse weiterführender Literatur ein. Ebenso wie der Al-basierte MMC zeigt der Mg-basierte MMC keinen Rekristallisationsbereich in der Bruchflächennähe.

Die Duktilität von Kriechbrüchen ist nicht nur durch die Bruchdehnung sondern über den Zusammenhang der Querdehnung ebenso durch die Brucheinschnürung gekennzeichnet. Broeckmann beschreibt ohne Angabe konkreter Werte, dass bei Temperaturen $T \leq 300^\circ\text{C}$ für den Werkstoff AA6061+10%(Al₂O₃)_p im Wärmebehandlungszustand T6 keine nennenswerte lo-

kale Einschnürung zu finden sei [BRO01], während Requena et al. [REQ02] und Dieringa [DIE06] hierzu keine Aussage machen. Bisher nennt keine der Literaturstellen konkrete Zahlen für die Brucheinschnürung. Vergleicht man die in dieser Arbeit ermittelten Brucheinschnürungen der drei untersuchten MMC-Werkstoffe untereinander, so weist der Rein-Titan-basierte MMC die größte, der Aluminium-basierte MMC die mittlere und der Magnesium-basierte MMC die kleinste Brucheinschnürung auf. Im Allgemeinen weist ein reines Metall gegenüber einer ausgehärteten Legierung typischerweise eine höhere Duktilität auf. Der Titan-basierte MMC besitzt, trotz der geringsten homologen Temperatur der hier durchgeführten Experimente, die größten Bruchdehnungen bei gleichzeitig größter Brucheinschnürung im Vergleich mit den beiden aushärtbaren Legierungsmatrizes. In der Gegenüberstellung der beiden aushärtbaren Legierungen besitzt der unverstärkte Matrixwerkstoff AA6061 gegenüber dem unverstärkten Werkstoff AE42 eine kleinere Bruchdehnung im Zugversuch bei Raumtemperatur (Tabelle A1, Anhang). Statt einer kleineren Bruchdehnung und -einschnürung des AA6061-basierten MMCs im Vergleich zum AE42-MMC im Kriechversuch zeigt sich hier jedoch ein gegensätzliches Bild. Da beide Werkstoffe bei ähnlichen homologen Versuchstemperaturen und Spannungen sowie Anteilen der Verstärkungsphasen im Kriechversuch getestet wurden, ist daraus abzuleiten, dass in diesem Fall die Geometrie der Verstärkungen die Bruchdehnung und -einschnürung beeinflussen. Die Kurzfaserverstärkung in dem AE42-basierten hybridverstärkten MMC wirkt einer größeren Bruchdehnung und -einschnürung entgegen. Dieses lässt sich anhand der Ergebnisse von Nieh et al. belegen, die in Kriechexperimenten an der Matrix-Legierung AA6061 größere Bruchdehnungen und höhere Kriechraten bei einer Verstärkung mit 30% SiC-Partikeln im Vergleich zu einer Verstärkung mit 20% SiC-Whiskern bei ansonsten gleichen Kriechbelastungen gefunden haben [NIE84]. Eine Vergleichbarkeit und Beurteilung der Kriechfestigkeit der drei Werkstoffe untereinander ist nicht möglich, da die Kriechversuche der untersuchten MMC-Werkstoffe nicht bei exakt identischen homologen Temperaturen bzw. normierten Spannungen durchgeführt wurden.

6.3 In-situ Tomographie

Die automatisierte Defektanalyse der Visualisierungssoftware liefert Informationen über die räumliche Lage im Volumen und der Morphologie jedoch nicht über die Ursache der Kriechschädigung. Inwieweit es sich bei den analysierten Defekten um mikrostrukturelle Vorgänge in der Matrix, Verstärkungsbrüche und deren Bruchspaltenwachstum oder Matrixablösungen von den Verstärkungen handelt, muss optisch anhand der Tomogramme geklärt werden. Die Analyse der Versagensmechanismen und deren zeitliche Zuordnung wird im Folgenden diskutiert werden.

6.4 Modelle von Greenwood und Cocks/ Ashby

6.4.1 Zusammenführung der Modelle von Greenwood und Cocks/ Ashby

Die Grundlage für die Verwendung des Modells von Cocks/ Ashby bildet die allgemeine Annahme von Clyne und Withers, dass sich unter Kriechbedingungen die Verstärkungsphase elastisch verhält und die Matrix sich plastisch verformt, als sei sie unverstärkt [CLY95]. Von Wichtigkeit nennen Clyne/ Withers hierbei, dass dadurch die mikrostrukturellen Eigenschaften der Matrix der Verbundwerkstoffe denen des unverstärkten Werkstoffes entsprechen. Den Unterschied sehen die Autoren in den vorhandenen Spannungszuständen: In der monolithischen Matrix ist der Spannungszustand beim Versetzungskriechen makroskopisch homogen. Das Diffusionskriechen wird jedoch lokal durch Gradienten in der hydrostatischen Spannung zwischen verschiedenen Gefügebestandteilen vorangetrieben. In einem Verbundwerkstoff dagegen ist der Spannungszustand von vorneherein inhomogen. Die grundlegenden Annahmen des Modells des Porenwachstums von Cocks/ Ashby sind ein lokaler multiaxialer Spannungszustand sowie eine ungleichmäßige Verteilung der Poren [COC82]. Beide Voraussetzungen sind in den hier verwendeten diskontinuierlich verstärkten Verbundwerkstoffen erfüllt. Die Anwendbarkeit der Berechnungsgrundlagen für das Porenwachstum in Verbundwerkstoffen nach [COC82] haben Xu et al. an einer mit SiC-Partikeln verstärkten Aluminiummatrix gezeigt [XU94]. Ihre Simulationen basieren auf den identischen grundlegenden Gleichungen zur Beschreibung multiaxialer Spannungs- und Dehnungszustände, die auch Cocks et al. ihrem Modell für das Porenwachstum zugrundelegen. Xu et al. stellen die Gültigkeit der Gleichungen an der Grenzfläche zwischen Matrix und Partikel sowie für ein Aluminiummatrix-Poren-System dar. Bilden die Gleichungen in dem Modell von Cocks/ Ashby das Fundament für die Berechnung des Porenwachstums in der Matrix, so liefern sie in den Simulationen von Xu et al. die Beschreibung der Spannungs- und Dehnungsverhältnisse an den Entstehungsorten und den Poren selbst. In ihren Simulationen bestätigen Xu et al. die höchsten hydrostatischen Spannungen an den Polen der Partikel, wie es Clyne et al. beschreiben.

Gemäß der gängigen Literatur korreliert in Metallen das Wachstum der durch Porosität bedingten Kriechschädigung mit der Kriechdehnung [BÜR11]. Das Maß der Kriechschädigung durch Porosität, aus der im fortgeschrittenen Kriechstadium die Rissbildung resultiert, bestimmt bei den untersuchten MMC-Werkstoffen der vorliegenden Arbeit die Dehnung im Kriechverlauf unterschiedlich (Abb. 5.3.3, Abb. A7, Abb. 5.3.14, Abb. 5.3.25). Um die für die Porositätsentwicklung ursächlichen mikrostrukturellen Mechanismen in den einzelnen Kriechstadien zeitabhängig bestimmen zu können, wurden in dieser Arbeit die Modelle von Greenwood [GRE69] und Cocks/ Ashby [COC82] zusammengeführt. Greenwood formuliert in seinem Modell den Ansatz der Porenbildung und des Porenwachstums. Hierbei beschreibt er den Porenbildungsprozess in den frühen Kriechstadien anhand der Porenanzahlen als Funk-

tion der Kriechdehnung und das Porenwachstum in den späteren Kriechstadien anhand des Porenvolumens in Abhängigkeit des Produktes aus der Kriechdehnung und der Zeit (vgl. Abschnitt 2.2.3.1). Über das Modell von Greenwood hinausgehend wurde in dieser Arbeit die Porenbildung und das Porenwachstum über den gesamten Kriechverlauf betrachtet, d.h. die Porenbildung und das –wachstum jeweils sowohl in den frühen als auch späteren Kriechstadien. Das Modell von Cocks/ Ashby beinhaltet die drei mikrostrukturellen Mechanismen des Porenwachstums durch Korngrenzendiffusion, Oberflächendiffusion und Versetzungskriechen der Matrix. Die Mechanismen sind nach Cocks/ Ashby gekennzeichnet durch die Porengeometrie sphärisch (Korngrenzendiffusion) und die Porenorientierungen senkrecht (Oberflächendiffusion) sowie parallel (Versetzungskriechen der Matrix) zur Belastungsrichtung (vgl. Abschnitt 2.2.3.2). Der Verlauf der Gesamtporosität ist stets die Summe aller Funktionsverläufe der Porositäten der einzelnen Mechanismen. Die zeitabhängige Analyse der Verläufe der Porengeometrien/ –orientierungen anhand der tomographischen Abbildungen gibt demzufolge Hinweise über das Stattfinden von Diffusionsprozessen und/ oder vom Versetzungskriechen der Matrix für die Porenbildung und das Porenwachstum. Die kombinierte Anwendung beider Modelle ermöglicht zeitabhängig die qualitative sowie quantitative Beschreibung der mikrostrukturellen Kriechmechanismen und deren Zuordnung zu den Kriechstadien. Die von Greenwood [GRE69] beschriebenen Zusammenhänge für die Porenbildung und das Porenwachstum behalten weiterhin ihre Gültigkeit (Gl. 2.18, Gl. 2.19), werden jedoch um die mikrostrukturellen Mechanismen nach Cocks/ Ashby [COC82] erweitert. Für die Anwendbarkeit auf die 3-dimensionalen Tomographiedaten wurden in den Berechnungsgrundlagen nach [COC82] die Flächenanteile der Poren f_h durch die Volumenanteile V_h ersetzt (vgl. Abschnitt 2.2.3.2). Damit ergibt sich aus der modifizierten (Gl. 2.18) für den Porenbildungsprozess in den frühen und späteren Kriechstadien der Funktionsverlauf der Gesamtporenanzahl f_{Nges} als Summe der Funktionsverläufe der Porenanzahlen der drei mikrostrukturellen Mechanismen:

$$f_{Nges} = \Delta N_P = N_0 + \Sigma(\Delta N_{KG} + \Delta N_{OD} + \Delta N_{VM}) \quad (\text{Gl. 6.4})$$

Hierbei bezeichnet ΔN_P die Änderung der Gesamtporenanzahl, N_0 die Porenanzahl im Ausgangszustand, ΔN_{KG} die Änderung der Anzahl der Poren durch Korngrenzendiffusion, ΔN_{OD} durch Oberflächendiffusion sowie ΔN_{VM} durch Versetzungskriechen der Matrix.

Entsprechend wird nach der Zusammenführung der Modelle für das Porenwachstum in den frühen und späteren Kriechstadien gemäß der modifizierten (Gl. 2.19) für den Funktionsverlauf des Gesamtporenvolumens f_{Vges} die Summe aus den Wachstumsfunktionen der Porenvolumina der drei mikrostrukturellen Mechanismen gebildet:

$$f_{Vges} = \Delta V_P = V_0 + \Sigma(\Delta V_{KG} + \Delta V_{OD} + \Delta V_{VM}) \quad (\text{Gl. 6.5})$$

Dabei sind ΔV_p die Änderung des Gesamtporenvolumens, V_0 das Porenvolumen im Ausgangszustand, ΔV_{KG} die Änderung des Porenvolumenanteils durch Korngrenzendiffusion, ΔV_{OD} durch Oberflächendiffusion sowie ΔV_{VM} durch Versetzungskriechen der Matrix.

Für den Prozess der Porenbildung ist der Funktionsverlauf der Gesamtporenanzahl exemplarisch als linearer Zusammenhang in der Abhängigkeit von der Kriechdehnung dargestellt (Abb. 6.8 a), wie ihn Greenwood für die frühen Kriechstadien beschreibt. Für die Funktion der Änderung des Gesamtporenvolumens $\Delta V_p \sim f(p)$ nach Greenwood (Gl. 2.19) ist in Abb. 6.8 b exemplarisch eine exponentielle Funktion dargestellt, wie sie für das Porenwachstum in den späteren Kriechstadien zu erwarten ist.

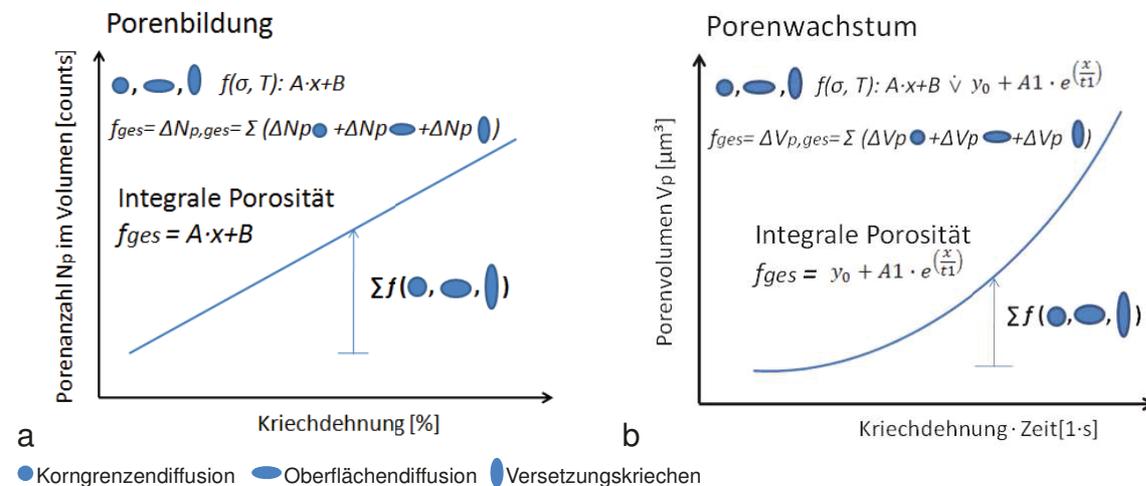


Abb. 6.8 Zusammengeführte Modelle von Greenwood [GRE69] und Cocks/ Ashby [COC82], a) Porenbildung in den frühen Kriechstadien, b) Porenwachstum in den späteren Kriechstadien

Im folgenden Abschnitt werden die Einflussfaktoren auf die Porenbildungs- und -wachstumsprozesse in den untersuchten Werkstoffen diskutiert.

6.4.2 Anwendung der zusammengeführten Modelle von Greenwood und Cocks/ Ashby auf die Leichtmetall-Verbundwerkstoffe Titan+15% (SiC)_p, AA6061+22% (Al₂O₃)_p und AE42+10% (Saffil[®])_f+10% (SiC)_p

Die Änderung der Kriechbelastung, d.h. der mechanischen Spannung σ und/ oder der Versuchstemperatur T , hat bei allen untersuchten Werkstoffen über den gesamten Kriechverlauf Auswirkungen auf die Porenbildung und das Porenwachstum. Die ihnen zugrundeliegenden mikrostrukturellen Mechanismen besitzen unterschiedliche Abhängigkeiten von Spannungs- und/ oder Temperaturvariationen (vgl. Abschnitt 2.2.3.2). Diese Abhängigkeiten beeinflussen folglich die Porositätsentwicklung in unterschiedlichem Maß. Den drei untersuchten Werkstoffen ist gemeinsam, dass der mikrostrukturelle Mechanismus der Oberflächendiffusion die Porenbildung und das Porenwachstum größtenteils bestimmt. Im einachsigen Kriechversuch ist das Verhältnis der hydrostatischen Spannung zur von Mises Vergleichsspannung mit $p/\sigma_e \approx -0,3$ klein (Gl. 2.20, Gl. 2.21) und demzufolge nach [COC80] die Oberflächendiffusi-

on der dominierende Diffusionsmechanismus. Den geringsten Einfluss auf die Porenbildung und das –wachstum hat in jedem Kriechstadium die Korngrenzendiffusion, wie die Ergebnisse dieser Arbeit für alle untersuchten Werkstoffe und Kriechbelastungen bestätigen. Der Mechanismus des Versetzungskriechens der Matrix spielt in den Al- und Mg-basierten MMC-Werkstoffen bei den Porenbildungs- und Porenwachstumsprozessen ebenfalls lediglich eine untergeordnete Rolle. In dem Werkstoff Titan+15%(SiC)_p dagegen vollzieht sich in den späteren Kriechstadien ein Mechanismuswechsel von der Oberflächendiffusion zum Versetzungskriechen der Matrix, der im Abschnitt 6.4.3 detailliert diskutiert wird. Nicht nur der Anteil der einzelnen mikrostrukturellen Mechanismen ist spannungs- und temperaturabhängig, sondern ebenfalls deren Entwicklungen im Kriechverlauf. Aus der Analyse der Funktionsverläufe der Porenentwicklungen kann für die partikelverstärkten Werkstoffe Titan+15%(SiC)_p und AA6061+22%(Al₂O₃)_p der Übergang der frühen zu den späteren Kriechstadien identifiziert werden. Der Übergang zeigt sich anhand der Änderung der Wachstumsfunktionen für die Porenbildung und das Porenwachstum im Kriechversuch. Der Wechsel von den frühen zu den späteren Kriechstadien erfolgt spannungs- sowie temperaturabhängig bei unterschiedlichen Dehnungswerten (Abb. 5.3.9, Abb. 5.3.11, Abb. 5.3.20, Abb. 5.3.22). Für beide partikelverstärkten Werkstoffe gilt, dass sich mit zunehmender Spannung der Übergang bei geringeren Dehnungswerten vollzieht. Eine Spannungserhöhung bei gleichzeitiger Temperaturabsenkung führt bei dem Werkstoff AA6061+22%(Al₂O₃)_p zu einer Verschiebung des Wechsels hin zu sehr kleinen Dehnungswerten. Der alleinige Einfluss einer Temperaturänderung auf den Wechselzeitpunkt kann aus den experimentellen Daten nicht bestimmt werden. Der Grund für die Verschiebung des Übergangs der Kriechstadien zu kleineren Dehnungswerten in Abhängigkeit von der Spannung lässt sich aus den Porenentwicklungen ableiten: Die Schädigungsraten aller mikrostrukturellen Mechanismen nehmen mit größer werdender Spannung zu. Dieses führt zu größerer Kriechschädigung durch Porosität bei geringeren Dehnungswerten (vgl. Abschnitt 2.2.3.2). In den Experimenten zeigt sich, dass die Kriechdehnung im Kriechverlauf zunehmend durch das Porenwachstum vorhandener Poren und weniger durch Poreneubildung bestimmt wird. In den späteren Kriechstadien überwiegt das exponentiell zunehmende Porenwachstum die linear verlaufende Porenbildung (Abb. 5.3.6, Abb. 5.3.17, Abb. A9).

Bei dem hybridverstärkten Werkstoff AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p sind keine Entwicklungsänderungen der Porenbildung und des –wachstums im Kriechverlauf ersichtlich (Abb. 5.3.34, Abb. 5.3.36). Eine Unterscheidung in frühe und spätere Kriechstadien kann in diesem Werkstoff anhand der Porenentwicklung demzufolge nicht vorgenommen werden. Darauf wird im Abschnitt 6.4.3 detailliert eingegangen.

Die detaillierte Betrachtung der Wachstumsfunktionen für die Porenbildung und das Porenwachstum der durchgeführten Experimente ermöglicht die Analyse von Spannungs- und Temperaturabhängigkeiten der einzelnen Kriechmechanismen. Die Tabellen 6.8 und 6.9 sowie die

Abbildungen 6.9 a+b geben einen Überblick der Spannungs- und Temperaturabhängigkeiten der mikrostrukturellen Mechanismen nach [COC82] für die Porenbildung und das Porenwachstum des Werkstoffs Titan+15%(SiC)_p in den frühen (F) und späteren (S) Kriechstadien. In dem Werkstoff Titan+15%(SiC)_p führt eine Erhöhung der mechanischen Belastung um $\Delta\sigma = 30\text{MPa}$ von 150MPa auf 180MPa bei konstanter Temperatur $T = 510^\circ\text{C}$ in den frühen Kriechstadien zu verstärkter Porenbildung sowie Porenwachstum durch alle drei mikrostrukturellen Mechanismen und folglich der gesamten Porenentwicklung (Abb. 6.9 a, b, jeweils oben, links). In den späteren Kriechstadien dagegen verringern sich die Porenbildung aller Mechanismen und das Porenwachstum durch die Diffusionsmechanismen. Das Porenwachstum durch das Versetzungskriechen nimmt indessen zu und verursacht eine Steigerung des gesamten Porenwachstums (Abb. 6.9 a, b, jeweils oben, rechts). Wird die Temperatur um $\Delta T = 30\text{K}$ von 510°C auf 480°C bei konstanter mechanischer Spannung $\sigma = 180\text{MPa}$ gesenkt, bleibt die gesamte Porenbildung und die Porenbildung durch die Korngrenzendiffusion in den frühen Kriechstadien nahezu unverändert (Abb. 5.3.9 b, c, Abb. 6.9 a, b, jeweils unten, links). Jedoch findet die Porenbildung durch die Oberflächendiffusion und das Versetzungskriechen der Matrix gesteigert statt. Eine alleinige Betrachtung der Gesamtporenbildung ohne die Differenzierung der drei Kriechmechanismen würde folglich zu der Fehlinterpretation führen, dass eine Temperatursenkung um $\Delta T = 30\text{K}$ keinerlei Einfluss auf die Porenbildung hätte. Das Porenwachstum aller Poren und der einzelnen Mechanismen hingegen vermindert sich in den frühen Kriechstadien bei Temperaturabsenkung und konstanter Spannung. Für die späteren Kriechstadien liegen keine Messdaten vor. Die experimentellen Resultate der Spannungs- und Temperaturabhängigkeiten der Porenbildung und des -wachstums lassen sich mathematisch durch die Gleichungen für die Materialparameter nach [COC82] bestätigen. Die einzelnen mikrostrukturellen Mechanismen sind in unterschiedlichem Maß von der Spannung abhängig: Die Oberflächendiffusion mit σ^3 (Gl. 2.25), die Korngrenzendiffusion mit σ (Gl. 2.22) und das Versetzungskriechen der Matrix mit σ^n (Gl. 2.28). Während der Materialparameter, der die Schädigungsrate durch Oberflächendiffusion beschreibt, neben der Temperatur noch die temperaturabhängige freie Oberflächenenergie γ_s^2 im Nenner enthält (Gl. 2.26), ist der Materialparameter der Korngrenzendiffusion lediglich temperaturabhängig (Gl. 2.23) und der Parameter des Versetzungskriechens der Matrix temperaturunabhängig. Ist das Versetzungskriechen der Matrix der dominierende Mechanismus, so ist neben der Spannungsabhängigkeit des Porenwachstums die Kriechgeschwindigkeit der Matrix, die die Poren direkt umgibt, um den Faktor $[1/(1 - f_h)]^n$ beschleunigt [COC82] (vgl. Abschnitt 2.2.3.2). Im Falle der Kopplung der Mechanismen der Oberflächendiffusion und des Versetzungskriechens der Matrix ist der Materialparameter durch beide Mechanismen bestimmt (Gl. 2.33). Die resultierende Schädigung ist die Summe der beteiligten Mechanismen [COC82]. Dieses spiegelt sich in den Ergebnissen dieser Arbeit für den Werkstoff Titan+15%(SiC)_p wider: Mit zunehmender Kriech-

schädigung überwiegt der Mechanismus des Versetzungskriechens der Matrix durch den Faktor $[1/(1 - f_h)]^n$ die abnehmenden Diffusionsmechanismen und bestimmt das gesamte Porenwachstum, das überproportional ansteigt (Abb. 6.9 b, oben, rechts). Darauf wird im Abschnitt 6.4.3 detaillierter eingegangen. Der Zeitpunkt des Mechanismuswechsels im Kriechverlauf ist spannungsabhängig. Eine Erhöhung der mechanischen Belastung verschiebt den Mechanismuswechsel zu einem späteren Zeitpunkt des Kriechversuchs (Abb. 5.3.11 a+b, rechts). Die Erklärung hierfür liefern Xu et al. [XU94]: Die durch eine von außen angelegte Spannung auf eine Pore wirkende Verformungsenergie erreicht ihre Maximalwerte am senkrecht zur Belastungsrichtung liegenden Äquator der Pore (vgl. Abschnitt 2.3.3.1, Abb. 2.13, Abb. 2.14c). Aus einer höheren Belastungsspannung resultieren höhere Werte der Verformungsenergie am Äquator der Poren [XU94]. Der Mechanismus des Versetzungskriechens der Matrix in Belastungsrichtung konkurriert daher mit dem Porenwachstum senkrecht zur Belastungsrichtung. Cocks/ Ashby beschreiben in [COC82] den Zeitpunkt des Mechanismuswechsels von der Oberflächendiffusion zum Versetzungskriechen über den spannungsabhängigen kritischen Flächenanteil der Porosität f_t^s (Gl. 2.34), der durch den ebenfalls spannungsabhängigen Materialparameter ψ_0 (Gl. 2.26) bedingt ist. In Abhängigkeit von einer höheren Spannung erfolgt der Mechanismuswechsel bei einem höheren kritischen Flächenanteil der Porosität, der zu einem späteren Kriechzeitpunkt erreicht wird. Dieses wird in Abschnitt 6.4.3 eingehender diskutiert werden. Es ist zu vermuten, dass das Versetzungskriechen durch die Rein-Titan-Matrix begünstigt wird, da Fremdatome oder feinste Teilchen, die die Versetzungsbewegung im Titan-Gitter behindern, fehlen. Die grobe Partikelverstärkung vermag eine Versetzungsbewegung einzuschränken, jedoch nicht in dem Maße, wie es durch viel kleinere atomare Fehlstellen oder kleinste Teilchen einer zweiten Phase möglich wäre.

Tabelle 6.8 Einfluss der Änderung der Kriechbelastungen auf die Mechanismen der Porenbildung für Titan+15%(SiC)_p

Änderung Kriechregime	Integrale Porosität		Korngrenzen- diffusion		Oberflächen- diffusion		Versetzungskriechen der Matrix	
	F	S	F	S	F	S	F	S
$\sigma \uparrow, T = const$	+	-	+	-	+	-	+	-
$T \downarrow, \sigma = const$	o		o		o		+	

o gleichbleibend + zunehmend - abnehmend

Tabelle 6.9 Einfluss der Änderung der Kriechbelastungen auf die Mechanismen des Porenwachstums für Titan+15%(SiC)_p

Änderung Kriechregime	Integrale Porosität		Korngrenzen- diffusion		Oberflächen- diffusion		Versetzungskriechen der Matrix	
	F	S	F	S	F	S	F	S
$\sigma \uparrow, T = const$	+	+	+	-	+	-	+	+
$T \downarrow, \sigma = const$	-		-		-		-	

+ zunehmend - abnehmend

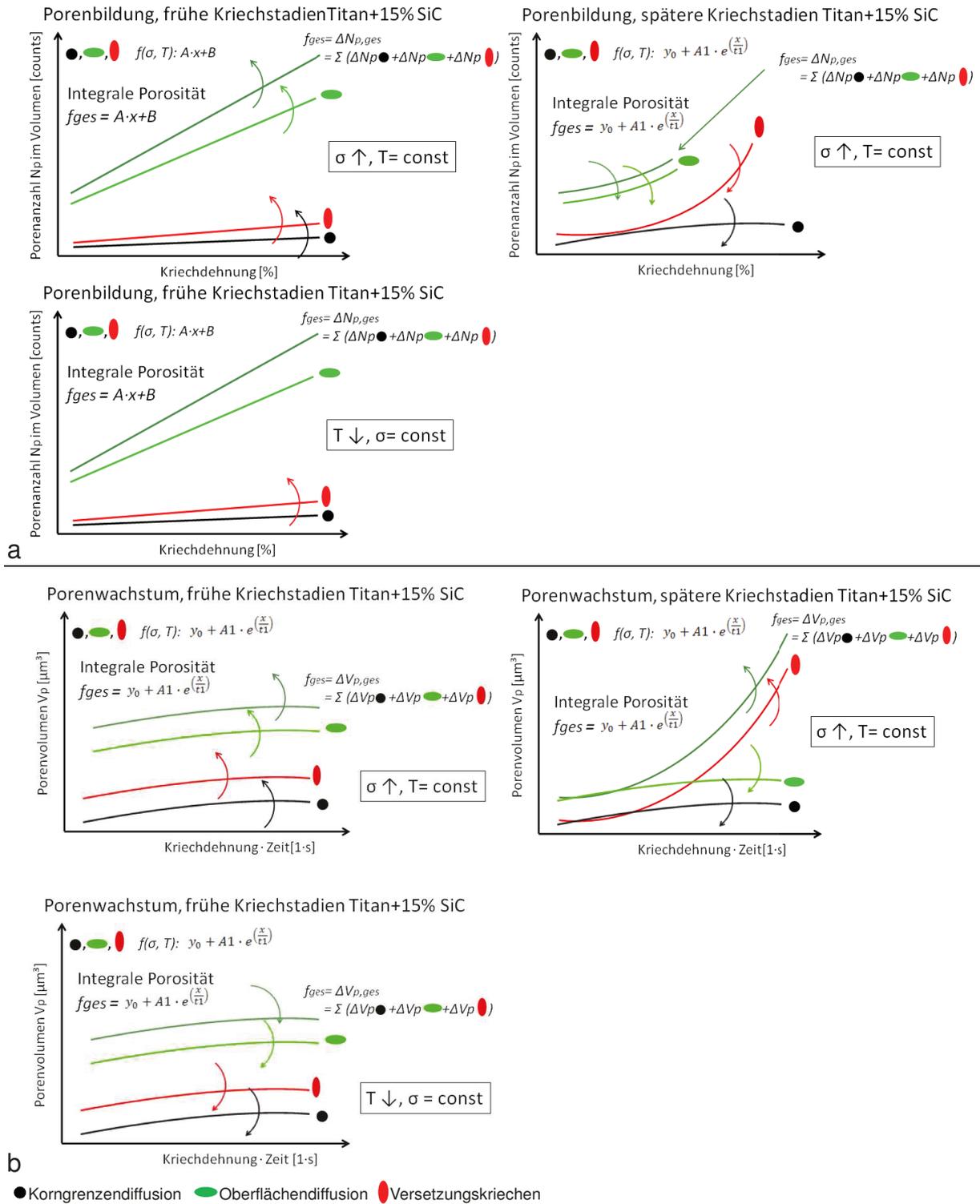


Abb. 6.9 Zusammengeführte Modelle von Greenwood und Cocks/ Ashby, spannungs- und temperaturabhängig, Titan+15%(SiC)_p, a) Porenbildung, b) Porenwachstum

In dem Werkstoff AA6061+22%(Al₂O₃)_p bewirkt eine Erhöhung der mechanischen Belastung um $\Delta\sigma = 20\text{MPa}$ von 50MPa auf 70MPa bei gleichbleibender Temperatur $T = 300^\circ\text{C}$ in den frühen Kriechstadien im Rahmen der Fehlergrenzen keine merkliche Änderung der Porenbildung, während das Porenwachstum gesteigert stattfindet (Tabellen 6.10 und 6.11, Abb. 6.10 a,

b, oben, links). In den späteren Kriechstadien nimmt die Porenbildung aller Mechanismen und folglich die gesamte Porenbildung ab. Für das Porenwachstum hingegen zeigt sich eine Zunahme des Mechanismus der Oberflächendiffusion bei gleichzeitiger Verringerung der Mechanismen der Korngrenzendiffusion und des Versetzungskriechens der Matrix. Da die Oberflächendiffusion der dominierende Porenwachstumsmechanismus ist, verstärkt sich das gesamte Porenwachstum ebenso. Die Porositätsentwicklung bei konstanter Temperatur und Spannungserhöhung ist in diesem Werkstoff demnach weniger durch Poreneubildung denn durch Porenwachstum charakterisiert. Eine Spannungsanhebung bei gleichzeitiger Temperatursenkung begünstigt Prozesse, die zu verstärkter Bildung und Wachstum senkrechter Poren führen. Diese sind jedoch nicht auf den Mechanismus der Oberflächendiffusion zurückzuführen sondern auf Partikelbrüche (vgl. Abschnitt 6.4.3). Die Mechanismen der Diffusion und des Versetzungskriechens der Matrix verlieren bei diesen Belastungsänderungen in dem MMC-Werkstoff ihren Einfluss auf die Kriechschädigung.

Die rechnerische Begründung für die stattfindenden mikrostrukturellen Mechanismen liefern wie bereits beim Titan-basierten MMC die Berechnungsvorschriften für die Schädigungsraten unter Berücksichtigung der jeweiligen Materialparameter nach [COC82]. Die Mechanismen der Porenbildung und des Porenwachstums sind neben der Spannung von der veränderlichen Schädigung abhängig. Eine zunehmende Schädigung bewirkt eine stärkere Steigerung der Schädigungsrate durch Oberflächendiffusion im Vergleich zum Mechanismus der Korngrenzendiffusion, während bei dem Versetzungskriechen der Matrix daraus eine Verringerung der Schädigungsrate resultiert (Gl. 2.22, Gl. 2.25, Gl. 2.28). Beim Mechanismus des Versetzungskriechens der Matrix ist die Schädigungsrate zudem abhängig vom Parameter β (Gl. 2.29), der den Faktor der hydrostatischen Spannung p/σ_1 enthält. Dieser hat gemäß [COC82] den wesentlichen Anteil am Porenwachstum durch das Versetzungskriechen der Matrix. Die Abb. 2.14 c im Abschnitt 2.3.3.1 nach [XU94] veranschaulicht das Porenwachstum, wenn der Mechanismus der Oberflächendiffusion vorherrscht: Die Formänderungsarbeit hat ihr Maximum am Äquator der Pore und fördert somit das Wachstum senkrecht zur Belastungsrichtung. Die hydrostatische Spannung dagegen hat ihr Minimum in der Belastungsrichtung. Folglich wird ein Wachstum parallel zur Belastungsrichtung hierdurch gehemmt.

Tabelle 6.10 Einfluss der Änderung der Kriechbelastungen auf die Mechanismen der Porenbildung für AA6061+22%(Al₂O₃)_p

Änderung Kriechregime	Integrale Porosität		Korngrenzen- diffusion		Oberflächen- diffusion		Versetzungskriechen der Matrix	
	F	S	F	S	F	S	F	S
$\sigma \uparrow, T = const$	o	-	o	-	o	-	o	-
$\sigma \uparrow, T \downarrow$	+	+	-	-	+	+	+	-

o gleichbleibend + zunehmend - abnehmend

Tabelle 6.11 Einfluss der Änderung der Kriechbelastungen auf die Mechanismen des Porenwachstums für AA6061+22%(Al₂O₃)_p

Änderung Kriechregime	Integrale Porosität		Korngrenzen-diffusion		Oberflächen-diffusion		Versetzungskriechen der Matrix	
	F	S	F	S	F	S	F	S
$\sigma \uparrow, T = const$	+	+	+	-	+	+	+	-
$\sigma \uparrow, T \downarrow$	-	+	-	-	-	+	-	-

+ zunehmend - abnehmend

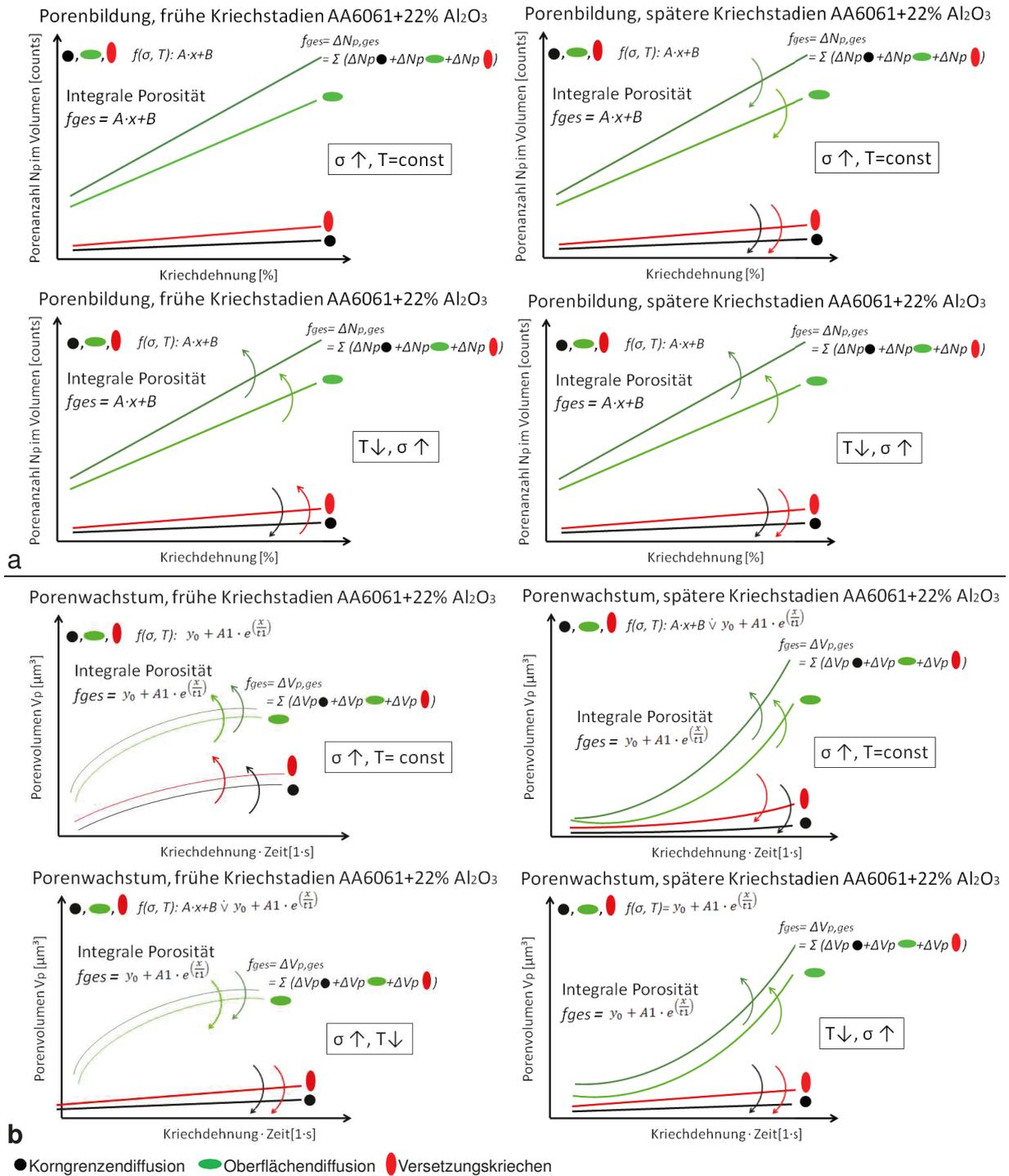


Abb. 6.10 Zusammengeführte Modelle von Greenwood und Cocks/ Ashby, spannungs- und temperaturabhängig, AA6061+22%(Al₂O₃)_p, a) Porenbildung, b) Porenwachstum

Für den Werkstoff AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p können Porenbildung und -wachstum in ihrer Gesamtheit und durch die mikrostrukturellen Mechanismen über den gesamten Kriechverlauf hinweg jeweils mit einer Funktion angepasst werden. Die Porenbildung findet linear mit gleichbleibender Geradensteigung statt (Abb. 5.3.34). Das Porenwachstum hingegen folgt linearen oder exponentiellen Funktionen (Abb. 5.3.36). Eine Spannungserhöhung um $\Delta\sigma = 5\text{MPa}$ bei konstanter Temperatur $T = 300^\circ\text{C}$ bewirkt eine Verringerung der Porenanzahlen (Tabelle 6.12, Abb. 6.11 a, links).

Tabelle 6.12 Einfluss der Änderung der Kriechbelastungen auf die Mechanismen der Porenbildung für AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p

Änderung Kriechregime	Integrale Porosität	Korngrenzen-diffusion	Oberflächen-diffusion	Versetzungskriechen der Matrix
$\sigma \uparrow, T = \text{const}$	-	-	-	-
$T \downarrow, \sigma = \text{const}$	+	+	+	-

+ zunehmend - abnehmend

Tabelle 6.13 Einfluss der Änderung der Kriechbelastungen auf die Mechanismen des Porenwachstums für AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p

Änderung Kriechregime	Integrale Porosität	Korngrenzen-diffusion	Oberflächen-diffusion	Versetzungskriechen der Matrix
$\sigma \uparrow, T = \text{const}$	+	-	+	-
$T \downarrow, \sigma = \text{const}$	-	0	-	-

o gleichbleibend + zunehmend - abnehmend

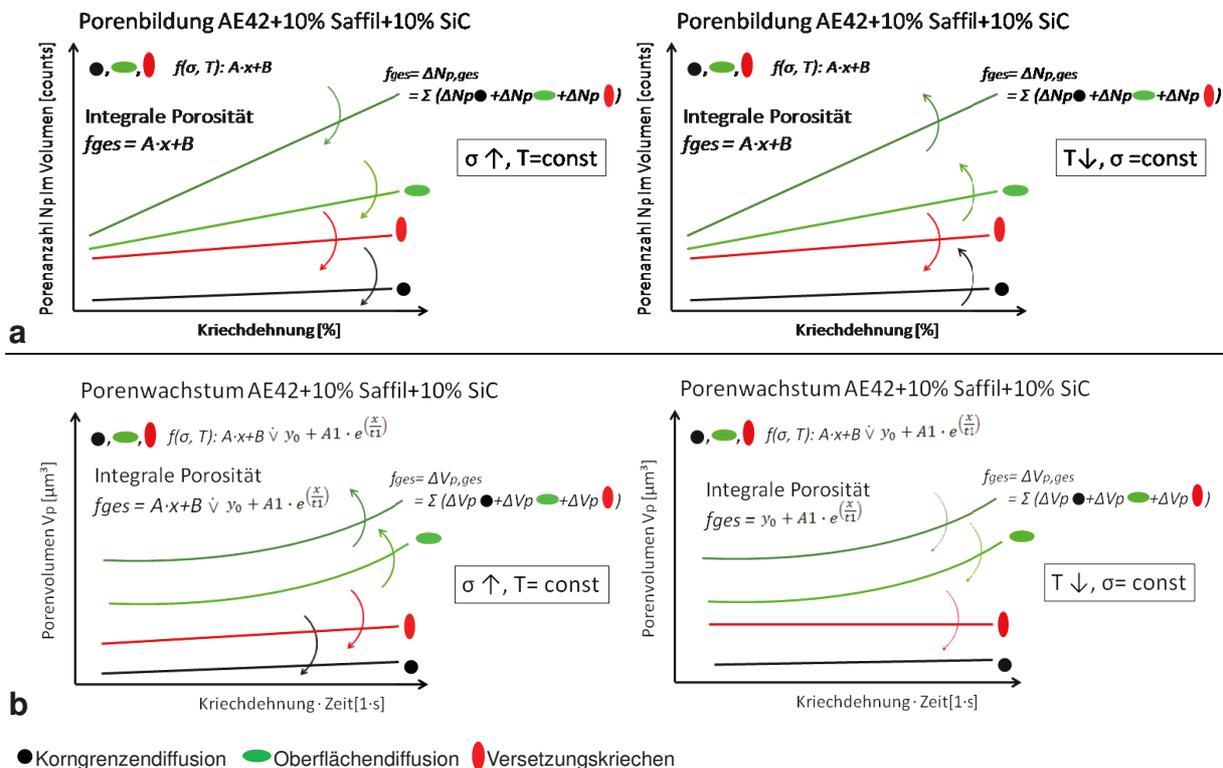


Abb. 6.11 Zusammengeführte Modelle von Greenwood und Cocks/ Ashby, spannungs- und temperaturabhängig, AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p, a) Porenbildung, b) Porenwachstum

Gleiches gilt für das Porenwachstum durch die Mechanismen der Korngrenzendiffusion und des Versetzungskriechens (Tabelle 6.13, Abb. 6.11 b, links). Einzig der Mechanismus der Oberflächendiffusion findet verstärkt statt. Daraus resultiert eine Steigerung des gesamten Porenvolumens (Abb. 6.11 b, links). Wird bei gleichbleibender Spannung $\sigma = 45\text{MPa}$ die Temperatur um $\Delta T = 30\text{K}$ gesenkt, so resultiert daraus eine Steigerung der Porenbildung insgesamt sowie durch die Diffusionsmechanismen, jedoch ein Nachlassen der Porenbildung durch Versetzungskriechen (Abb. 6.11 a, rechts). Das Wachstum des gesamten Porenvolumens und aller einzelnen Mechanismen nimmt ab (Abb. 6.11 b, rechts).

Ähnliche spannungs- und temperaturabhängige Entwicklungen der Porosität mit entsprechenden Funktionsverläufen wie in diesem Werkstoff lassen sich bei vergleichbaren Änderungen der Kriechbelastungen ebenso in dem Werkstoff AA6061+22%(Al₂O₃)_p in den späteren Kriechstadien beobachten. In beiden Werkstoffen, in denen die Oberflächendiffusion der dominierende Kriechmechanismus über den gesamten Kriechverlauf ist, tritt die Porenbildung gegenüber dem Porenwachstum in den Hintergrund. Während die Steigerung der Porenbildung bei Temperatursenkung und des Porenwachstums bei Spannungserhöhung den rechnerischen Vorschriften nach [COC82] und den Untersuchungen von [XU94] folgen, lassen sich die nachlassende Porenbildung bei Spannungserhöhung bzw. des Porenwachstums bei Temperaturabsenkung in dem Werkstoff AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p damit nicht erklären. Wie sich aus den Größenordnungen der Geradensteigungen bzw. der Wachstumskonstanten verdeutlicht (Tabellen A13 und A14, Anhang), ist der Anteil an der gesamten Kriechschädigung durch die Porenbildung und -wachstum in diesem Werkstoff nur gering. An die Stelle der Porenentwicklung durch die mikrostrukturellen Mechanismen nach [COC82], die in den späteren Kriechstadien fast vollständig zum Erliegen kommen und deren Anteil an der Kriechschädigung vernachlässigbar wird, tritt mit zunehmender Kriechdehnung der Mechanismus des Spaltbreitenwachstums gebrochener Kurzfasern. In dem hybridverstärkten Magnesium-basierten MMC sind demzufolge für die Kriechschädigung, die letztendlich zum Versagen des Bauteils führt, im Gegensatz zu den partikelverstärkten MMC-Werkstoffen weniger die Diffusionsvorgänge bzw. das Versetzungskriechen der Matrix sondern vielmehr die Verstärkungsbrüche von Bedeutung. Folglich lassen sich für den Mg-basierten MMC aus der Abb. 6.11 zwar die mikrostrukturellen Vorgänge der Porenbildung und des -wachstums in der Matrix nach dem Modell von Cocks/ Ashby in Abhängigkeit von den gewählten Kriechbelastungen beschreiben, den Kriechmechanismus, der zum Versagen des AE42-basierten MMC-Werkstoffs führt, stellen diese Abbildungen jedoch nicht dar.

Zusammenfassend für die drei in dieser Arbeit untersuchten Leichtmetall-MMC-Werkstoffe zeigt Tabelle 6.14 die Mechanismen nach [COC82], die jeweils hauptsächlich die Porenbildung und das Porenwachstum in den frühen bzw. späteren Kriechstadien bestimmen.

Tabelle 6.14 Mikrostrukturelle Mechanismen der Porenbildung und des Porenwachstums

Kriechschädigung	Titan+15%(SiC) _p		AA6061+22%(Al ₂ O ₃) _p		AE42+10%(Saffil [®]) _r +10%(SiC) _p	
	F	S	F	S	F	S
Porenbildung	O	V	O	O	O	O
Porenwachstum	O	V	O	O	O	O

O Oberflächendiffusion V Versetzungskriechen der Matrix

6.4.3 Kriechmechanismen, Kriechschädigung und Versagen

Das spannungs- und temperaturabhängige Wachstum der Gesamtporosität ist bei allen untersuchten Proben des Werkstoffs Titan+15%(SiC)_p bis ca. $0,5t_{fr}$ proportional zur Kriechdehnung (Abb. 5.3.3 a, Abb. A6). Anschließend steigt die Porosität im Falle der Proben, die bei der Temperatur von $T = 510^\circ\text{C}$ untersucht wurden, überproportional an (Abb. A7). Es zeigt sich bei der Spannung $\sigma = 150\text{MPa}$ (Abb. A7 a) ein nahezu sprunghaftes und bei $\sigma = 180\text{MPa}$ (Abb. A7 b) ein exponentielles Anwachsen der Porosität. Diese nimmt bei beiden Experimenten von ihrem minimalen Wert der Ausgangsporosität um etwa eine Zehnerpotenz auf den maximalen Wert kurz vor dem Kriechbruch zu. Der Porositätsanteil sowie die durchschnittliche Porengröße sind bei gleicher Versuchstemperatur spannungsabhängig und bei kleinerer mechanischer Belastung größer als bei höherer (Abb. A7, Abb. 5.3.8 a, b), was nachfolgend diskutiert wird. Der Zeitpunkt des überproportionalen Anstiegs der Gesamtporosität liegt bei der Spannung $\sigma = 150\text{MPa}$ bei $0,77t_{fr}$ sowie bei $\sigma = 180\text{MPa}$ bei $0,73t_{fr}$ und geht mit dem Beginn der Einschnürungen einher (Abb. 5.4.2). Innerhalb des Einschnürungsbereichs wird in der Literatur eine höhere Kriechgeschwindigkeit beschrieben, wobei der Werkstoffbereich außerhalb der Einschnürung ebenfalls kriecht, wenn auch mit niedrigerer Geschwindigkeit [BÜR11]. Die Folge der höheren Kriechgeschwindigkeit im Bereich der Einschnürung ist ein lokal überproportionales Porenwachstum (Abb. 5.4.1 b).

Bei allen Kriechversuchen wird die Porenbildung und das Porenwachstum in den frühen Kriechstadien im Wesentlichen vom Mechanismus der Oberflächendiffusion bestimmt (Abb. 5.3.9 a-c, Abb. 5.3.11a-c, jeweils links). In den späteren Kriechstadien wird mit dem Einsetzen der Beschleunigung der Kriechgeschwindigkeit im Einschnürungsbereich ab ca. $0,75t_{fr}$ das Versetzungskriechen der Matrix zum bestimmenden Mechanismus der Porenbildung und des Porenwachstums (Abb. 5.3.9 a+b, Abb. 5.3.11 a+b, jeweils rechts). In dem Werkstoff Titan+15%(SiC)_p liegt zeitabhängig für die Porenbildung sowie das Porenwachstum folglich eine Kopplung der Oberflächendiffusion mit dem Versetzungskriechen vor. Cocks/ Ashby [COC82] geben in ihrem für den 2-dimensionalen Fall entwickelten Modell für den Kopplungsmechanismus der Oberflächendiffusion und des Versetzungskriechens einen kritischer Flächenanteil f_t^s der Kriechschädigung an (Gl. 2.34), bei dem der Mechanismuswechsel auftritt. Da im Rahmen der vorliegenden Arbeit die Kriechschädigung 3-dimensional bestimmt

wurde, kann aus der für diesen Anwendungsfall modifizierten (Gl. 2.34) der kritische Volumenanteil V_t^s berechnet werden, bei dem der Wechsel auftritt. Hierfür wird aus (Gl. 2.33) der Materialparameter ψ_0 aus dem tomographisch ermittelten Gesamtporenvolumen bestimmt. Es berechnet sich für die Kriechbelastung mit $\sigma = 150\text{MPa}$ und $T = 510^\circ\text{C}$:

$$V_t^s = 0,228\%$$

Dieser kritische Volumenanteil für den Mechanismuswechsel von der Oberflächendiffusion zum Versetzungskriechen ist zum Zeitpunkt $\sim 0,77t_{cr}$ und der Dehnung von $\varepsilon_{0,77t_{fr}} \approx 15\%$ erreicht (Abb. 5.4.2 a). Bei diesem Dehnungswert setzen exponentielle Porenbildung und Porenwachstum durch den Mechanismus des Versetzungskriechens auf Kosten der Oberflächendiffusion ein (Abb. 5.3.9 a, Abb. 5.3.11 a). Das überproportionale Wachstum der Porosität ist auf die Beschleunigung der Kriechrate im Einschnürungsbereich zurückzuführen, die den Mechanismuswechsel bewirkt. Für die Kriechbelastung mit $\sigma = 180\text{MPa}$ und $T = 510^\circ\text{C}$ ergibt sich das kritische Volumen V_t^s zu:

$$V_t^s = 0,337\%,$$

das zum Zeitpunkt $0,73t_{cr}$ und der Dehnung von $\varepsilon_{0,73t_{fr}} \approx 13\%$ erreicht ist (Abb. 5.4.2 b).

Bei diesem Dehnungswert beginnt das exponentielle Porenwachstum durch den Mechanismus des Versetzungskriechens auf Kosten der Oberflächendiffusion (Abb. 5.3.11 b). Eine linear gesteigerte Porenbildung durch den Mechanismuswechsel zeigt sich erst deutlich im darauffolgenden Messpunkt bei einem Dehnungswert von $\varepsilon \approx 16\%$ (Abb. 5.3.9 b). Der kritische Volumenanteil ist demgemäß spannungsabhängig und wird zu unterschiedlichen Kriechzeitpunkten erreicht. Ist die mechanische Spannung höher, so vollzieht sich der Mechanismuswechsel bei einem höheren kritischen Volumenanteil, der zu einem früheren Kriechzeitpunkt und bei geringeren Dehnungen erreicht wird (Abb. 5.4.2, Abb. 5.3.9, Abb. 5.3.11). Bei nahezu gleichen Ausgangsporositäten finden sich in den letzten Tomogrammen kurz vor dem Bruch verschieden große integrale Porositäten von $V_{p,150\text{MPa}} = 3,42\%$ und $V_{p,180\text{MPa}} = 2,39\%$ (Abb. A7) und durchschnittlichen Porengrößen (Abb. 5.3.8) bei nahezu gleichen Bruchdehnungswerten von $\varepsilon_{fr} \approx 36$ bzw. 35% und Brucheinschnürungen von $Z = 35\%$. Die größere Endporosität bei der geringeren Versuchsspannung $\sigma = 150\text{MPa}$ hat ihre Ursache in der Kombination der exponentiellen Porenbildung und dem exponentiellen Porenwachstum mit höherer Wachstumskonstante durch Versetzungskriechen in den späteren Kriechstadien (Tabelle A8, Anhang). Dieser Befund lässt sich anhand (Gl. 2.25) und (Gl. 2.28) deuten: Eine größere Porosität führt im weiteren Kriechverlauf zu einer sehr viel höheren Porenwachstumsrate (Abb. 5.3.5). Auf Anhub wäre aufgrund der Spannungsabhängigkeit der Schädigungsraten eine größere Porenwachstumsrate bei der höheren mechanischen Belastung von $\sigma = 180\text{MPa}$ zu erwarten, was hier jedoch nicht der Fall ist. Ursächlich dafür ist die Zeitabhängigkeit der

Schädigungsrate. Die über das Doppelte längere Kriechzeit bei der Spannung $\sigma = 150 \text{ MPa}$ überwiegt den Einfluss der Spannungsdifferenz.

Die Betrachtung der frühen Kriechstadien der Kriechversuche für den Werkstoff AA6061+22%(Al₂O₃)_p bei der Versuchstemperatur $T = 300^\circ\text{C}$ zeigt entsprechend dem Werkstoff Titan+15%(SiC)_p, dass alle Mechanismen für die Porenbildung, d.h. Korngrenzen-, Oberflächendiffusion und das Versetzungskriechen der Matrix, die von Greenwood beschriebene Linearität zeigen und nebeneinander stattfinden. Die Porenbildung in den frühen Kriechstadien ist in erster Linie spannungs- und in zweiter Linie temperaturabhängig. Bei allen Kriechversuchen wird ebenso wie bei dem Werkstoff Titan+15%(SiC)_p die Porenbildung hauptsächlich vom Mechanismus der Oberflächendiffusion bestimmt (Abb. 5.3.20 a, b, c+d links). In den späteren Kriechstadien bleibt bei dem Aluminium-basierten MMC im Gegensatz zum Titan-basierten Werkstoff die Oberflächendiffusion der vorherrschende Mechanismus für das Porenwachstum (Abb. 5.3.22 b-d, rechts). Folglich finden zwar die Mechanismen der Korngrenzendiffusion und des Versetzungskriechens über die gesamte Kriechzeit neben der Oberflächendiffusion ebenfalls statt, ihr Anteil an der Kriechschädigung durch Porosität ist jedoch gering. Ein Wechsel der Mechanismen im Kriechverlauf findet vergleichbar zum Titan-basierten MMC in dem Werkstoff AA6061+22%(Al₂O₃)_p bei den Experimenten mit der Temperatur $T = 300^\circ\text{C}$ nicht statt. Die Proportionalität der Porosität zur Kriechdehnung bzw. der Porenwachstumsrate zur Dehnrage wird rechnerisch bestätigt durch das Einsetzen des Materialparameters ψ_0 aus (Gl. 2.26) in die Berechnung der für den 3-dimensionalen Fall modifizierten Schädigung V_p (Gl. 2.27), die durch die Oberflächendiffusion verursacht wird:

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = K_1 \cdot \frac{\sqrt{V_p}}{(1-V_p)^3} \cdot \sigma^2 \quad (\text{Gl. 6.6})$$

Bei der Temperatur $T = 200^\circ\text{C}$ und der Spannung $\sigma = 190 \text{ MPa}$ wird die Kriechschädigung des Werkstoffs AA6061+22%(Al₂O₃)_p durch einen anderen Mechanismus als bei den Experimenten mit der Versuchstemperatur $T = 300^\circ\text{C}$ und den Spannungen $\sigma = 50$ bis 70 MPa bestimmt. Aus der Literatur ist bekannt, dass es bei hohen Spannungen und niedrigen Versuchstemperaturen in partikelverstärkten MMC-Werkstoffen vermehrt zu Partikelbrüchen kommt [BRO01]. Aus der optischen Analyse der tomographischen Abbildungen (Abb. 5.4.20) ergibt sich, dass die zum Kriechbruch führende Kriechschädigung bei dieser Kriechbelastung im Wesentlichen durch Partikelbrüche bedingt ist und nicht durch die Diffusionsmechanismen bzw. das Versetzungskriechen der Matrix. Die Brüche entstehen in Partikeln, deren Längsachse in Richtung der Belastungsachse oder einem kleinen Winkel dazu orientiert ist. Die Partikelbrüche erfolgen senkrecht zur Partikellängsachse. Mit fortschreitender Kriechzeit klaffen diese Bruchstellen zunehmend auseinander. Das Spaltbreitenwachstum der Partikelbrüche führt im Kriechverlauf zu Matrixdelaminationen an benachbarten Partikeln, insbesondere an Partikel-Clustern, und damit zur Mikrorissbildung senkrecht zur Lastichtung. Das Spaltbreitenwachs-

tum, die Matrixablösungen und die damit verbundene Mikrorissbildung laufen zunächst nur schwach ab, nehmen jedoch ab ca. $0,7t_{fr}$ bis zum Kriechbruch exponentiell zu (Abb. 5.3.14 d). Der lineare Zusammenhang der Spaltbreitenöffnung der Partikelbrüche und Mikrorisse zur Dehnung sowie der Spalt- und Rissbreitenwachstumsrate zur Dehnrage wird durch den Ansatz der Kriechrissbildung und des Kriechrisswachstums erklärt. Kienzler beschreibt, dass das gleichförmige Spannungsfeld im Kriechprozess zu einer gleichmäßigen Schädigungszone durch die Porenbildung, deren Wachstum und schließlich deren Zusammenwachsen zu Mikrorissen führt. Befinden sich in einem Bauteil jedoch bereits im Ausgangszustand Risse, deren Ursache z.B. herstellungsbedingt sein kann, so konzentriert sich die Schädigungszone in der unmittelbaren Umgebung der Rissspitze [KIE86]. Die durch das Aufbringen der mechanischen Last entstandenen Partikelbrüche können als induzierte Risse betrachtet werden. Folgt ein Werkstoff dem Kriechgesetz nach Norton

$$\dot{\epsilon}_{min} = K \cdot \sigma^n, \quad (\text{Gl. 2.13})$$

so gilt nach Kim et al. für kurze und lange Risse der Zusammenhang zwischen der Kriechrate $\dot{\epsilon}_{min}$ und der Kriechrisswachstumsrate $\dot{\delta}_c$, die hier der Wachstumsrate der Spaltbreite der Partikelbrüche entspricht [KIM03]:

$$\frac{\dot{\delta}_c}{\delta_e} = \frac{\dot{\epsilon}_{min}}{(\sigma_{ref}/E)} \quad (\text{Gl. 6.7})$$

Hierbei sind δ_e die elastische COD (Crack opening displacement), die sich aufgrund der aufgebrachten Last spontan einstellt, σ_{ref} eine konstante Referenzspannung und E der Elastizitätsmodul. Fasst man diese Konstanten zu einer Gesamtkonstanten G zusammen, lässt sich (Gl. 6.7) schreiben als:

$$\dot{\delta}_c = G \cdot \dot{\epsilon}_{min} \quad (\text{Gl. 6.8})$$

Integriert man (Gl. 6.8) über die Kriechzeit t_{cr} , erhält man den linearen Zusammenhang der Kriechrissöffnung δ_c , die der Spaltbreite der Partikelbrüche entspricht, mit der Kriechdehnung ϵ_{cr} :

$$\delta_c = G \cdot \epsilon_{cr} + I \quad (\text{Gl. 6.9})$$

Hierbei ist I eine Integrationskonstante. (Gl. 6.9) zeigt den linearen Zusammenhang zwischen dem Spaltbreitenwachstum der Partikelbrüche und der Kriechdehnung (Abb. 5.3.14 d). Die Proportionalität der Kriechschädigung zur Kriechdehnung ist bei der Kriechbelastung $\sigma = 190\text{MPa}$, $T = 200^\circ\text{C}$ demzufolge auf das senkrecht zur Belastungsrichtung stattfindende Spaltbreitenwachstum der Partikelbrüche, die Matrixablösungen von den Partikeln und die daraus resultierenden Mikrorisse zurückzuführen.

Die Brucheseinschnürung des Aluminium-basierten Werkstoffs fällt mit $Z < 10\%$ signifikant geringer aus als bei den Titan-basierten MMC-Proben. Die größte Kriechschädigung ist dennoch ebenso im Einschnürungsbereich zu finden (Abb. 5.4.17). Die Einschnürung und das

dort lokal auftretende beschleunigte Kriechen bewirken keinen überproportionalen Anstieg der integralen Kriechschädigungsrate gegenüber der Kriechrate, wie es bei dem Werkstoff Titan+15%(SiC)_p auftritt. Die spannungs- und temperaturabhängige Wachstumsraten des gesamten Porenvolumens für den Werkstoff AA6061+22%(Al₂O₃)_p fallen verglichen mit den Porenwachstumsraten des Werkstoffs Titan+15%(SiC)_p deutlich geringer aus (Abb. 5.3.16, Abb. 5.3.5). Die Erklärung hierfür liefern Cocks/ Ashby, die im Falle des Versetzungskriechens eine beschleunigte Dehnrate der die Poren direkt umgebenden Matrix um den mit dem Schädigungsanteil verknüpften Faktor $\left(\frac{1}{1-f_h}\right)^n$ im Vergleich zur Dehnrate der ungeschädigten Matrix beschreiben (Abb. 2.10 c). Damit ist eine größere Dehnung verbunden, als durch die Oberflächendiffusion erreicht werden kann. Bei der Oberflächendiffusion ist die Dehnrate der die Poren umgebenden Matrix aufgrund der Schädigung nicht erhöht.

Für den Werkstoff AE42+10%(Saffil[®])_t+10%(SiC)_p zeigt sich bei allen Proben in den frühen Kriechstadien eine Proportionalität der Gesamtporosität zur Kriechdehnung (Abb. 5.3.25). In den späteren Kriechstadien von Probe 5 ($\sigma = 40\text{MPa}$, $T = 300^\circ\text{C}$) stagniert die Entwicklung der Porosität. In dem sehr kurzen tertiären Stadium der Probe 6 ($\sigma = 45\text{MPa}$, $T = 300^\circ\text{C}$) konnte die Porenentwicklung nicht detektiert werden. Das stagnierende Porositätswachstum und die stagnierenden Porenwachstumsraten in den späteren Kriechstadien (Abb. 5.3.25, Abb. 5.3.26) weisen darauf hin, dass der Kriechbruch nicht durch Diffusions- und/ oder Versetzungskriechen der Matrix als hauptsächliche Schädigungsmechanismen bestimmt ist, sondern diese Kriechmechanismen lediglich eine untergeordnete Rolle spielen. Die diffusionsgesteuerten Porenwachstumsprozesse zeigen über den gesamten Kriechverlauf einen schwachen Einfluss auf die Kriechdehnung; das Versetzungskriechen als Mechanismus des Porenwachstums findet nicht statt (Abb. 5.3.34, Abb. 5.3.36). Wie den tomographischen Untersuchungen zu entnehmen ist, sind Faserbrüche, deren Bruchspalten im weiteren Verlauf der Kriechexperimente auseinanderklaffen, die kriechdehnungsbestimmenden Mechanismen (vgl. Abschnitt 5.3.3.1), die letztendlich zum Versagen des hybrid mit Kurzfasern und Partikeln verstärkten Werkstoffes führen. Auf der Grundlage der maximal auf die Fasern wirkenden Schubspannung τ_{FM} (Gl. 2.4), hervorgerufen durch die von außen anliegenden mechanischen Spannungen, berechnen sich nach dem Shear-lag Modell die kritischen Faserlängen für $\sigma = 40\text{MPa}$ mit $\tau_{FM} = 20\text{MPa}$ nach (Gl. 2.3) zu:

$$l_{c,40\text{MPa}} = 175\mu\text{m}$$

und für $\sigma = 45\text{MPa}$ mit $\tau_{FM} = 22,5\text{MPa}$.

$$l_{c,45\text{MPa}} = 156\mu\text{m}$$

Unter der Annahme axialer Belastung und ohne weiteren Faserkontakt brechen nach dem Shear-lag Modell diejenigen Fasern nicht, die kürzer als die berechnete kritische Faserlänge

sind; Fasern mit der gleichen Länge wie die kritische Faserlänge brechen in der Mitte der Faser und Fasern größerer Länge brechen mehrfach. Nach der Shear-lag Modellvorstellung wird die maximale Spannung, die zum Faserbruch führt, in dem Abstand $l_c/2$ vom Faserende erreicht.

Die Länge der Fragmente l_{frag} , insbesondere bei multiplen Faserbrüchen mit $l_{frag} \ll l_c$ (Abb. 5.4.28 c), die in dem vorliegenden realen Werkstoff gefunden wurden, lassen sich allerdings nicht in allen Fällen mit dem Shear-lag Modell erklären. Zumal die durchschnittliche Faserlänge zu $\bar{l} = 120\mu\text{m} \pm 21\mu\text{m}$ bestimmt wurde und damit geringer ist, als die berechneten kritischen Faserlängen l_c . In dem hybridverstärkten AE42-basierten MMC treten außerhalb des Gültigkeitsbereiches des Shear-lag Modells durch die planare Anordnung der Kurzfasern Faserkontakte dergestalt auf, dass parallel nebeneinanderliegende Fasern verbunden über eine gemeinsame Grenzfläche oder Materialbrücken feste Pakete bilden (Abb. 5.4.29, Abb. 5.4.30, Abb. 5.1.17, Abb. 5.1.20) oder in einem Winkel zueinander liegende Fasern sich in einem Kreuzungspunkt berühren können (Abb. 5.4.25). Neben Faserkontakten untereinander treten auch Kontakte von Fasern zur zweiten Verstärkungsphase, den Partikeln, auf (Abb. 5.4.23 a, Abb. 5.4.24, Abb. 5.4.28 c, d). Da zum einen sehr viel kürzere Faserbruchstücke auftreten, zum anderen jedoch wiederum Fasern größerer Länge als l_c intakt bleiben, versagt das Shear-lag Modell zur Beschreibung des Faserbruchverhaltens als Funktion der Faserlänge bei dem vorliegenden Werkstoff.

In der Literatur besteht Einigkeit darüber, dass während des Kriechens in der Matrix an Stellen hoher Verstärkungsdichte dreiaxiale Spannungen vorliegen, die zu höheren axialen Spannungen in den Verstärkungen einerseits und höheren Kriechdehnungen in der sie umgebenden Matrix andererseits führen [DRA90, DLO95]. Dragone et al. [DRA92] und Dlouhy et al. [DLO95] haben über das Shear-lag Modell hinausgehend Untersuchungen zum Schädigungsverhalten in Verbundwerkstoffen mit regellos orientierten Kurzfasern durchgeführt. Dragone et al. haben die Auswirkungen von Belastungs- und Schädigungsmechanismen mit der Finite-Elemente-Methode unter der Annahme der Kurzfaserverstärkung als ein Netzwerk von miteinander verbundenen elastischen Stabelementen eingebettet in die sich elastisch-plastisch deformierende Matrix untersucht [DRA92]. Das Modell ermöglicht die Beschreibung der Entstehung hoher Spannungsexponenten, Aktivierungsenergien und großer anelastischer Dehnungen, jedoch nicht der Schädigungsentwicklung des Fasernetzwerkes. Weiterführende Untersuchungen haben Dlouhy et al. vorgenommen. Demzufolge sind nach Dlouhy et al. in realen Werkstoffen das Längen- zu Durchmesser-Verhältnis (aspect ratio) s der Fasern für das Faserbruchverhalten von Bedeutung [DLO95]. Die lichtmikroskopische Bestimmung von Faserlängen und -durchmessern der Faser-Preform des hier untersuchten Werkstoffs ergaben ein durchschnittliches aspect ratio $\bar{s} = 59$ und ein maximales aspect ratio $s_{max} = 83$. Dlouhy et al. haben gezeigt, dass es in einem realen Werkstoff eine Häufigkeits-

verteilung für die Wahrscheinlichkeit eines generalisierten aspect ratios S gibt. Dlouhy et al. verwenden das generalisierte aspect ratio S innerhalb der Entwicklung eines Modells zur Beschreibung mikrostruktureller Kriechprozesse in kurzfaserverstärkten Al-MMCs für die Charakterisierung des Faserbruchverhaltens [DLO95]. Es gilt:

$$S = p \cdot s \quad (\text{Gl. 6.10})$$

Hierbei ist der Parameter p bestimmt durch:

$$p = \sqrt{\frac{2 \cdot E_m}{E_f \cdot (1 + \nu_m) \cdot \ln(P_f / V_{f,eff})}} \quad (\text{Gl. 6.11})$$

Es sind der E-Modul der Matrix $E_m = 45 \text{ GPa}$, der E-Modul der Faser $E_f = 300 \text{ GPa}$, die Poissonzahl der Matrix $\nu_m = 0,35$ und der Packungsfaktor der Saffil[®]-Kurzfasern $P_f = 10,88$.

Nach Dlouhy et al. nimmt in realen Werkstoffen bei zufällig orientierten Fasern nicht der gesamte Anteil der Kurzfaserverstärkung V_f die axial wirkende Spannung im Bauteil auf [DLO95]. Den Volumenanteil an Kurzfasern, der in Abhängigkeit vom Orientierungswinkel β_s der Kurzfasern zur Belastungsachse die axiale Spannung in einem relevanten Maß trägt, bezeichnen Dlouhy et al. als effektiven Volumenanteil $V_{f,eff}$, der bei planarer Faserorientierung gegeben ist durch:

$$V_{f,eff} = V_f \cdot \frac{\int_{-\beta_s}^{\beta_s} d\beta}{\pi} \quad (\text{Gl. 6.12})$$

Die tomographischen Aufnahmen der in-situ Kriechexperimente der vorliegenden Arbeit haben gezeigt, dass diejenigen Fasern von Faserbrüchen betroffen sind, deren Längsachse in Belastungsrichtung oder in einem maximalen Winkel von 45° dazu orientiert ist (Abb. 5.4.26). Fasern mit einem Orientierungswinkel ihrer Längsachse zwischen 45° bis 90° zur Belastungsrichtung brechen im Kriechverlauf nicht (Abb. 5.4.27). Demzufolge nehmen die Fasern, deren Längsachse in dem maximalen Winkelbereich von -45° bis $+45^\circ$ zur Belastungsrichtung orientiert sind, den maßgeblichen Anteil der axial wirkenden Belastung auf. Die tomographisch ermittelten Werte für die Orientierungswinkel, innerhalb derer die Kurzfasern brechen, betragen für die Proben 5 und 10 $\beta_{Probe5/10} = \pm 45^\circ$ und für Probe 6 $\beta_{Probe6} = \pm 40^\circ$. Setzt man diese Werte in die Integrationsgrenzen in (Gl. 6.12) ein, innerhalb derer ein Faserbruch gerade noch stattfindet, so ergeben sich die effektiven Volumenanteile für Probe 5 und 10 zu $V_{f,eff,5/10} = 0,05$ und für Probe 6 zu $V_{f,eff,6} = 0,04$. Für einen mit 15vol% planar orientierten Saffil[®]-Fasern verstärkten Aluminium-basierten MMC finden Dlouhy et al. einen effektiven Volumenanteil von $V_{f,eff} = 0,06$ sowie einen Orientierungswinkel von $\beta_{max} = 45^\circ$ zur Belastungsrichtung, in dem die Fasern gerade noch zugbelastet sind. Dieses ist eine gute Übereinstimmung mit den Ergebnissen in dieser Arbeit. Das Einsetzen aller Werte in (Gl. 6.11) ergibt den Parameter p , daraus folgend aus (Gl. 6.10) das durchschnittliche generalisierte aspect ratio \bar{S} und das maximale generalisierte aspect ratio S_{max} . Die berechneten Werte

sind in Tabelle 6.15 zusammengefasst. Die ermittelten Ergebnisse für das generalisierte aspect ratio S sind in guter Übereinstimmung mit der Häufigkeitsverteilung nach Dlouhy et al. [DLO95]. Demzufolge kann das von Dlouhy et al. entwickelte Modell für die Beschreibung des Faserbruchverhaltens des in dieser Arbeit betrachteten Werkstoffes angewendet werden.

Tabelle 6.15 Werte zur Berechnung des generalisierten aspect ratios S

Probename	β_s [°]	$V_{f,eff}$ [%]	p [-]	\bar{S} [-]	S_{max} [-]
Probe 5	±45	0,05	0,196	11,6	16,27
Probe 6	±40	0,04	0,193	11,4	16
Probe 10	±45	0,05	0,196	11,6	16,27

Das Aufheizen der Kriechproben, das unter Lasteinwirkung geschieht, ist ursächlich für den überwiegenden Teil der Faserbrüche in den Kriechexperimenten. Hierbei werden Schubspannungen von der Matrix in die Fasern übertragen, die die Faserfestigkeit $R_{m,f}$ überschreiten. Demzufolge kommt es neben der Verstärkungsanordnung bedingt durch die hohe Aufheizrate von 1,3K/s sowie die um den Faktor von ~5,5 verschiedenen Wärmeausdehnungskoeffizienten des Matrixwerkstoffes AE42 und der Verstärkungen, Saffil®-Kurzfasern/ SiC-Partikel, lokal zu Spannungen, die die Faserbruchfestigkeit übersteigen und zu einem vorzeitigen Versagen der Kurzfasern führen. Es ist nach Dlouhy et al. unter der Annahme einer einzeln liegenden Faser die axiale Spannung in dieser Faser:

$$\sigma_f^1(t, S) = E_f \cdot \varepsilon_f(t) \cdot g(S) \quad (\text{Gl. 6.13})$$

mit der Dehnung der Faser $\varepsilon_f(t)$ zum Zeitpunkt t und dem Parameter

$$g(S) = 1 - \frac{\tanh(S)}{S} \quad (\text{Gl. 6.14})$$

Aus (Gl. 6.14) berechnen sich für die Proben 5 und 10 die Parameter $g(\bar{S}_{5/10}) = 0,914$ und $g(S_{max,5/10}) = 0,939$ und für die Probe 6 zu $g(\bar{S}_6) = 0,912$ und $g(S_{max,6}) = 0,938$.

Die gesamte Dehnung einer Faser ε_f während des Aufheizens setzt sich aus der Summation der Dehnungsanteile aufgrund der anliegenden Last und der Wärmedehnung des Aufheizens zusammen. Daraus lassen sich mit dem Parameter $g(S)$ und dem E-Modul der Saffil®-Fasern E_f durch Einsetzen in die (Gl. 6.13) die Spannungen in einer einzelnen Faser σ_f^1 für die Kriechbelastungen der Proben 5, 6 und 10 berechnen (Tabelle 6.16).

Tabelle 6.16 Spannungen in einer einzelnen Faser nach (Gl. 6.13)

Probename	Faserspannung σ_f^1 für $g(\bar{S})$ [MPa]	Faserspannung σ_f^1 für $g(S_{max})$ [MPa]
Probe 5	435	447
Probe 6	440	453
Probe 10	402	413

Für den Parameter $g(S)$ werden das generalisierte durchschnittliche aspect ratio \bar{S} und das generalisierte maximale aspect ratio S_{max} getrennt berechnet. In Abhängigkeit von den Faser-
spannungen σ_f^1 , die durch das Aufheizen unter Lasteinwirkung der Versuchsspannungen in
einer einzelnen Faser entstehen, lassen sich nach [DLO95] die kritischen aspect ratio S_c^j be-
rechnen, bei denen ein oder mehrere Faserbrüche auftreten:

$$S_c^{j+1} = \frac{2^j \cdot E_f \cdot \varepsilon_f}{E_f \cdot \varepsilon_f - \sigma_f^1} \quad (\text{Gl. 6.15})$$

Es ist j die Anzahl von Faserbrüchen innerhalb einer Faser, $j = 0, 1, \dots$

Tabelle 6.17 zeigt die Gegenüberstellung der Werte für die durchschnittlichen sowie maxima-
len generalisierten aspect ratios S nach (Gl. 6.10) und für die kritischen aspect ratios S_c nach
(Gl. 6.15) für bis zu drei Faserbrüche innerhalb einer Faser. Tabelle 6.17 verdeutlicht den
Zusammenhang zwischen dem aspect ratio S der Fasern, die während des Aufheizvorganges
unter Lasteinwirkung brechen, und den kritischen aspect ratios S_c^{j+1} : Diejenigen Fasern, de-
ren aspect ratio S größer ist als das kritische aspect ratio S_c^1 , brechen einmal. Diejenigen Fa-
sern, deren aspect ratio S größer ist als das kritische aspect ratio S_c^2 , brechen zweimal und
entsprechend fortlaufend. Es zeigt sich, dass gemäß der Häufigkeitsverteilung der ermittelten
aspect ratios S der Kurzfasern des vorliegenden Werkstoffes die meisten Kurzfasern durch
den Aufheizvorgang intakt bleiben und nur diejenigen brechen, deren aspect ratio $S > 11,63$
ist.

Tabelle 6.17 Generalisierte und kritische aspect ratios S

Probenname	\bar{S}	S_{max}	S_c^1	S_c^2	S_c^3
Probe 5	11,6	16,3	11,63	23,26	46,51
Probe 6	11,4	16	11,36	22,73	45,45
Probe 10	11,6	16,3	11,63	23,26	46,5

Da über den Aufheizvorgang hinausgehend die Kriechdehnung des Verbundwerkstoffes und
damit auch die Dehnung der Fasern eine Funktion der Zeit sind, ist das kritische aspect ratio
 S_c^{j+1} zudem eine zeitabhängige Größe [DLO95]. Demzufolge kann eine intakte Faser im spä-
teren Kriechverlauf brechen bzw. eine bereits gebrochene Faser ein weiteres Mal brechen,
wenn durch die zunehmende Dehnung das kritische aspect ratio S_c erneut überschritten wird
(Abb. 5.4.25). Die berechneten Werte bestätigen die Übertragbarkeit des von der Annahme
einzeln liegender Fasern ausgehenden Faserbruchmodells von Dlouhy et al. auf einen realen
Werkstoff.

Über das Faserbruchmodell von Dlouhy et al. hinausgehend treten weitere Faserbrüche in Re-
gionen hoher Verstärkungsdichte auf. Nach Rösler erzeugen Verstärkungen lokal dreiachsige
Spannungszustände in den Verbundwerkstoffen [RÖS08]. Demzufolge kann ein Zustande-
kommen von Faserbrüchen darüber erklärt werden, dass es bei Kontakten der Kurzfasern mit

anderen Verstärkungen, wie Fasern oder Partikeln, lokal zu Spannungsüberhöhungen kommt. Diese übersteigen die Bruchfestigkeit der Faser und können zu Faserbrüchen einzelner oder benachbarter Fasern bis hin zu ganzen Faserpaketen führen (Abb. 5.4.29, Abb. 5.4.30). Betrachtet man die Faserbruchstellen als Mikrorisse, so berechnet sich nach Piggott [PIG02] die Spannung an einer Rissspitze σ_{tip} zu:

$$\sigma_{tip} = \sigma_a \{1 + 2\sqrt{d_f/r}\} \quad (\text{Gl. 6.16})$$

Die Spannung an der Rissspitze ist neben der Versuchsspannung σ_a von der Spaltbreite des Faserbruchs $b = 2r$ sowie dem Faserdurchmesser d_f abhängig. Bei kleinsten gemessenen Spaltbreiten der Bruchstellen von $b \approx 1\mu\text{m}$, daraus folgend $r \approx 0,5\mu\text{m}$, und einem durchschnittlichen Faserdurchmesser von $d_f = 3\mu\text{m}$ ergeben sich für die beiden Versuchsspannungen $\sigma_1 = 40\text{MPa}$ und $\sigma_2 = 45\text{MPa}$ aus (Gl. 6.16) die Spannungen an der Rissspitze zu $\sigma_{1,tip} = 236\text{MPa}$ und $\sigma_{2,tip} = 265,5\text{MPa}$. Eine Erhöhung der von außen anliegenden Spannung bewirkt bei gleicher Faserdicke und gleichem Rissspitzenradius einen Anstieg der Spannung an der Rissspitze σ_{tip} und folglich ein stärkeres Spaltbreitenwachstum. Diese Spannungsüberhöhungen an Rissspitzen führen zu einem bevorzugten Wachstum der senkrecht zur Belastungsrichtung liegenden Spaltbreiten der Faserbruchstellen gegenüber sphärischen bzw. parallel zur Belastungsrichtung orientierten Poren in der Matrix. Weiterhin verursachen Spannungsüberhöhungen an Rissspitzen Brüche sowie Matrixablösungen an benachbarten Verstärkungen. Darauf wird weiter unten im Abschnitt detaillierter eingegangen.

Den Einfluss des Faserdurchmessers d_f (Gl. 6.16) auf die Spaltbreitenentwicklung veranschaulicht Abb. 6.12 a anhand eines Faserpaketes im untersuchten AE42-basierten MMC-Werkstoff. Die Abb. 6.12 wurde aus den Ergebnissen entwickelt, die in Abb. 5.4.30 sowie Abb. 5.4.31 dargestellt sind (vgl. Abschnitt 5.4.3). Das Faserpaket bricht innerhalb des Kriechversuchs zwei Mal. Der Faserbruch an der Bruchstelle 1 erfolgt zu einem früheren Kriechzeitpunkt t_1 als der Faserbruch an der Bruchstelle 2. Die Faserbruchstelle 1 besteht aus einer einzelnen gebrochenen Faser des Faserpaketes mit dem Faserdurchmesser $d_{f,1}$ und daraus folgend der Faserbruchfläche $A_{f,1}$. Die Faserbruchstelle 2 besteht aus drei nebeneinanderliegenden Fasern, die über eine gemeinsame Reaktionszone fest miteinander verbunden sind. Deren gemeinsame Bruchfläche $A_{f,2}$ ist somit sehr viel größer als die Faserbruchfläche $A_{f,1}$. Wäre allein der Bruchzeitpunkt für das Spaltbreitenwachstum ausschlaggebend, so müsste die Spaltbreite der Faserbruchstelle 1 im Kriechverlauf größer sein als die der Faserbruchstelle 2. Die tomografischen Aufnahmen lassen jedoch erkennen, dass die Spaltbreite b_2 an der Faserbruchstelle 2 kurz vor dem Kriechbruch sehr viel größer ist als die Spaltbreite b_1 an der Faserbruchstelle 1 (Abb. 5.4.30). (Gl. 6.16) verdeutlicht, dass die Spannung an der Rissspitze σ_{tip} umso größer ist, je größer der Faserdurchmesser d_f bei gleichbleibender Spaltbrei-

te b ist. Je größer die Spannung an der Rissspitze σ_{tip} desto größer das Wachstum der Faserbruchspalte. Für das stärkere Spaltbreitenwachstum der Faserbruchstelle 2 ist folglich die sehr viel größere Bruchfläche $A_{f,2}$ ausschlaggebend. Daraus lässt sich schließen, dass die Faserbruchfläche einen größeren Einfluss auf das Spaltbreitenwachstum hat als die zeitliche Entstehung des Faserbruchs im Kriechverlauf.

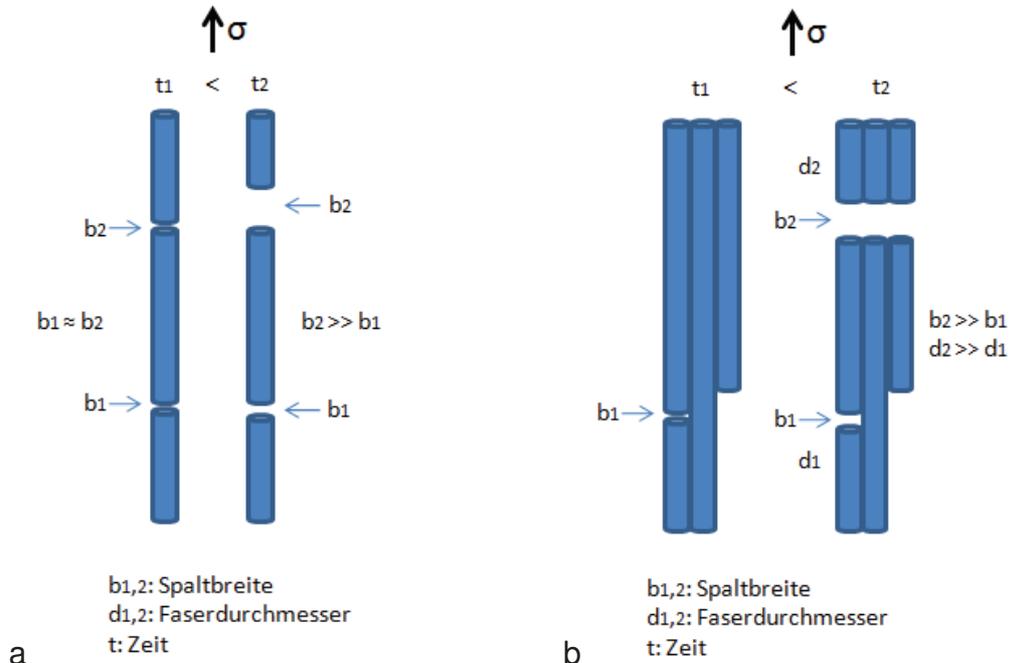


Abb. 6.12 Spaltbreitenwachstum, a) in Abhängigkeit vom Faserdurchmesser, b) in Abhängigkeit von der Faserbruchlage

Die Darstellung in Abb. 6.12 b zeigt schematisch das Spaltbreitenwachstum zweier Faserbruchstellen, die in einer Faser mit konstantem Durchmesser und einer Orientierung der Längsachse in Belastungsrichtung zum gleichen Zeitpunkt entstanden sind. Mit fortschreiten der Kriechzeit wächst die Spaltbreite b_2 der Faserbruchstelle 2 stärker als die Spaltbreite b_1 der Faserbruchstelle 1. Da die Bruchflächen gleich groß sind, kann eine größere Spannung an der Rissspitze hierfür nicht der Grund sein. Bei der Analyse der Lage der Bruchflächen in den Tomogrammen ließen sich verschiedene Ursachen für ein ungleichmäßiges Wachstum von Spaltbreiten in zeitgleich mehrfach gebrochenen Fasern finden: Zum einen war das Wachstum derjenigen Faserbruchstelle größer, die näher an dem Bereich des späteren Kriechbruchs liegt. Zum anderen kann eine zur Belastungsrichtung querliegende Faser, die eine mehrfach gebrochene Faser nahezu senkrecht zu deren Längsachse kreuzt, die Verformungsfähigkeit des Werkstoffs im Kreuzungsbereich derart einschränken, dass die dort liegenden Bruchstellen selbst im fortgeschrittenen Kriechverlauf nahezu unverändert bleiben (Abb. 5.4.31 b). Folglich ist für einen realen Werkstoff mit regellos verteilten Kurzfasern die lokal vorhandene Belastungsstruktur von entscheidenderer Bedeutung für das Wachstum von Faserbruchspalten als der Bruchzeitpunkt.

Eggeler und Dlouhy beschreiben in ihren Arbeiten zum Kriechverhalten kurzfaserverstärkter Verbundwerkstoffe drei elementare Grundprozesse der Wirkung der Kurzfaserverstärkung (vgl. Abschnitt 2.3.2). Sie treffen für den Grundprozess von Mehrfachbrüchen innerhalb einer Faser die Annahme, dass der größte Abstand der Spaltbreite von Faserbruchstellen kennzeichnend für den zeitlich zuerst erfolgten Bruch sei, der zweitgrößte für den zweiterfolgten Bruch usw. [EGG94, DLO95]. Wie hier mittels der in-situ Tomographie an dem hybridverstärkten Werkstoff $AE42+10\%(Saffil^{\circledR})_f+10\%(SiC)_p$ gezeigt werden konnte, ist diese Annahme von Eggeler und Dlouhy, die Spaltbreitenabständen von Mehrfachbrüchen innerhalb einer Faser wären ein Indiz für deren Bruchzeitpunkt, nicht uneingeschränkt gerechtfertigt. Vielmehr kann aus den oben gezeigten Ergebnissen abgeleitet werden, dass das Spaltbreitenwachstum von Mehrfachfaserbrüchen innerhalb einer Faser bzw. eines Faserpaketes einerseits vom Faserdurchmesser und andererseits von der lokalen Werkstoff- und Schädigungssituation abhängig ist. Vom Zeitpunkt des Faserbruches ist das Spaltbreitenwachstum für den hier untersuchten Werkstoff $AE42+10\%(Saffil^{\circledR})_f+10\%(SiC)_p$ unabhängig (Abb. 5.4.30, Abb. 5.4.31).

Wie die Ergebnisse in den Abschnitten 5.3.3 sowie 5.4.3 gezeigt haben, sind die Faserbruchstellen die Ausgangspunkte für die Kriechschädigung, die letztendlich zum Versagen des Werkstoffes führen. Für das Verständnis des größeren Anteils des Wachstums von Faserbruchstellen (Abb. 5.3.29, Abb. A10) im Vergleich zum Porenwachstum (Abb. 5.3.25) an der Kriechdehnung in dem hybridverstärkten Mg-basierten MMC dient auch hier der oben für die Partikelbrüche im Werkstoff $AA6061+22\%(Al_2O_3)_p$ ausführlich beschriebene Ansatz der Kriechrissbildung und des Kriechrisswachstums: Die durch das Aufheizen entstandenen Faserbrüche werden als induzierte Risse betrachtet. Wie oben bereits gezeigt wurde, ist die aus (Gl. 6.16) berechneten Spannung an der Risspitze σ_{tip} einer Faserbruchspalte sehr viel größer als die von außen anliegende Versuchsspannung σ_a . Es sei wiederholt, dass sich mit der kleinsten messbaren Faserbruchspaltbreite von $r \approx 0,5\mu m$, und einem durchschnittlichen Faserdurchmesser von $d_f = 3\mu m$ für die beiden Versuchsspannungen $\sigma_1 = 40MPa$ und $\sigma_2 = 45MPa$ aus (Gl. 6.16) die Spannungen an der Risspitze zu $\sigma_{1,tip} = 236MPa$ und $\sigma_{2,tip} = 265,5MPa$ ergeben. Die reale Spannungssituation an einer Grenzfläche und damit an einer Pore kann nach Piggott [PIG02] durch die von Mises Vergleichsspannung σ_e beschrieben werden:

$$\sigma_e = \sqrt{\sigma_x^2 + 3 \cdot \tau_{xy}^2} \quad (\text{Gl. 6.17})$$

Nach dem von Mises-Kriterium berechnet sich die Schubspannung τ , die aufgrund einer axialen Hauptspannung wirkt, zu:

$$\tau = \frac{\sigma}{\sqrt{3}} \quad (\text{Gl. 6.18})$$

Nach (Gl. 6.18) ergeben sich die Schubspannungen für die Versuchsspannung $\sigma_1 = 40\text{MPa}$ zu $\tau_1 = 23\text{MPa}$ und für die Versuchsspannung $\sigma_2 = 45\text{MPa}$ zu $\tau_2 = 26\text{MPa}$. Eingesetzt in (Gl. 6.17) berechnen sich daraus die von Mises Vergleichsspannungen zu $\sigma_{e1} = 56\text{MPa}$ und $\sigma_{e2} = 64\text{MPa}$. Demzufolge sind die Spannungen an der Risspitze sehr viel größer als die an den Poren wirksamen von Mises Vergleichsspannungen ($\sigma_{tip} \gg \sigma_e$). Aus den höheren Spannungen an der Risspitze σ_{tip} folgt nach dem Gesetz von Norton (Gl. 2.13) eine höhere minimale Dehnrate $\dot{\epsilon}_{min}$:

$$\dot{\epsilon}_{min} = K \cdot \sigma^n \quad (\text{Gl. 2.13})$$

$$\dot{\epsilon}_{min,tip} \gg \dot{\epsilon}_{min,pore}$$

Eingesetzt in (Gl. 6.8) folgt nach [KIM03] eine höhere Kriechrisswachstumsrate $\dot{\delta}_c$, die der Wachstumsrate der Spaltbreite eines Faserbruchs bzw. einer Pore entspricht und mit der Konstanten G linear zur Dehnrate $\dot{\epsilon}_{min}$ ist:

$$\dot{\delta}_c = G \cdot \dot{\epsilon}_{min} \quad (\text{Gl. 6.8})$$

Es ergibt sich eine höhere Wachstumsrate der Spaltbreite eines Faserbruchs als einer Pore:

$$\dot{\delta}_{tip} \gg \dot{\delta}_{pore}$$

Aus der integrierten (Gl. 6.8) über die Kriechzeit t_{cr} erhält man demzufolge aus (Gl. 6.9) die größere Kriechrissöffnung δ_c , die der Spaltbreitenöffnung des Faserbruchs bzw. der Porenausdehnung entspricht und zur Kriechdehnung ϵ_{cr} proportional ist:

$$\delta_c = G \cdot \epsilon_{cr} \quad (\text{Gl. 6.9})$$

Die Faserspaltbreite ist demnach deutlich größer als eine Porenausdehnung: $\delta_{tip} \gg \delta_{pore}$, sodass die Kriechdehnung durch das Spaltbreitenwachstum der Faserbrüche und die Dehnrate durch deren Wachstumsrate bestimmt sind.

Ein weiterer bedeutender Schädigungsmechanismus in dem AE42-basierten MMC ist die Delamination der Matrix von den Verstärkungen [CLY95, BRO01, WHI92]. Die Ablöseprozesse treten zwar an beiden Verstärkungsphasen auf, den Kurzfasern und den Partikeln, einen relevanten Anteil an der Kriechschädigung hat jedoch lediglich die Matrixablösung von den Mantelflächen der Saffil[®]-Kurzfasern. Diese ist für das Kriechversagen im Wesentlichen im Bereich der größten Verformungszone, in der der spätere Kriechbruch erfolgt, und deren näheren Umgebung von Relevanz. Für die Matrixablösung von den Fasern lässt sich, ähnlich dem Mechanismus des Faserbruchs, eine Winkelabhängigkeit der Faserlängsachse zur Belastungsrichtung und eine Zeitabhängigkeit beobachten. Die scharfkantigen Faserpole fördern die Porenbildung (Abb. 5.4.32, Abb. 5.4.33), während an den Fasermantelflächen großflächige Matrixablösungen entstehen (Abb. 5.4.34, Abb. 5.4.35). Der beobachtete Orientierungswinkel von $\beta_{D,e} \approx 65^\circ$ der Faserlängsachse zur Belastungsrichtung ist entscheidend für das Stattfinden des Ablöseprozesses an den Faserpolen oder an der Fasermantelfläche. Bei Orientie-

rungswinkeln der Faserlängsachse $\beta_{D,e} < 65^\circ$ zur Belastungsrichtung erfolgt die Matrixablösung und das daraus resultierende Porenwachstum an den Faserpolen, während bei Winkeln $\beta_{D,e} > 65^\circ$ eine großflächige Ablösung der Matrix von der Fasermantelfläche erfolgt (Abb. 5.4.34). Nach Piggott ist das Verhalten der metallischen Matrix an der Grenzfläche vor dem Versagen, d.h. vor der Ablösung von der Verstärkungsphase, rein elastisch und damit reversibel [PIG02]. Für das Versagen der Matrix an der Grenzfläche ist das Überschreiten eines kritischen Schubspannungswertes gemäß von Mises-Kriterium ursächlich [PIG02]. Die reale Spannungssituation in der Grenzfläche kann durch die von Mises-Vergleichsspannung σ_e beschrieben werden. Wie bereits weiter oben im Abschnitt gezeigt, berechnen sich nach dem von Mises-Kriterium aufgrund der axial wirkenden Versuchsspannungen $\sigma_1 = 40\text{MPa}$ und $\sigma_2 = 45\text{MPa}$ nach (Gl. 6.18) die Schubspannungen τ zu $\tau_1 = 23\text{MPa}$ sowie $\tau_2 = 26\text{MPa}$ und nach (Gl. 6.17) die Vergleichsspannungen zu $\sigma_{e1} = 56\text{MPa}$ sowie $\sigma_{e2} = 64\text{MPa}$. Aus den Schubspannungen und den Vergleichsspannungen ergibt sich über die Winkelfunktionen der kritische Winkel, bis zu dem eine Ablösung zustandekommt, bei beiden Versuchsspannungen zu $\beta_{D,b} \approx 66^\circ$. Der rechnerisch bestimmte Betrag für den kritischen Winkel $\beta_{D,b}$ zeigt eine gute Übereinstimmung mit dem experimentell gefundenen Orientierungswinkel $\beta_{D,e} \approx 65^\circ$ der Faserlängsachse zur Belastungsrichtung, bei dem der Wechsel der Matrixablösung von den Faserpolen zur Fasermantelfläche erfolgt. Abb. 6.13 skizziert die lokalen Matrixablöseprozesse von einer Kurzfaser und deren jeweiligen Anteil an der Schädigung in Abhängigkeit vom Orientierungswinkel β .

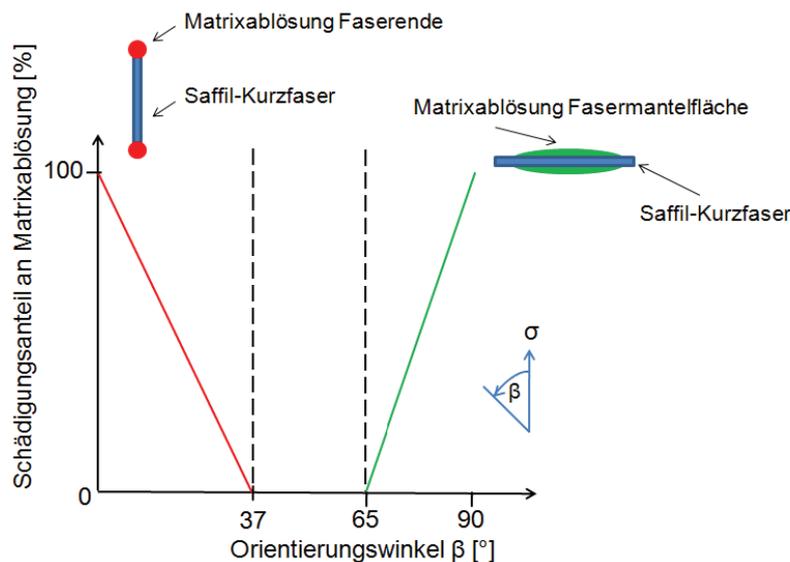


Abb. 6.13 Matrixablösungen in Abhängigkeit vom Orientierungswinkel der Faserlängsachse

Der Schädigungsverlauf der Mechanismen für die Matrixablösung am Faserpol und die Matrixablösung an der Fasermantelfläche zueinander ist hier schematisch linear dargestellt. Die Wachstumsrate der jeweiligen Schädigungen ist einerseits zeitabhängig und andererseits ab-

hängig von ihrer Lage im Volumen. Matrixablösungen an Faserenden erfolgen im zeitlichen Ablauf zunächst an den oberen Faserpolen und erst später im Kriechverlauf an den unteren Faserpolen (Abb. 5.4.32). Dieses gilt unabhängig von der Lage der Faser im Volumen auch im Hinblick auf die größte Verformungszone, in der sich letztendlich der Kriechbruch ereignet. Die bevorzugte Matrixablösung an den oberen Faserpolen ist in dem Fließen der Matrix in Belastungsrichtung begründet. Matrixablösungen von den Fasermantelflächen zeigen sich sowohl an der unteren als auch an der oberen Fasermantelfläche (Abb. 5.4.35). Aus den tomographischen Aufnahmen lässt sich nicht ableiten, welche lokale Werkstoffsituation für die Ablösung bis hin zur vollständigen Delamination an der oberen bzw. unteren Mantelfläche ursächlich ist. In relevantem Maß sind Matrixablösungen lediglich in der späteren Kriechbruchzone von Bedeutung. Im Kriechverlauf stagnieren die Delaminationsvorgänge an den Fasern außerhalb der größten Verformungszone zeitgleich mit dem Einsetzen des verstärkten Kriechschädigungswachstums innerhalb der größten Verformungszone.

6.5 Analyse der experimentellen Ergebnisse hinsichtlich einer werkstoffwissenschaftlichen Anwendung für die Verbesserung der Kriechfestigkeit von Leichtmetall-Verbundwerkstoffen

Die Entwicklung von Verbundwerkstoffen ist aufgrund der Vielzahl von Faktoren, die ihre Eigenschaften beeinflussen, bisher oftmals am einzelnen Anwendungsfall orientiert. Daher kommt der Optimierung von Werkstoffeigenschaften eine hohe Relevanz zu. In der praktischen Anwendung von kriechbelasteten Bauteilen ist die Kenntnis der zum Versagen des Werkstoffs führenden Kriechschädigung von Bedeutung. Können die ursächlichen Mechanismen der Entstehung und Entwicklung der Kriechschädigung identifiziert werden, so ist die Möglichkeit gegeben, Maßnahmen zur Steigerung der Kriechfestigkeit zu entwickeln. Die in-situ Experimente an drei verschiedenen Leichtmetall-Verbundwerkstoffen dieser Arbeit zeigen, dass die Tomographie die Analyse der zeitabhängigen Kriechschädigungen durch Porosität und Versagen der Verstärkungsphase ermöglicht. Die ursächlichen Mechanismen der Entstehung und Entwicklung der Kriechschädigung, die zum Versagen des Bauteils führt, können identifiziert werden. Beruhend auf den experimentellen Ergebnissen dieser Arbeit in Verbindung mit Erkenntnissen aus der Literatur können aus werkstoffwissenschaftlicher Sichtweise Einflussfaktoren zur Steigerung der Kriechfestigkeit abgeleitet werden.

Titan bietet mit einem hohen Schmelzpunkt bereits ohne keramische Verstärkungen eine bessere Kriechfestigkeit als die Werkstoffe Aluminium und Magnesium mit niedrigen Schmelztemperaturen [KAI03]. Ist die Anwendung der Werkstoffe Aluminium und Magnesium aufgrund ihres geringeren Schmelzpunktes auf Temperaturen unterhalb von 100°C begrenzt [MEY09], kann die Einsatztemperatur von Titan bei bis zu 550°C liegen [PET02]. Als Reinetall verwendet, fehlen notwendige Hindernisse, die die Versetzungsbewegung in der Ma-

trix verhindern. Dieses kann durch das Einbringen einer keramischen Verstärkung lediglich begrenzt kompensiert werden, wie es sich bei dem hier untersuchten Werkstoff Titan+15%(SiC)_p zeigt. Im Vergleich zum Reinmetall steigern aushärtbare Legierungen die Kriechfestigkeit unverstärkter und verstärkter Titanwerkstoffe [BAR06, MA02]. [CLY93] beschreiben prinzipiell eine Verbesserung der Kriechfestigkeiten verstärkter Matrices im Vergleich zu den unverstärkten Werkstoffen. Jedoch sehen sie keine Verbesserung der Kriechfestigkeit durch eine keramische Verstärkung im Vergleich zu einem dispersionsgehärteten Al-Werkstoff. Nach [BRO01] beeinflussen keramische Verstärkungsphasen die Ausscheidungskinetik im AA6061-basierten MMC zusätzlich günstig, was nach Broeckmann die Kriechfestigkeit im Vergleich zur unverstärkten Matrix erhöht. Die Wirkung auf die Steigerung der Kriechfestigkeit durch Partikelverstärkungen in Leichtmetall-MMCs wird folglich in der Literatur uneinheitlich diskutiert. Einigkeit hingegen besteht darüber, dass Kurzfaserverstärkungen eine direkte Steigerung der Kriechfestigkeit bewirken [CLY93, NIE84].

Mit dem Fertigungsprozess über ein Gießverfahren lassen sich im Vergleich zur pulvermetallurgischen Herstellung größere Korngrößen erzielen, die einen höheren Kriechwiderstand besitzen. Während sich mit dem schmelzmetallurgischen Verfahren der konventionellen Rührmethode partikelverstärkte MMC-Werkstoffe mit Verstärkungsanteilen von 20-30vol-% herstellen lassen, sind mit dem Infiltrationsverfahren kurzfaser- bzw. hybridverstärkte Werkstoffe mit Verstärkungsanteilen von 25-75vol% möglich [LEN02, MOE08]. Sind hohe Verstärkungsgehalte zur Steigerung der spezifischen Festigkeitswerte einerseits erwünscht, so können aufgrund der daraus zwangsläufig vermehrt auftretenden Verstärkungskontakte bzw. -Clustern im Belastungsfall lokale Spannungsüberhöhungen auftreten [CLY93, KAI03]. Wie sich in dieser Arbeit gezeigt hat, resultieren im hybridverstärkten Werkstoff aus den Verstärkungskontakten bzw. der Nachbarschaft von Verstärkungen Faserbrüche, die nicht mit den Modellvorstellungen einzeln liegender Fasern vereinbar sind. Diese Faserbrüche wirken sich nachteilig auf die Kriechfestigkeit aus und sind in diesen Untersuchungen kriechdehnungsbestimmend.

Partikelverstärkte Verbundwerkstoffe besitzen günstige isotrope Eigenschaften [KAI03]. Verstärkungs-Cluster von Partikeln sind bei den konventionellen Gießverfahren jedoch unvermeidbar. Aus diesen Clustern resultieren herstellungsbedingte Porositäten, die unter Kriechbelastung Ausgangspunkte für weiteres Porenwachstum sind.

Für die Herstellung kurzfaser- bzw. hybridverstärkter Werkstoffe mittels Infiltrationsverfahren wird eine offenporige Verstärkungspreform benötigt [LEN02]. Die Kurzfaser- bzw. Hybridverstärkung bietet einerseits zwar bereits eine direkte Steigerung der Kriechfestigkeit von MMC-Werkstoffen [DRA90,LEN02], besitzt jedoch andererseits aufgrund der Herstellungsverfahren der Preform lediglich planar isotrope Eigenschaften [DIE06]. Die gezielte Herstellung von gleichmäßig geformten Kurzfasern mit einem günstigen aspect ratio ist über die gän-

gigen Herstellmethoden nicht möglich. Bei der Herstellung von Faserpreforms sind Faserkontakte unvermeidbar. Je höher der Verstärkungsanteil in den Werkstoffen ist, desto höher ist die Wahrscheinlichkeit von Verstärkungs-Clustern bzw. -kontakten. Daraus ergeben sich analog zu den partikelverstärkten MMC-Werkstoffen eine Erhöhung der herstellungsbedingten Porosität und lokale Spannungsüberhöhungen. Im Gegensatz zu den partikelverstärkten MMC-Werkstoffen ist diese herstellungsbedingte Porosität in dem hier untersuchten hybridverstärkten Mg-basierten MMC-Werkstoff jedoch nicht in relevantem Maß der Ausgangspunkt für die Entstehung und Entwicklung der Kriechschädigung durch Porosität von Bedeutung, die letztendlich den Kriechbruch herbeiführt.

Den geringsten Unterschied des Wärmeausdehnungskoeffizienten der drei untersuchten Leichtmetalle in Relation zu den keramischen Hartphasen wie Aluminiumoxid (Al_2O_3) und Siliziumcarbid (SiC) besitzt Titan (Tabelle A1, Anhang). Ein vorzeitiges Versagen von Fasern durch Faserbrüche aufgrund der Wärmeausdehnung im Aufheizvorgang würde in einer Titanmatrix minimiert werden. Titan ist aufgrund seiner hohen Reaktivität auch im festen Zustand nur mit wenigen keramischen Verstärkungswerkstoffen kompatibel, die zudem beschichtet werden müssen. Die Grenzfläche zwischen der Titanmatrix und der keramischen Verstärkungsphase ist oft schwach [CLY93, KAI03]. Der Lasttransfer von der Matrix auf die Verstärkungsphase wird dadurch verringert und die Matrixablösung von der keramischen Zweitphase begünstigt [GOR98, PET02], wie es sich in dieser Arbeit ebenfalls gezeigt hat. Fand in dem Titan-MMC die Delamination der Matrix und der Reaktionszone partikelseitig statt, erfolgte in den Al- und Mg-basierten MMC-Werkstoffen die Delamination von den Verstärkungen matrixseitig.

Es sind in der Literatur folgende Faktoren für die Verbesserung der Kriecheigenschaften von partikel- bzw. hybridverstärkten Leichtmetall-MMC-Werkstoffen genannt:

- krieCHFeste, aushärtbare Metallegierung mit hohem Schmelzpunkt als Matrixwerkstoff
- Kombination von Matrix- und Verstärkungswerkstoffen, die eine ausreichend feste Grenzfläche miteinander bilden
- diskontinuierliche Hybridverstärkung aus Kurzfasern und Partikeln (aus Vergleich von [ARU07a] und [DIE05])

Über die in der Literatur bisher genannten Faktoren zur Verbesserung der Kriecheigenschaften lassen sich aus den Ergebnissen dieser Arbeit für partikel- bzw. hybridverstärkten Leichtmetall-MMC-Werkstoffe folgende Befunde für die Verbesserung der Kriechfestigkeit ergänzend hinzufügen:

- mittlere Partikelgröße
- geringer Faserdurchmesser verbunden mit einem geringeren aspect ratio als das kritische aspect ratio der Kurzfaserverstärkung, um ein Brechen der Fasern durch den Aufheizvorgang

- bzw. durch die zunehmende Kriechdehnung zu vermeiden
- nahezu gleich große Wärmeausdehnungskoeffizienten von Matrix und Verstärkung zur Vermeidung von Faserbrüchen beim Aufheizen unter Lastbedingungen sowie langsames Aufheizen im realen Werkstoffeinsatz
 - bei planar orientierten Kurzfasern sollte die Belastungsrichtung in einem Winkel bis 65° zur Orientierungsebene liegen, um rissfördernde Matrixablösungen von der Fasermantelfläche zu vermeiden

Die Tabelle 6.18 bietet unter Berücksichtigung der werkstoffwissenschaftlichen Gesichtspunkte der in dieser Arbeit untersuchten Aspekte sowie in der Literatur vorhandene Erkenntnisse der Kriechschädigungsentstehung und -entwicklung auf die Kriechfestigkeit von Leichtmetall-Verbundwerkstoffen eine Entscheidungshilfe für die Werkstoffauswahl eines kriechfesten Leichtmetall-Verbundwerkstoffs im Hinblick auf die zu erwartende Kriechbelastung.

Tabelle 6.18 Entscheidungstabelle für die Matrix- und Verstärkungsauswahl

Matrixwerkstoff	Titan	Aluminium	Magnesium
Einsatztemperatur	+	o	o
Gießbarkeit	-	+	+
aushärtbare Legierungen	+	+	+
Kriechfestigkeit des Reinmetalls	+	o	o
Kriechfestigkeit aushärtbare Legierung	+	+	+
Reaktivität	-	+	+
Thermische Ausdehnung	+	o	o
Verhältnis therm. Ausdehnung Metall/ Keramik	+	o	o
Grenzfläche Metall/ Keramik	o	+	+

Verstärkungskomponente	Partikel	Hybridverstärkung
Isotropie	+	o
Verstärkungskontakte	o	-
Steigerung der Kriechfestigkeit	o	+
herstellungsbedingte Porosität	-	+

o neutral/ begrenzt + positiv - negativ

In der Praxis stehen den aus werkstoffwissenschaftlicher Sicht für den Anwendungsfall optimierten Werkstoffen oftmals die herstellungstechnische Machbarkeit sowie die Material- und Herstellungskosten gegenüber. Dabei ist die Abwägung der Werkstoffauswahl stets von Überlegungen der Wirtschaftlichkeit begleitet.

7. Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Arbeit wurden in-situ Kriechexperimente an leichtmetallbasierten Verbundwerkstoffen mit dem Ziel der Ermittlung der zeitabhängigen Kriechschädigung und deren Zusammenhang mit der makroskopischen Kriechdehnung durchgeführt. Als Messverfahren kam die in-situ μ -Tomographie am Europäischen Synchrotronstrahlungsring ESRF an miniaturisierten Proben mit experimentell bedingten Abmessungen zur Anwendung.

Es wurden drei Verbundwerkstoffe untersucht: Rein-Titan+15% SiC-Partikel, die Aluminium-Legierung AA6061+22% Al_2O_3 -Partikel und die hybridverstärkte Magnesium-Legierung AE42+10% Saffil-Kurzfasern+10% SiC-Partikel. Im Mittelpunkt der Arbeit standen zwei Themenbereiche: Ein Bestandteil umfasste die Untersuchung der Kriechverläufe. Die Ergebnisse der an der ESRF durchgeführten Einzelexperimente wurden hinsichtlich ihrer Übertragbarkeit von Miniatur- auf Standardproben untersucht. Ein weiterer Bereich beschäftigte sich mit den tomographischen Untersuchungen der zeitlichen, lokalen und belastungsabhängigen Kriechschädigung sowie deren Korrelation zum makroskopischen Kriechverhalten.

Mit der Absorptionstomographie kann die Kriechschädigung in MMCs in-situ mit guter zeitlicher und örtlicher Auflösung im Volumen untersucht werden. Die experimentell bedingte, nicht Norm-konforme Versuchsdurchführung führt zu einem für Kriechkurven untypischen Anfangsbereich. Nach der Einstellung eines Temperaturgleichgewichts in der gesamten Miniaturkriechapparatur wird jedoch ausschließlich die Dehnung der Probe gemessen. Daher kann die Kriechschädigung im Kriechverlauf sowohl zeitlich als auch der Probendehnung zugeordnet werden. Es wurde anhand einer Plausibilitätsanalyse am Werkstoff AA6061+22% $(\text{Al}_2\text{O}_3)_p$ gezeigt, dass die Kriechexperimente an Miniaturproben qualitativ mit denen an Standardproben vergleichbar und folglich die Ergebnisse übertragbar sind. Es treten kleine, aber systematische Abweichungen der Kriechparameter auf. So sind im Vergleich der Probengeometrien (Miniatur zu Standard) die Kriechzeiten quantitativ in guter Übereinstimmung, die Bruchdehnungen und minimalen Dehnraten dagegen quantitativ größer.

Die Defektanalyse gibt Auskunft über die Art der Kriechschädigung. Es wurden einerseits die mikrostrukturellen Mechanismen, die für das Versagen der Matrix durch Porosität ursächlich sind, analysiert und charakterisiert. Dafür wurden die für Metalle entwickelten Modelle von Greenwood [GRE69] und Cocks/ Ashby [COC82] zusammengeführt, für den 3-dimensionalen Anwendungsfall modifiziert und daraus ein Verfahren für die zeitabhängige Beschreibung der mikrostrukturellen Mechanismen der Porenbildung sowie des Porenwachstums über den gesamten Kriechverlauf in MMCs entwickelt. Die quantitative und qualitative Analyse der phänomenologischen Porengeometrie/ -orientierung (sphärisch, senkrecht, parallel) nach [COC82] gibt Auskunft über die Entwicklung der Kriechschädigung in der Matrix. Andererseits wurde die Kriechschädigung durch das Versagen der Verstärkungsphase, insbesondere

der Kurzfaserverstärkung, sowie deren Einfluss auf das Kriechverhalten untersucht. Die zeitabhängige Entwicklung von Faserbrüchen wurde modellhaft dargestellt und mit den etablierten Modellen von Eggeler [EGG94] sowie Dlouhy [DLO95] verglichen. Weiterhin wurde die Schädigung durch Matrixablösung von den Verstärkungen untersucht und deren Abhängigkeit von der Orientierung der Verstärkungslängsachsen in Relation zur Belastungsachse betrachtet. Im Folgenden werden die wesentlichen Ergebnisse des Kriechverhaltens und der Kriechschädigungsentwicklung stichpunktartig zusammengefasst:

- Der diskontinuierlich mit 15% SiC-Partikeln verstärkte Rein-Titan-basierte MMC ist gekennzeichnet durch ein Kriechverhalten mit sehr kurzem sekundären jedoch ausgedehntem tertiären Kriechstadium. In den späteren Kriechstadien finden die Mechanismen des überproportionalen Porenwachstums durch Versetzungskriechen und der Rekristallisation der Matrix parallel statt. Die hohen Bruchdehnungen sowie die starken Brucheinschnürungen sind auf die Rekristallisationsvorgänge im Einschnürungsbereich zurückzuführen. Die Kriechkurve des diskontinuierlich mit 22% Al₂O₃-Partikeln verstärkten AA6061-basierten MMCs weist ein mittleres sekundäres und tertiäres Stadium auf. Die Kriechschädigung ist bei der Temperatur $T = 300^\circ\text{C}$ ($T/T_s = 0,67$) sowie geringen mechanischen Spannungen durch das Diffusionskriechen (Oberflächendiffusion) in der Matrix bestimmt und proportional zur Kriechdehnung. Bei der Temperatur $T = 200^\circ\text{C}$ ($T/T_s = 0,55$) und hoher mechanischer Spannung bestimmt der Mechanismus des sich zur Kriechdehnung proportional verhaltende Spaltbreitenwachstum gebrochener Partikel das Kriechverhalten. Das Wachstum der Partikelbruchspalten führt zusammen mit Matrixablösungen an senkrecht zur Belastungsrichtung liegenden Partikelflächen zur Mikrorissbildung und somit zum Kriechbruch. Ein ebensolches Kriechverhalten, das wesentlich durch das Spaltbreitenwachstum gebrochener Kurzfasern sowie Matrixablösungen und nicht durch Schädigungsmechanismen der Matrix bedingt ist, zeigt der Werkstoff AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p bei der Temperatur $T = 300^\circ\text{C}$ ($T/T_s = 0,67$). Die Matrixablösungen treten in relevantem Maß an den Fasermantelflächen nur in der größten Verformungszone für den späteren Kriechbruch auf und erfolgen aufgrund der starken Grenzfläche auf der Matrixseite. Es wurde ein für kurzfaserverstärkte MMCs typisches Kriechverhalten mit ausgedehntem sekundären und kurzem tertiären Kriechstadium gefunden.
- In den partikelverstärkten, strangepressten Titan- und Aluminium-MMCs sind die Längsachsen der Partikel mit einem größeren Längen- zu Durchmesser Verhältnis in Strangpressrichtung, die der Probenlängsachse und daher der Belastungsrichtung entspricht, ausgerichtet. Die scharfen Kanten an den Partikelpolen sind Ausgangspunkte für Porenbildung, während an senkrecht zur Belastungsrichtung orientierten Partikelflächen Matrixablösungen in der Grenzfläche auftreten. Im Titan+15%(SiC)_p können diese bis hin zu vollständig delaminierten Partikeln führen. Die Matrix delaminiert aufgrund der schwachen Grenzflä-

che der TiC-Kristalle auf der Partikelseite der Grenzfläche. Im AA6061+22%(Al₂O₃)_p erfolgt bei der Temperatur $T = 300^\circ\text{C}$ die Ablösung der Matrix von den Partikeln wegen der starken Spinellgrenzschicht auf der Matrixseite der Grenzfläche. Die Kriechschädigungen der Matrix an den Partikeln führen unter diesen Kriechbelastungen in beiden Werkstoffen letztendlich zum Kriechbruch.

- Bei allen drei Leichtmetall-MMCs ist die Schädigungszone, in der der Kriechbruch erfolgt, ein eng begrenztes Volumen. In den partikelverstärkten Ti- und Al-basierten MMCs konzentriert sich die Schädigungszone auf den Bereich der Einschnürungen. Der Mg-basierte MMC weist keinen bzw. nahezu keinen Einschnürungsbereich auf. Abgeleitet aus auffälligen Faser- und Partikelanordnungen auf den Bruchoberflächen dieses Werkstoffs gibt es bedingt durch eine zufällige Anordnung der Verstärkungsphasen vermutlich einen Bereich hoher Spannungskonzentrationen, in dem sich die Kriechschädigung bis hin zum Kriechbruch bevorzugt entwickelt.
- Die Porenbildungs- und -wachstumsprozesse unterscheiden sich in den partikelverstärkten Werkstoffen im Vergleich zum hybridverstärkten MMC. Während in dem hybridverstärkten MMC beide Prozesse über das gesamte Kriechexperiment kontinuierlich einer Wachstumsvorschrift folgen, lassen sich in den partikelverstärkten Werkstoffen frühe von späteren Kriechstadien anhand sich ändernder Wachstumskurven der Entwicklungsvorgänge voneinander abgrenzen. Die Wachstumskurven und der Zeitpunkt der Übergänge von den frühen zu den späteren Kriechstadien sind spannungs- sowie temperaturabhängig.
- Allen Werkstoffen ist in den frühen Kriechstadien eine linear verlaufende Porenbildung gemeinsam. In den späteren Kriechstadien nimmt im Titan-MMC die Porenbildung durch Versetzungskriechen zu, durch Diffusionskriechen und in der Summe ab. Dagegen nimmt im AA6061-basierten MMC die Porenbildung auch in den späteren Kriechstadien bis zum Kriechbruch weiterhin zu. Im AE42-basierten MMC nimmt im Kriechverlauf die Porenbildung durch Oberflächendiffusion bei der Spannung $\sigma = 40\text{MPa}$ zu, ansonsten bleibt die Porenanzahl im Rahmen der Fehlergrenzen konstant.
- Das Porenwachstum der partikelverstärkten MMCs geht wesentlich von einer nach oben beschränkten Wachstumskurve in den frühen Kriechstadien zu exponentiellem Wachstum in den späteren Kriechstadien über. Nur im AA6061-MMC mit der maximalen Spannung und der Temperatur $T = 300^\circ\text{C}$ findet bei der Kriechbelastung das Porenwachstum bereits in den frühen Kriechstadien exponentiell statt. Im Mg-MMC erfolgt das Porenwachstum über den gesamten Kriechverlauf entweder linear oder exponentiell.
- Der maßgebliche Porenbildungs- und -wachstumsmechanismus ist in den Al- und Mg-MMCs über den gesamten Kriechverlauf die Oberflächendiffusion. Im Titan-basierten MMC erfolgt in den späteren Kriechstadien ein Mechanismuswechsel, sodass kurz vor

dem Kriechbruch das Versetzungskriechen statt der Oberflächendiffusion die Kriechschädigung dominiert.

- Der Rein-Titan-MMC weist von den drei untersuchten Werkstoffen die größte Bruchdehnung und –einschnürung auf. Das Versagen des Werkstoffes erfolgt durch einen duktilen Gleitbruch der Matrix. Das Kriechverhalten des Aluminium-basierten MMCs zeigt geringere Bruchdehnungen und –einschnürungen als der Titan-basierte MMC. Der Werkstoff AA6061+22%(Al₂O₃)_p versagt bei der Temperatur $T = 300^{\circ}\text{C}$ durch den duktilen Gewaltbruch. Bei der Temperatur von $T = 200^{\circ}\text{C}$ zeigt dieser Werkstoff zusätzlich Anteile eines transkristallinen Gleitbruchs. Von den drei untersuchten Verbundwerkstoffen besitzt der Werkstoff AE42+10%(Saffil[®])_f+10%(SiC)_p das Bruchverhalten mit der geringsten Verformung und ist von dem Versagen der Faserverstärkung getragen.
- Die lokale und zeitliche Analyse der Spaltbreiten eines Faserbruches hat gezeigt, dass das Modell von [EGG94, DLO95, KAU02], in dem die Spaltbreite als ein Indiz für den Zeitpunkt des Faserbruches im Kriechversuch gewertet wird, nicht uneingeschränkt gerechtfertigt ist. Die Größe der Faserbruchfläche sowie die lokale Lage des Faserbruchs in Bezug zur Werkstoffumgebung sind als Einflussfaktoren für das Spaltbreitenwachstum von Bedeutung. Von der zeitlichen Entstehung des Faserbruchs ist das Spaltbreitenwachstum weitgehend unabhängig.

Die Untersuchungen dieser Arbeit zeigen, dass die Kriechschädigungen in Leichtmetall-Verbundwerkstoffen in Abhängigkeit vom Matrixwerkstoff und den Verstärkungsphasen verschiedenen Gesetzmäßigkeiten folgen und bestimmbar sind. Die in-situ μ -Tomographie schafft die Voraussetzung der zeitabhängigen, phänomenologischen Analyse der Kriechschädigung. Die visuelle und rechnerische Auswertung der 3-dimensionalen Abbildungen ermöglicht die Ermittlung der zugrunde liegenden mikrostrukturellen Mechanismen, die mit dem makroskopischen Kriechverhalten korreliert werden können. Noch fehlt das Bindeglied, die mikrostrukturellen Mechanismen der Kriechschädigung in Verbundwerkstoffen im Zusammenhang mit den lokal vorhandenen Spannungsverhältnissen zu beschreiben und zu quantifizieren. Es gibt zahlreiche Simulationen mit der Finite-Elemente-Methode zu den Spannungsverhältnissen in Verbundwerkstoffen. Ein noch offenes Feld ist jedoch die experimentelle in-situ Untersuchung lokaler Spannungsverhältnisse in der Matrix sowie an den Verstärkungsphasen von Metallmatrixverbundwerkstoffen, wie z.B. an Partikel-Clustern bzw. Kurzfasernetzwerken, und der sich daraus ergebenden Schädigungsmechanismen im Kriechversuch. Die prinzipielle Durchführbarkeit solcher Untersuchungen lässt sich aus den Arbeiten von Ludwig et al. [LUD10] und Oddershede et al. [ODD12] schließen. Es gilt, die phänomenologische Vorgehensweise der Tomographie mit den quantitativen Methoden der Spannungsanalyse auf der Basis von in-situ Kriechexperimenten zusammenzuführen.

8. Literaturnachweis

- [AGN00a] S. R. Agnew, K. C. Liu, E. A. Kenik, S. Viswanathan: *Tensile and Compressive Creep Behavior of the die cast Magnesium Alloy AM60B*, Magnesium Technology (2000), edited by Kaplan, Hryn, Clow, The Minerals, Metals & Materials Society, pp. 285-290
- [AGN00b] S. R. Agnew, S. Viswanathan, E. A. Payzant, K. C. Liu: *Tensile and Compressive Creep Behavior of Magnesium Die Casting Alloys Containing Aluminum*, THERMEC2000 - Proceedings International Conference on Processing and Manufacturing of Advanced Materials, Las Vegas, USA, December 2000: CDROM, Section A1, Vol 117/3.
- [ARU07a] A. Arunachaleswaran, I. M. Pereira, H. Dieringa, Y. Huang, N. Hort, B. K. Dhindaw, K. U. Kainer: *Creep behavior of AE42 based hybrid composites*, Materials Science and Engineering A 460–461 (2007) pp. 268–276
- [ARU07b] A. Arunachaleswaran, B. K. Dhindaw, H. Dieringa, N. Hort, K. U. Kainer: *Microstructure and Creep Properties of AE42 Based Hybrid Composites Prepared by Squeeze Casting Process*, Transactions of the Indian Institute of Metals, Vol. 60, Nos. 2-3 (April-June 2007) pp. 87-91
- [ARZ84] E. Arzt: *Über die Mechanismen des Porenwachstums in kriechbeanspruchten Werkstoffen*, Zeitschrift für Metallkunde, Band 75 (1984) S.206-212
- [ASH79] M. F. Ashby, C. Gandhi, D. M. R. Taplin: *Fracture-mechanism maps and their construction for f.c.c. metals and alloys*, Overview No. 3, Acta Metallurgica, Vol. 27 (1979) pp. 699-729
- [BAR00] J. Baruchel, J.-Y. Buffière, E. Maire, P. Merle, G. Peix: *X-Ray Tomography in Material Science*, Hermes Science Publications, Paris (2000)
- [BAR06] M. J. R. Barboza, E. A. C. Perez, M. M. Medeiros, D. A. P. Reis, M. C. A. Nono, F. Piorino Neto, C. R. M. Silva: *Creep behavior of Ti–6Al–4V and a comparison with titanium matrix composites*, Materials Science and Engineering A, 428 (2006) pp. 319-326
- [BLE07] P. Bleuet: *Presentation at School on X-Ray Imaging Techniques at the ESRF*, Absorption Imaging 2D & 3D (February 2007)
http://www.esrf.eu/events/conferences/xray-imaging-school/Presentations/03_Bleuet (10.08.2010)
- [BRO01] C. Broeckmann: *Kriechen partikelverstärkter metallischer Werkstoffe*, Fortschritt-Berichte VDI, Reihe 5, Nr. 612, VDI Verlag, Weeze (2001)
- [BÜR05] R. Bürgel: *Festigkeitslehre und Werkstoffmechanik*, Band 2, 1. Auflage, Vieweg+Teubner, Wiesbaden (2005)
- [BÜR11] R. Bürgel: *Handbuch der Hochtemperatur-Werkstofftechnik*, Vieweg+Teubner, 4. Auflage (2011)
- [BUF99] J.-Y. Buffière, E. Maire, P. Cloetens, G. Lormand, R. Fougères: *Characterization of internal damage in a MMCp using X-ray synchrotron phase contrast microtomography*, Acta Materialia, Vol. 47, No. 5 (1999) pp. 1613-1625
- [CAL11] W. D. Callister, D. G. Rethwisch: *Materials Science and Engineering*, Wiley & Sons, 2001
- [CEN05] Comité Européen de Normalisation: *Measurement uncertainties in mechanical tests on metallic materials – Part 3: The evaluation of uncertainties in creep testing*, CEN Workshop Agreement, CWA 15261-3 (April 2005)
- [CHA01] N. Chawla, Y.-L. Shen: *Mechanical Behavior of Particle Reinforced Metal Matrix Composites*, Advanced Engineering Materials, 3, No.6 (2001) pp. 357-370
- [CHA06] N. Chawla, K. K. Chawla: *Metal Matrix Composites*, Springer Science + Business Media, New York (2006)

- [CLY95] T. W. Clyne, P. J. Withers: *An Introduction to Metal Matrix Composites*, Cambridge University Press (1995)
- [COC80] A. C. F. Cocks, M. F. Ashby: *Intergranular fracture during power-law creep under multiaxial stresses*, Metal Science (August-September 1980) pp. 395-402
- [COC82] A. C. F. Cocks, M. F. Ashby: *On creep fracture by void growth*, Progress in Materials Science, Vol. 27 (1982) pp. 189-244
- [COM71] J. Combronde, G. Brebec: *Anisotropie D'Autodiffusion du Magnesium*, Acta Metallurgica, Vol. 19, Issue 12 (1971) pp. 1393-1399
- [COX52] H. L. Cox: *The elasticity and strength of paper and other fibrous materials*, British Journal of Applied Physics 3 (1952) pp. 72-79
- [DAF93] D. Dafir : *Etude de l'influence du renfort sur la Cinétique de Précipitation dans un Composite 6061/SiC_p élaboré par Métallurgie des Poudres*. Dissertation, Université de Lyon I, Frankreich (1993)
- [DAV95] L. C. Davis, J. E. Allison: *Micromechanics effects in creep of metal-matrix composites*, Metallurgical and Materials Transactions A, 26 (1995) pp. 3081-3089
- [DIE05] H. Dieringa, Y. Huang, P. Maier, N. Hort, K. U. Kainer: *Tensile and compressive creep behaviour of Al₂O₃ (Saffil[®]) short fiber reinforced magnesium alloy AE42*, Materials Science and Engineering A 410-411 (2005) pp. 85-88
- [DIE06] H. Dieringa: *Vergleichende Untersuchungen zum Zug- und Druckkriechverhalten der verstärkten und unverstärkten Magnesiumlegierung AE42*, Dissertation, Technische Universität Hamburg-Harburg (2006)
- [DIE09] H. Dieringa, N. Hort, K.U. Kainer: *Investigation of minimum creep rates and stress exponents calculated from tensile and compressive creep data of magnesium alloy AE42*, Materials Science and Engineering A 510-511 (2009) pp. 382-386
- [DIM05] M. Di Michiel, J. Manuel Merino, D. Fernandez-Carreiras, T. Buslaps, V. Honkimäki, P. Falus, T. Martins, O. Svensson: *Fast microtomography using high energy synchrotron radiation*, Review of Scientific Instruments, 76 (2005) pp. 043702-1-7
- [DLO93] A. Dlouhy, N. Merk, G. Eggeler: *A microstructural study of creep in short fibre reinforced aluminium alloys*, Acta Metallurgica et Materialia, Volume 41 (1993) pp. 3245-3256
- [DLO95] A. Dlouhy, G. Eggeler, N. Merk: *A Micromechanical Model for creep in short fibre reinforced Aluminium Alloys*, Acta Metallurgica et Materialia, Vol. 43, No. 2 (1995) pp. 535-550
- [DRA90] T. L. Dragone, W. D. Nix: *Geometric factors affecting the internal stress distribution and high temperature creep rate of discontinuous fiber reinforced metals*, Acta Metallurgica et Materialia, Vol. 38, No.10 (1990) pp. 1941-1953
- [DRA92] T. L. Dragone, W. D. Nix: *Steady State and Transient Creep Properties of an Aluminum Alloy Reinforced with Alumina Fibers*, Acta Metallurgica et Materialia, Vol. 40, No. 10 (1992) pp. 2781-2791
- [DUN99] D. C. Dunand, B. Q. Han, A. M. Jansen: *Monkman-Grant Analysis of Creep Fracture in Dispersion Strengthened and Particulate-Reinforced Aluminum*, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 30A (March 1999) pp. 829-838
- [DUT89] I. Dutta, D. L. Bourell: *A Theoretical and Experimental Study of Aluminum Alloy 6061-SiC Metal Matrix Composite to Identify the Operative Mechanism for Accelerated Aging*, Materials Science and Engineering, A112 (1989) pp. 67-77

- [EGG94] G. Eggeler: *On the Mechanism of Creep in Short Fibre Reinforced Aluminium Alloys*, Zeitschrift für Metallkunde, 85, 1994, S. 39-46
- [ESH57] J. D. Eshelby: *The Determination of the Elastic Field of an Ellipsoidal Inclusion, and Related Problems*, Proceedings of the Royal Society of London 241 (1226): 376–396 (1957)
- [ESRF] <http://www.esrf.eu/UsersAndScience/Experiments/Imaging/ID22/Applications/Imaging/TomoBasics> (10.10.2010)
- [ESRFa] http://www.lightsources.org/imagebank/search_detail.php?image_no=ESR063 (09.10.2010)
- [ESRFb] <http://www.esrf.eu/UsersAndScience/Experiments/StructMaterials/ID15/> (15.09.2010)
- [ESRFc] http://www.esrf.eu/UsersAndScience/Experiments/StructMaterials/ID15/Technical_overview/ultra-fast-micro-tomography (15.09.2010)
- [ESRFd] ESRF-homepage, Beamline ID19 description, http://www.esrf.eu/UsersAndScience/Experiments/Imaging/ID19/BeamlineDescription/Detectors/Frelon_intro/Frelon_optics (17.09.2010)
- [ESRFe] ESRF Upgrade Programme 300409 http://www.esrf.eu/UsersAndScience/Experiments/Imaging/beamline-portfolio/CDR_UPBL04_future-ID16.pdf (05.04.2013)
- [FRO82] H. J. Frost, M. F. Ashby: *Deformation-Mechanism Maps, The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics*, Pergamon Press (1982)
- [GER09] G. Gerstmayr, H. Leitner, W. Eichlseder: *Creep and Relaxation Behaviour of Mg-Al based Die cast Alloys AZ91 and AE44*, Proceedings of EMC 2009, GDMB Verlag
- [GOR98] S. Gorsse, Y. Le Petitcorps: *A new approach in the understanding of the SiC-Ti reaction zone composition and morphology*, Composites Part A, 29A (1998) 1221-1227
- [GOT07] G. Gottstein: *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, 3. Auflage, Springer-Verlag Berlin Heidelberg (2007)
- [GRE69] G. W. Greenwood: *Cavity nucleation in the early stages of creep*, Philosophical Magazine, 19:158 (1969) pp. 423-427
- [GUS97] T. W. Gustafson, P. C. Panda, G. Song, R. Raj: *Influence of Microstructural Scale on Plastic Flow Behavior of Metal Matrix Composites*, Acta Materialia 45, No. 4 (1997) pp.1633-1643
- [HAS00] S. Hasse: *Giesserei-Lexikon*, 18. Auflage, Fachverlag Schiele & Schön GmbH (2000)
- [HUP07] M. Huppmann: *In-situ Synchrotron-Röntgentomographie bei Zeitstandversuchen mit AA6061 + 22%(Al₂O₃)_p*, Diplomarbeit, Technische Universität Berlin, Fakultät III, Prozesswissenschaften, Fachgebiet Metallische Werkstoffe (2007)
- [HUP10] M. Huppmann, B. Camin, A. R. Pyzalla, W. Reimers: *In-situ observation of creep damage evolution in Al-Al₂O₃ MMCs by synchrotron microtomography*, International Journal of Materials Research, 2010/ 03, pp. 372-379
- [IBR91] I. A. Ibrahim, F. A. Mohamed, E. J. Lavernia: *Particulate Reinforced Metal Matrix Composites – a Review*, Journal of Material Science 26 (1991), S. 1137-1156
- [ISA07] A. Isaac, F. Sket, K. Dzieciol, G. Sauthoff, A. Borbély, B. Camin, W. Reimers, A. Pyzalla: *Visualisierung der Kriechschädigung in Messing durch Tomographie mit Synchrotronstrahlung*, Metall, 61 (11), (2007), pp.742

- [ISA08] A. Isaac, F. Sket, W. Reimers, B. Camin, G. Sauthoff, A. R. Pyzalla: *In situ 3D quantification of the evolution of creep cavity size, shape, and spatial orientation using synchrotron X-ray tomography*, Materials Science and Engineering A, Volume 478, Issue 1-2 (April 15, 2008), p. 108-118
- [ISA09] A. Cerceau Isaac Neta Pinto: *In-situ tomographic investigation of creep cavity evolution in brass*, Dissertation, Fakultät für Maschinenbau, Ruhr Universität Bochum (2009)
- [ISA11] A. Isaac, K. Dzieciol, F. Sket, A. Borbély: *In-situ Microtomographic Characterization of Single-Cavity Growth During High-Temperature Creep of Leaded Brass*, Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 42A (October 2011) pp. 3022-3030
- [KAI00] K. U. Kainer: *Magnesium: Eigenschaften, Anwendungen, Potentiale*, Wiley-VCH (2000)
- [KAI03] K. U. Kainer: *Metallische Verbundwerkstoffe*, John Wiley & Sons (2003)
- [KAS09] M. E. Kassner: *Fundamentals of Creep in Metals and Alloys*, Elsevier (2009)
- [KAU01] G. Kausträter, B. Skrotzki, G. Eggeler: *On the role of matrix creep in the high temperature deformation of short fiber reinforced aluminum alloys*, Materials Science and Engineering A319–321 (2001) pp. 716–720
- [KAU02] G. Kausträter: *Ein Beitrag zum Kriechverhalten von kurzfaserverstärkten Aluminiumlegierungen*, Fortschritt-Berichte VDI, Reihe 5, Nr. 663, VDI Verlag, Gelsenkirchen (2002)
- [KIE86] R. Kienzler, T. Hollstein: *Theoretisch-numerische Untersuchung zu Experimenten mit Kriechrischwachstum*, Zeitschrift für Werkstofftechnik, 17 (1986) S. 393-397
- [KIL13] A. Kilian: *Entstehung und Entwicklung von Faserbrüchen in der hybridverstärkten Magnesiumlegierung AE42 unter Kriechbedingungen*, Bachelorarbeit, Technische Universität Berlin, Fakultät III, Prozesswissenschaften, Fachgebiet Metallische Werkstoffe (2013)
- [KIM03] Y.-J. Kim, N.-S. Huh, Y.-J. Kim: *Estimations of creep fracture mechanics parameters for through-thickness cracked cylinders and finite element validation*, Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, Volume 26, Issue 3 (March 2003) pp. 229–244
- [KLO98] H. Klose: *Beitrag zur Berechnung, Herstellung und Charakterisierung von verstärkten Aktivloten*, Dissertation, Technische Universität Chemnitz (1998)
- [KRA93] P. E. Krajewski, J. E. Allison, J. W. Jones: *The Influence of Matrix Microstructure and Particle Reinforcement on the Creep Behavior of 2219 Aluminum*, Metallurgical Transactions A, 24 (1993) pp. 2731-2741
- [KRA95] P. E. Krajewski, J. E. Allison, J. W. Jones: *The Effect of Particle Reinforcement on the Creep Behavior of Single-Phase Aluminum*, Metallurgical and Materials Transactions A, 26 (1995) pp. 3107-3118
- [KUR10] D. Kurumlu: *Mechanische und mikrostrukturelle Untersuchungen an einer kurzfaserverstärkten Aluminiumlegierung*, Dissertation, Ruhr-Universität Bochum, Fakultät Maschinenbau (2010)
- [KUR12] D. Kurumlu, E. J. Payton, M. L. Young, M. Schöbel, G. Requena, G. Eggeler: *High-temperature strength and damage evolution in short fiber reinforced aluminum alloys studied by miniature creep testing and synchrotron microtomography*, Acta Materialia, 60 (2012) pp. 67-78
- [LAS07] D. Lassance, D. Fabrègue, F. Delannay, T. Pardoën: *Micromechanics of room and high temperature fracture in 6xxx Al alloys*, Progress in Materials Science 52 (2007) pp. 62-129

- [LEE94] J. C. Lee, K. N. Subramanian, Y. Kim: *The Interface in Al₂O₃ Particulate-reinforced Aluminium Alloy Composite and its Role on the Tensile Properties*, Journal of Material Science 29 (1994) pp. 1983-1990
- [LEH10] K. Lehnertz: *Physikalische Grundlagen der medizinischen Bildgebung, Mathematische Grundlagen der Bildgebung: Radon-Transformation und Fourier-Scheiben-Theorem* (I. Rumyantsev), *Röntgencomputertomographie* (M. Kiel), Helmholtz-Institut für Strahlen- und Kernphysik Universität Bonn, Vorlesung Medizinische Physik, Computer-Tomographie (2010)
- [LEN02] I. Lenke: *Metall Matrix Composites (MMCs)* (2002)
http://www.keramverband.de/keramik/pdf/02/sem02_15.pdf
- [LI97a] Y. Li, F. A. Mohamed: *An Investigation of Creep Behavior in an SiC-2124 Al Composite*, Acta Materialia, Vol. 45, No. 11 (1997) pp. 4775-4785
- [LI97b] Y. Li, T. G. Langdon: *Creep behavior of an Al-AA6061 Metal matrix composite reinforced with alumina particulates*, Acta Materialia, Vol. 45, No. 11 (1997) pp. 4797-4806
- [LI97c] Y. Li, T. G. Langdon: *A simple procedure for estimating threshold stresses in the creep of metal matrix composites*, Scripta Materialia, Vol. 36, No. 12 (1997) pp. 1457-1460
- [LLO93] J. Llorca, A. Martin, J. Ruiz, M. Elices: *Particulate Fracture during Deformation of a Spray Formed Metal Matrix Composite*, Metallurgical Transactions A 24A, 7 (1993) pp. 1575-1588
- [LUD12] W. Ludwig, A. King, M. Herbig, P. Reischig, J. Marrow, L. Babout, E. Lauridsen, H. Proudhon, J. Y. Buffiere: *Characterisation of Polycrystalline materials Using Synchrotron X-ray Imaging and Diffraction Techniques*, JOM, The Journal of the Minerals, Metals & Materials Society, Vol. 62, No. 12 (2012) pp. 22-28
- [LUO94] A. Luo, M. O. Pekguleryuz: *Review Cast magnesium alloys for elevated temperature applications*, Journal of Materials Science, 29 (1994) pp. 5259-5271
- [LUS53] D. R. Luster, W. W. Wentz, D. W. Kaufmann: *Creep Properties of Titanium*, Materials and methods: the metalworking industries' engineering magazine, New York, 37 (1953) pp. 100-103
- [MA02] Z. Y. Ma, R. S. Mishra, S. C. Tjong: *High-temperature creep behavior of TiC particulate reinforced Ti-6Al-4V alloy composite*, Acta Materialia, 50 (2002) pp. 4293-4302
- [MÄL07] G. Mälzer, R. W. Hayes, T. Mack, G. Eggeler: *Miniature Specimen Assessment of Creep of the Single-Crystal Superalloy LEK 94 in the 1000°C Temperature Range*, Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 38A (Feb 2007) pp. 314-327
- [MAH04] S. Mahesh, J. C. Hanan, E. Üstündag, I. J. Beyerlein: *Shear-Lag Model for a Single Fiber Metal Matrix Composite with an Elasto-Plastic Matrix and a Slipping Interface*, International Journal of Solids and Structures, Volume 41, Issue 15 (Juli 2004) pp. 4197-4218
- [MAI01] E. Maire, L. Babout, J.-Y. Buffiere, R. Fougères: *Recent results on 3D characterisation of microstructure and damage of metal matrix composites and a metallic foam using X-ray tomography*, Materials Science and Engineering A319-321 (2001) pp. 216-219
- [MAR84] P. Martineau, R. Pailler, M. Lahaye, R. Naslain: *SiC filament/titanium matrix composites regarded as model composites*, Journal of Materials Science, Vol. 19, Issue 8 (1984) pp. 2749-2770

- [MAT99] K. Matsuda, T. Naoi, K. Fujii, Y. Uetani, T. Sato, A. Kamio, S. Ikeno: *Crystal structure of the β'' phase in an Al–1.0mass%Mg₂Si–0.4mass%Si alloy*, Materials Science and Engineering A262 (1999) pp. 232–237
- [MAT09] T. Matsunaga, T. Kameyama, K. Takahashi, E. Sato: *Constitutive Relation for Ambient-Temperature Creep in Hexagonal Close-Packed Metals*, Materials Transactions, Vol. 50, No. 12 (2009) pp. 2858–2864
- [MAT03] F. L. Matthews, R. D. Rawlings: *Composite Materials: Engineering and Science*, Woodhead Publishing/ CRC Press (2003) (reprinted)
- [MEY09] M. Meyers, K. Chawla: *Mechanical behaviour of materials*, Second Edition, Cambridge University Press (2009)
- [MOE14] E. Moeller (Hrsg.): *Handbuch Konstruktionswerkstoffe*, Carl Hanser Verlag München Wien (2014)
- [MOH74] F. A. Mohamed, T. G. Langdon: *The transition from dislocation climb to viscous glide in creep of solid solution alloys*, Acta Metallurgica, Vol. 22 (1974) pp. 779–788
- [MOR03] I. P. Moreno, T. K. Nandy, J. W. Jones, J. E. Allison, T. M. Pollock: *Microstructural stability and creep of rare-earth containing magnesium alloys*, Scripta Materialia, Volume 48, Issue 8, 14 April 2003, pp. 1029–1034
- [NAM98] H. W. Nam, K. S. Han: *Creep Rupture Life Prediction of Short Fiber-Reinforced Metal Matrix Composites*, Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 29A (July 1998) pp. 1983–1989
- [NEU88] B. Neubauer, F. Arens-Fischer, H. Heinrich, H.-D. Schulze: *Metallurgische Prüfungen an Bauteilen*, Fachaufsatz zur VL Werkstofftechnik, FH Regensburg, Diagramm nach Granacher (1988)
http://homepages.fh-regensburg.de/~heh39273/aufsaeetze/ht_baut.pdf
(21.02.2012)
- [NIE84] T. G. Nieh: *Creep Rupture of a Silicon Carbide Reinforced Aluminum Composite*, Metallurgical Transactions A, Volume 15A (January 1984) pp. 139–146
- [ODD12] J. Oddershede, B. Camin, S. Schmidt, L. P. Mikkelsen, H. Sörensen, U. Lienert, H. F. Poulsen, W. Reimers: *Measuring the stress field around an evolving crack in tensile deformed Mg AZ31 using three-dimensional X-ray diffraction*, Acta Materialia, 60 (2012) pp. 3570–3580
- [OKA77] K. Okazaki, T. Odawara: *Deformation Mechanism Map for Titanium*, Scripta metallurgica, Volume 11 (1977) pp. 437–440
- [OLB13] J. Olbricht, M. Bismarck, B. Skrotzki: *Characterization of the creep properties of heat resistant 9-12% chromium steels by miniature specimen testing*, Materials Science and Engineering A, 585 (2013), pp. 335–342
- [PAC96] A. Packeisen: *Kriechen einer Partikelverstärkten Aluminiumlegierung unter Berücksichtigung des Gefüges*, Diplomarbeit, Ruhr-Universität Bochum (1996)
- [PET02] M. Peters, C. Leyens: *Titan und Titanlegierungen*, 3. Auflage, Wiley-VCH, Weinheim (2002)
- [PET94] G. Petzow: *Metallographisches, keramographisches, plastographisches Ätzen*, Verlag Gebrüder Borntraeger Berlin-Stuttgart, 6. überarbeitete Auflage (1994)
- [PIG02] M. Piggott: *Load bearing fibre composites*, 2nd Edition, Kluwer Academic Publishers (2002)
- [POL08] C. Poletti, M. Balog, T. Schubert, V. Liedtke, C. Edtmaier: *Production of titanium matrix composites reinforced with SiC particles*, Composites Science and Technology 68 (2008) pp. 2171–2177

- [POW02] B. R. Powell, V. Rezhets, M. P. Balogh, R. A. Waldo: *Microstructure and creep behavior in AE42 magnesium die-casting alloy*, The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society (TMS), JOM, August 2002, Volume 54, Issue 8, pp 34-38
- [PRE99] M. Preuß: *Zusammenhang zwischen Mikrostruktur und Kriechverhalten von $\alpha+\beta$ Titanlegierungen*, Fortschritt-Berichte VDI, Reihe 5, Nr. 560, VDI Verlag GmbH, Düsseldorf 1999
- [PYZ05a] A. Pyzalla, B. Camin, T. Buslaps, M. DiMichiel, H. Kaminski, B. Lehrer, M. Wichert, W. Reimers: *Synchrotronstrahlung zur Charakterisierung von Metallmatrix-Verbundwerkstoffen*, Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde, edited by M. Schlimmer, (2005), pp. 409-414
- [PYZ05b] A. Pyzalla, B. Camin, T. Buslaps, M. DiMichiel, H. Kaminski, A. Kottar, A. Pernack, W. Reimers: *Simultaneous Tomography and Diffraction Analysis of Creep Damage*, Science 1, Vol. 308, No. 5718 (April 2005) pp. 92-95
- [PYZ06a] A. Pyzalla, B. Camin, T. Buslaps, M. DiMichiel, H. Kaminski, A. Kottar, A. Pernack, W. Reimers: *Combined Diffraction and Tomography Reveal Creep Damage*, Highlights 2005, European Synchrotron Radioation Facility, (2006), pp. 34-35
- [PYZ06b] A. Pyzalla, B. Camin, B. Lehrer, M. Wichert, A. Koch, K. Zimnik, E. Boller, W. Reimers: *In-situ observation of creep damage in Al-Al₂O₃ MMCs by synchrotron X-ray tomography*, JCPDS-International Centre for Diffraction Data, ISSN 1097-0002 (2006) pp.73-78
- [RAC06] A. Rack: *Untersuchung komplexer Materialsysteme mittels Synchrotron-Tomographie und 3D-Bildanalyse*, Dissertation an der Technische Universität Berlin, Fakultät III, Prozesswissenschaften (2006)
- [RAD17] J. Radon: *Über die Bestimmung von Funktionen durch ihre Integralwerte längs gewisser Mannigfaltigkeiten*, Berichte über die Verhandlungen der Königlich-Sächsischen Gesellschaft der Wissenschaften zu Leipzig, Mathematisch-Physische Klasse, Band 69 (1917) S. 262-277
- [RAU01] C. Rau, T. Weitkamp, A. Snigirev, C. G. Schroer, J. Tümmler and B. Lengeler: *Recent developments in hard X-ray tomography*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, Volumes 467-468, Part 2 (21 July 2001) pp. 929-931
- [REE01] B. Reetz: *Untersuchungen zur Verformung von partikelverstärkten Metallmatrix-Teilchenverbundwerkstoffen am Beispiel von AA6061 + Al₂O₃*, Diplomarbeit, Technische Universität Berlin (2001)
- [REQ02] G. Requena, D. Telfser, C. Hörst, and H.P. Degischer: *Creep behaviour of AA6061 alloy and AA6061 metal matrix composite*, Materials Science and Technology, Vol. 18 (May 2002) pp. 515-521
- [REQ04] G. Requena: *Creep Behaviour of Discontinuously Reinforced Aluminium Alloys*, Dissertation, Technische Universität Wien (2004)
- [REQ05] G. Requena, H. P. Degischer: *Effects of particle reinforcement on creep behaviour of AlSiMgCu*, Zeitschrift für Metallkunde 96, Carl Hanser Verlag (2005) S. 807-813
- [RIC69] J.R. Rice, D.M. Trace: *On the ductile enlargement of voids in triaxial stress fields*, Journal of the Mechanics and Physics of Solids, Vol. 17 (1969) pp. 201-217
- [RIC08] H.A. Richard, M. Sander, Technische Mechanik-Festigkeitslehre, 3. Auflage, Vieweg+ Teubner, Wiesbaden (2008)

- [ROB69] S. L. Robinson, O. D. Sherby: *Mechanical Behavior of polycrystalline tungsten at elevated temperature*, Acta Metallurgica, Vol. 17 (1969) pp. 109-125
- [RÖS88] J. Rösler, E. Arzt: *The kinetics of dislocation climb over hard particles-I. Climb without attractive particle-dislocation interaction*, Acta Metallurgica, Vol. 36, No. 4 (1988) pp. 1043-1051
- [RÖS08] J. Rösler, H. Harders, M. Bäker: *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe*, 3. Auflage, Vieweg+Teubner, Wiesbaden (2008)
- [SCH98] W. Schatt, E. Simmchen, G. Zouhar (Herausgeber): *Konstruktionswerkstoffe des Maschinen- und Anlagenbaues*, Wiley-VCH, 5. Auflage (1998)
- [SHE68] O. D. Sherby, P. M. Burke: *Mechanical Behavior of Crystalline Solids at Elevated Temperature*, Progress in Materials Science, Vol. 13 (1968) pp. 325-390
- [SKR01] B. Skrotzki: *Mechanical Loading of Light Alloys at Elevated Temperature*, Fortschritt-Berichte VDI, Reihe 5, Nr. 629, VDI Verlag, Bochum (2001)
- [STA95] B. Starzer: *Lebensdauer- und Schadensanalyse teilchenverstärkter Al-Matrix-Verbund- und Hybridwerkstoffe*, Dissertation, Montanuniversität Leoben (1995)
- [SUR89] S. Suresh, T. Christman, Y. Sugimura: *Accelerated Aging in Cast Al Alloy-SiC Particulate Composites*, Scripta Metallurgica, Vol. 23 (1989) pp. 1599-1602
- [SUZ01] M. Suzuki, H. Sato, K. Maruyama, H. Oikawa: *Creep deformation behavior and dislocation substructures of Mg-Y binary alloys*, Materials Science and Engineering A319-321 (2001) pp. 751-755
- [TSO09] E. Tsotsas, A. S. Mujumdar (Editors): *Modern Drying Technology*, Experimental Techniques, Volume 2, Wiley-VCH (2009)
- [VER96] Verein Deutscher Eisenhüttenleute (Hrsg.): *Erscheinungsformen von Rissen und Brüchen metallischer Werkstoffe*, 2. Auflage, Verlag Stahleisen GmbH, Düsseldorf (1996), unveränderter Nachdruck (2008)
- [VOG02] M. Vogel: *Mikrostruktur und Kriechverhalten von Magnesium-Druckgusslegierungen im System Mg-Zn-Al-Ca*, Dissertation, Universität Stuttgart (2002)
- [WAK91] W. J. J. Wakelkamp, F. J. J. Van Loo, and R. Metselaar: *Phase Relations in the Ti-Si-C System*, Journal of the European Ceramic Society, 8 (1991) pp. 135-139
- [WEB82] D. Webster: *Effect of Lithium on the Mechanical Properties and Microstructure of SiC Whisker Reinforced Aluminum Alloys*, Metallurgical Transaction A, 13 (1982) pp. 1511-1519
- [WEE55] J. Weertmann: *Theorie of Steady-State Creep Based on Dislocation Climb*, Journal of Applied Physics, Vol. 26, No. 10 (1955) pp. 1213-1217
- [WEE57] J. Weertmann: *Steady-State Creep of Crystals*, Journal of Applied Physics, Vol. 28, No. 10 (1957) pp. 1185-1189
- [WIE10] S. Wiese: *Verformung und Schädigung von Werkstoffen der Aufbau- und Verbindungstechnik- Das Verhalten im Mikrobereich*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg (2010)
- [WHI92] A. F. Whitehouse, T. W. Clyne: *Effects of reinforcement content and shape on cavitation and failure in metal-matrix composites*, Composites, Vol. 24, No. 3 (1993) pp. 256-261
- [WHI98] A. F. Whitehouse, H. M. A. Winand, T. W. Clyne: *The effect of processing route and reinforcement geometry on isothermal creep behaviour of particulate and short fibre MMCs*, Materials Science and Engineering A, 242, 1 (1998) pp. 57-69
- [WIT89] P. J. Withers, W. M. Stobbs, O. B. Pedersen: *The application of the Eshelby method of internal stress determination to short fibre metal matrix composites*, Acta Metallurgica, Volume 37, Issue 11 (November 1989) pp. 3061-3084

- [XU94] X. Q. Xu, D. F. Watt: *Basic role of a hard particle in a metal matrix subjected to tensile loading*, Acta Metallurgica et Materialia, Vol. 42, No.11 (1994) pp. 3717-3729
- [ZHU92] S. J. Zhu, Y.X. Lu, Z. G. Wang, J. Bi: *Creep behavior of TiC-particulate-reinforced Ti alloy composite*, Materials Letters 13 (1992) pp. 199-203
- [ZHU98] S. J. Zhu, D. Mukherji, W. Chen, Y. X. Lu, Z. G. Wang, R. P. Wahi: *Steady state creep behaviour of TiC particulate reinforced Ti-6Al-4V composite*, Materials Science and Engineering A256 (1998) pp. 301-307
- [ZWE02] S. P. Zwerschke, A. Wanner, E. Arzt: *Evolution of Fiber Fragmentation in a Short-Fiber-Reinforced Metal-Matrix Model Composite during Tensile Creep Deformation- An Accoustic Emission Study*, Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 33A (May 2002) pp. 1559-1557

9. Anhang

9.1 Tabellen

Table A1 Eigenschaften der verwendeten Matrixwerkstoffe, keramischen Partikel (Al_2O_3 , SiC), Kurzfasern (Saffil) und MMCs [BRO01, DIE06, DIN EN 573-3, FRO82, KAI00, KAI03, MAT03, PET02]

Eigenschaft	α -SiC	SiC	α - Al_2O_3	Saffil 96-97 δ - Al_2O_3 , 3-4 α SiO ₂	AE42 MgAlMnSiRE	AA 6061 (T6) AlMg1SiCu	AA 6061 + 22% Al_2O_3	Titan Rein-Titan
Kristalltyp	Hexagonal	kubisch	Hexagonal (rhomboedrisch, trigonal)	δ - Al_2O_3	Hexagonal (hdp)	kfz		Hexagonal (hdp)
Zugfestigkeit [MPa]	500		332	2000	237	280		467
0,2% Dehngrenze $R_{p0,2}$ [MPa]					130	230		393
E-Modul [GPa] bei RT	410	350-461	382	300	45	70	95	108
E-Modul [GPa]			396,2 (300°C)			61,4 (bei 300°C)		
Schubmodul [MPa] μ bei RT			$16,4 \cdot 10^4$		$1,66 \cdot 10^4$	$2,63 \cdot 10^4$	$3,57 \cdot 10^4$	$4,14 \cdot 10^4$
Schubmodul [MPa] μ			$15,85 \cdot 10^4$ (300°C)	$12 \cdot 10^4$ (300°C)	$1,7 \cdot 10^4$ (Mg) (300°C)	$2,15 \cdot 10^4$ (300°C)		$3 \cdot 10^4$ (bei 500°C)
Bruchdehnung [%]					13 (A 50)	8		30
Dichte [g/cm ³]	3,21	3,1	3,9	3,3	1,79	2,70		4,507
Härte	9,7 (Mohs)	1900-3500 (HV)	9,0 (Mohs)	7,0 (Mohs)	60 (HBS 1/5) (Brinell)	90 (HB 2,5/62,5) (Brinell)		120 (HB30) (Brinell)
Schmelztemperatur [°C]	2300		2050	>2000	625	580		1668

Therm. Ausdehnungskoeff. [10^{-6}K^{-1}]	4,7-5,0	2,7 (RT) 5,1 (538°C)	8,3	4,7	26,1	23		8,6
Wärmeleitfähigkeit [W/mK]	59		25		84	170-200		21,9
Elektr. Leitfähigkeit [MSm^{-1}]					11,7	23-26		2,34
Querkontraktionszahl ν (bei RT)	0,18		0,25	0,26	0,35	0,35	0,33	0,34
Querkontraktionszahl ν (bei $T > RT$)			0,25			0,42		
Durchschnittliche Größe [μm]	17		12	$\varnothing=3,5$ $l=200-300$				
Formfaktor s	1		1	57-86				
Burgersvektor [10^{-10}m]						2,86		2,89

9.1.1 Kriechversuche

Titan+15% (SiC)_p

Tabelle A2 Normierte Kriechbeanspruchungen

Probe	Spannung σ [MPa]	Temperatur T [K]	Normierte mechanische Beanspruchung σ / G	Homologe Temperatur T / T_m
Probe 1	150	783	$5 \cdot 10^{-3}$	0,4
Probe 2	180	783	$6 \cdot 10^{-3}$	0,4
Probe 3	180	753	$6 \cdot 10^{-3}$	0,39

AA6061+22% (Al₂O₃)_p

Tabelle A3 Normierte Kriechbeanspruchungen

Probe	Spannung σ [MPa]	Temperatur T [K]	Normierte mechanische Beanspruchung σ / G	Homologe Temperatur T / T_m
Probe B	70	573	$2,7 \cdot 10^{-3}$	0,67
Probe C	60	573	$2,3 \cdot 10^{-3}$	0,67
Probe D	50	573	$1,9 \cdot 10^{-3}$	0,67
Probe E	190	473	$7,2 \cdot 10^{-3}$	0,55

AE42+10% (Saffil[®])_f+10% (SiC)_p

Tabelle A4 Normierte Kriechbeanspruchungen

Probe	Spannung σ [MPa]	Temperatur T [K]	Normierte mechanische Beanspruchung σ / μ	Homologe Temperatur T / T_m
Probe 1	60	573	$3,6 \cdot 10^{-3}$	0,64
Probe 2	50	573	$3 \cdot 10^{-3}$	0,64
Probe 3	50	543	$3 \cdot 10^{-3}$	0,60
Probe 4	40	543	$2,4 \cdot 10^{-3}$	0,60
Probe 5	40	573	$2,4 \cdot 10^{-3}$	0,64
Probe 6	45	573	$2,7 \cdot 10^{-3}$	0,64
Probe 7	35	573	$2,1 \cdot 10^{-3}$	0,64
Probe 8	50	573	$3 \cdot 10^{-3}$	0,64
Probe 9	35	573	$2,1 \cdot 10^{-3}$	0,64
Probe 10	45	543	$2,7 \cdot 10^{-3}$	0,60

9.1.2 Tomographische Ergebnisse

Titan+15%(SiC)_p

Tabelle A5 Fit-Parameter für Porenbildung in den frühen Kriechstadien

Probe	Poren	Fit-Parameter B
Probe 1 $\sigma = 150\text{MPa}$, $T = 510^\circ\text{C}$	Gesamtporen	105
	sphärisch	4
	parallel	11
	senkrecht	88
Probe 2 $\sigma = 180\text{MPa}$, $T = 510^\circ\text{C}$	Gesamtporen	624
	sphärisch	25
	parallel	68
	senkrecht	410
Probe 3 $\sigma = 180\text{MPa}$, $T = 480^\circ\text{C}$	Gesamtporen	623
	sphärisch	23
	parallel	75
	senkrecht	520

Tabelle A6 Fit-Parameter für Porenbildung in den späteren Kriechstadien

Probe	Poren	y_0	A1	t1	1/t1	Fit-Parameter B
Probe 1	Gesamtporen	3719	58	3,8	0,26	
	sphärisch	314	0,4	4,7	0,21	
	parallel	528	6,4	4,7	0,21	
	senkrecht	2894	118	4,7	0,21	
Probe 2	Gesamtporen	16265	-387771	-3,845	-0,26	
	sphärisch	1110	-151216	-2,79	-0,36	
	parallel					456
	senkrecht					518

Tabelle A7 Fit-Parameter für Porenwachstum in den frühen Kriechstadien

Probe	Poren	y_0	A1	t1	1/t1
Probe 1	Gesamtporen	38235	-24653	-1146	$-8,7 \cdot 10^{-4}$
	sphärisch	1380	-626	-744	$-1,3 \cdot 10^{-3}$
	parallel	5711	-3971	-1013	$-9,9 \cdot 10^{-4}$
	senkrecht	31298	-20298	-1206	$-8,3 \cdot 10^{-4}$
Probe 2	Gesamtporen	$3,7 \cdot 10^{10}$	$-3,7 \cdot 10^{10}$	$-2,4 \cdot 10^8$	$-4,2 \cdot 10^{-9}$
	sphärisch	$1,4 \cdot 10^9$	$-1,4 \cdot 10^9$	$-3,4 \cdot 10^8$	$-2,9 \cdot 10^{-9}$
	parallel	-20899	34969	2251	$4,4 \cdot 10^{-4}$
	senkrecht	$2,5 \cdot 10^{10}$	$-2,5 \cdot 10^{10}$	$-2,1 \cdot 10^8$	$-4,8 \cdot 10^{-9}$
Probe 3	Gesamtporen	415770	-361732	-3783	$-2,6 \cdot 10^{-4}$
	sphärisch	10394	-7274	-3632	$-2,8 \cdot 10^{-4}$
	parallel	33429	-25367	-1385	$-7,2 \cdot 10^{-4}$
	senkrecht	391985	-349092	-3783	$-2,6 \cdot 10^{-4}$

Tabelle A8 Fit-Parameter für Porenwachstum in den späteren Kriechstadien

Probe	Poren	y_0	A1	t1	1/t1
Probe 1	Gesamtporen	70211	42762	5625	$1,8 \cdot 10^{-4}$
	sphärisch	-13749	16617	34547	$2,9 \cdot 10^{-5}$
	parallel	3521	3489	3529	$2,8 \cdot 10^{-4}$
	senkrecht	588232	-586577	-15623	$-6,4 \cdot 10^{-5}$
Probe 2	Gesamtporen	-439315	392970	3149	$3,2 \cdot 10^{-4}$
	sphärisch	$-3,5 \cdot 10^9$	$-3,5 \cdot 10^9$	$6,5 \cdot 10^8$	$1,5 \cdot 10^{-9}$
	parallel	-66290	29689	1589	$6,3 \cdot 10^{-4}$
	senkrecht	1551470	-1968540	-5252	$-1,9 \cdot 10^{-4}$

AA6061+20%(Al₂O₃)_p**Tabelle A9** Fit-Parameter für Porenbildung in den frühen Kriechstadien

Probe	Poren	Fit-Parameter B (Steigung)	Messunsicherheit ±15%
Probe B $\sigma = 70\text{MPa}, T = 300^\circ\text{C}$	Gesamtporen	2329	349
	sphärisch	158	24
	parallel	104	16
	senkrecht	2066	310
Probe C $\sigma = 60\text{MPa}, T = 300^\circ\text{C}$	Gesamtporen	2251	338
	sphärisch	122	18
	parallel	133	20
	senkrecht	1995	299
Probe D $\sigma = 50\text{MPa}, T = 300^\circ\text{C}$	Gesamtporen	2688	403
	sphärisch	154	23
	parallel	112	17
	senkrecht	2221	333
Probe E $\sigma = 190\text{MPa}, T = 200^\circ\text{C}$	Gesamtporen	3225	484
	sphärisch	84	13
	parallel	143	21
	senkrecht	2803	420

Tabelle A10 Fit-Parameter für Porenbildung in den späteren Kriechstadien

Probe	Poren	y_0	A1	t1	1/t1	Fit-Parameter B	Messunsicherheit ±15%
Probe C	Gesamtporen					2251	338
	sphärisch					122	18
	parallel					133	20
	senkrecht					1995	299
Probe D	Gesamtporen	21584	-85821	-2,2	-0,45	2824	424
	sphärisch	1829	-3062	-4,2	-0,24	255	38
	parallel	35917	-36362	-152	-0,007	282	42
	senkrecht	17454	-150544	-1,6	-0,625	2992	449
Probe E	Gesamtporen					3471	521
	sphärisch					74	11
	parallel					44	7
	senkrecht					3370	506

Tabelle A11 Fit-Parameter für Porenwachstum in den frühen Kriechstadien

Probe	Poren	y_0	A1	t1	1/t1	Steigung B (linear)
Probe B $\sigma = 70\text{MPa}$ $T = 300^\circ\text{C}$	Gesamtporen	$-1,1 \cdot 10^6$	985505	45,04	0,022	
	sphärisch	-144464	135483	61,2	0,016	
	parallel	-123453	117590	54,15	0,019	
	senkrecht	-838003	758553	43,19	0,023	
Probe C $\sigma = 60\text{MPa}$ $T = 300^\circ\text{C}$	Gesamtporen	157764	-7100730	-82	-0,012	
	sphärisch	7815	-4984	-189	-0,005	
	parallel	$5,87 \cdot 10^8$	$-5,87 \cdot 10^8$	$-1,6 \cdot 10^7$	$-6,3 \cdot 10^8$	
	senkrecht	142839	-89797	-90	-0,01	
Probe D $\sigma = 50\text{MPa}$ $T = 300^\circ\text{C}$	Gesamtporen	106812	-69666	-83	-0,012	
	sphärisch	3798	-2330	-19	-0,052	
	parallel	7174	-2139	-164	-0,006	
	senkrecht	96238	-66258	-84	-0,012	
Probe E $\sigma = 190\text{MPa}$ $T = 200^\circ\text{C}$	Gesamtporen	155719	-61827	-11	-0,09	
	sphärisch					34
	parallel					106
	senkrecht	139871	-57269	-11	-0,09	

Tabelle A12 Fit-Parameter für Porenwachstum in den späteren Kriechstadien

Probe	Poren	y_0	A1	t1	1/t1	Steigung B (linear)
Probe C $\sigma = 60\text{MPa}$ $T = 300^\circ\text{C}$	Gesamtporen	-649361	732175	1998	$5 \cdot 10^{-4}$	
	sphärisch					11,4
	parallel					24,8
	senkrecht	-425870	499466	1550	$6,45 \cdot 10^{-4}$	
Probe D $\sigma = 50\text{MPa}$ $T = 300^\circ\text{C}$	Gesamtporen	-33692	119438	2117	$4,7 \cdot 10^{-4}$	
	sphärisch	228	3172	2190	$4,6 \cdot 10^{-4}$	
	parallel	4019	1758	1112	$9 \cdot 10^{-4}$	
	senkrecht	-8787	88926	2015	$5 \cdot 10^{-4}$	
Probe E $\sigma = 190\text{MPa}$ $T = 200^\circ\text{C}$	Gesamtporen	57783	54001	323	$3,1 \cdot 10^{-3}$	
	sphärisch					3,9
	parallel					5,5
	senkrecht	40054	5604	332	$3 \cdot 10^{-3}$	

AE42+10% (Saffil[®])_r+10% (SiC)_p

Tabelle A13 Fit-Parameter für Porenbildung

Probe	Poren	Fit-Parameter B
Probe 5 $\sigma = 45\text{MPa}, T = 300^\circ\text{C}$	Gesamtporen	39361
	sphärisch	4278
	parallel	5117
	senkrecht	29966
Probe 6 $\sigma = 40\text{MPa}, T = 300^\circ\text{C}$	Gesamtporen	-13114
	sphärisch	-46
	parallel	-1164
	senkrecht	-11904
Probe 10 $\sigma = 40\text{MPa}, T = 270^\circ\text{C}$	Gesamtporen	-10181
	sphärisch	925
	parallel	-9166
	senkrecht	-1940

Tabelle A14 Fit-Parameter für Porenwachstum

Probe	Poren	Fit-Parameter B (Steigung)	y0	A1	t1	1/t1
Probe 5 $\sigma = 40\text{MPa}$ $T = 300^\circ\text{C}$	Gesamtporen	33975				
	sphärisch	372				
	parallel	8932				
	senkrecht	58750				
Probe 6 $\sigma = 45\text{MPa}$ $T = 300^\circ\text{C}$	Gesamtporen		$1,4 \cdot 10^8$	$2,3 \cdot 10^7$	193	0,005
	sphärisch	-151				
	parallel	-13402				
	senkrecht		$8,3 \cdot 10^7$	$1,4 \cdot 10^7$	93	0,011
Probe 10 $\sigma = 45\text{MPa}$ $T = 270^\circ\text{C}$	Gesamtporen		$1,2 \cdot 10^8$	$2,5 \cdot 10^7$	2004	$5 \cdot 10^{-4}$
	sphärisch	43				
	parallel	-6509				
	senkrecht		$7,2 \cdot 10^7$	$7,8 \cdot 10^6$	860	0,0012

9.2 Bilder

9.2.1 Kriechversuche

Titan+15%(SiC)_p

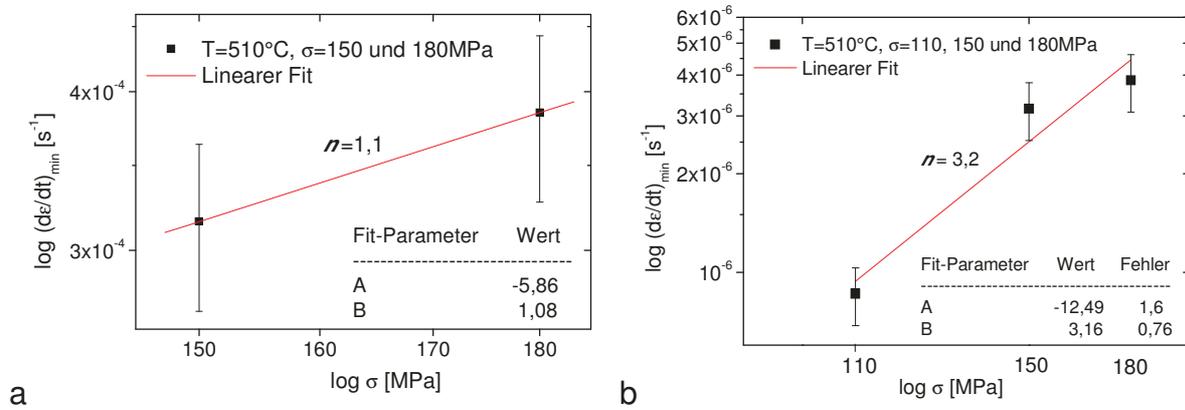


Abb. A1 Ermittlung Spannungsexponenten, a) in-situ Experimente, b) mit Laborergebnis

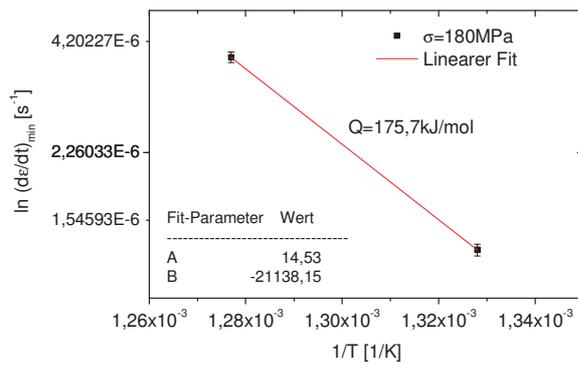


Abb. A2 Grafische Ermittlung der Aktivierungsenergie für $\sigma = 180\text{MPa}$

AA6061+22%(Al₂O₃)_p

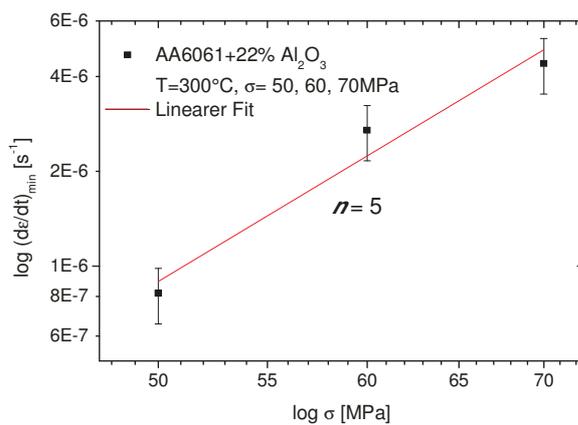
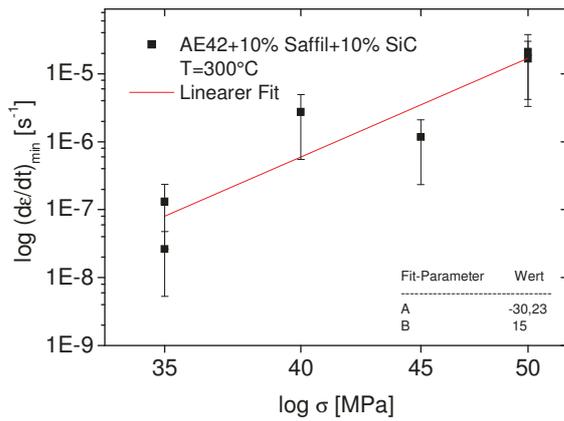
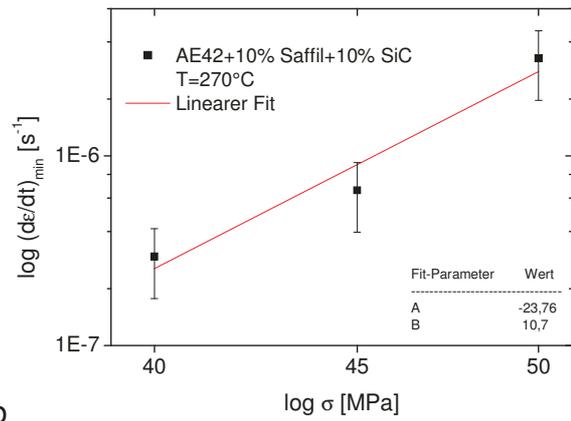


Abb. A3 Minimale Dehnrates als Funktion der Spannung bei $T = 300^\circ\text{C}$

AE42+10% (Saffil[®])_f+10% (SiC)_p

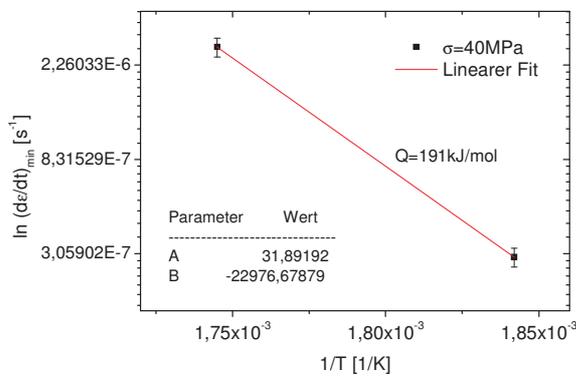


a

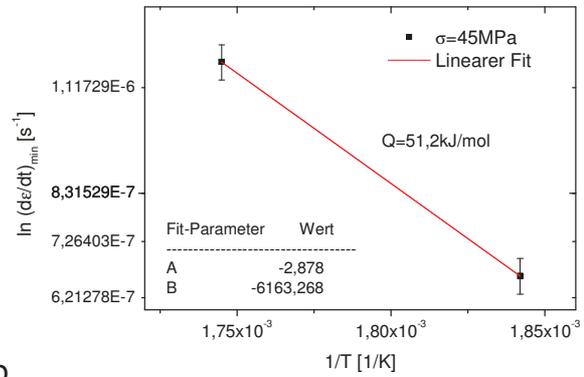


b

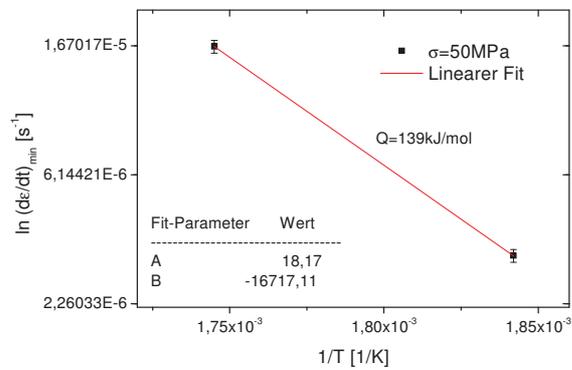
Abb. A4 Bestimmung des Spannungsexponenten, a) $T = 300^{\circ}\text{C}$, b) $T = 270^{\circ}\text{C}$



a



b



c

Abb. A5 Bestimmung der Aktivierungsenergie, a) $\sigma = 40\text{MPa}$, b) $\sigma = 45\text{MPa}$, c) $\sigma = 50\text{MPa}$

9.2.2 Tomographische Ergebnisse

Titan+15% (SiC)_p

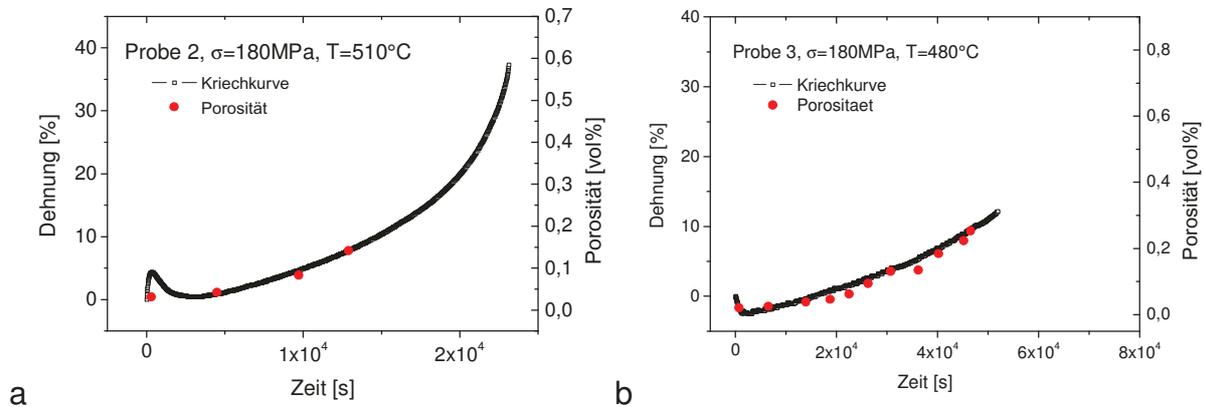


Abb. A6 Vergleich der Porositätsentwicklungen und Kriechkurven in den frühen Kriechstadien, a) Probe 3, $\sigma=180\text{MPa}$, $T=480^\circ\text{C}$, b) Probe 2, $\sigma=180\text{MPa}$, $T=510^\circ\text{C}$

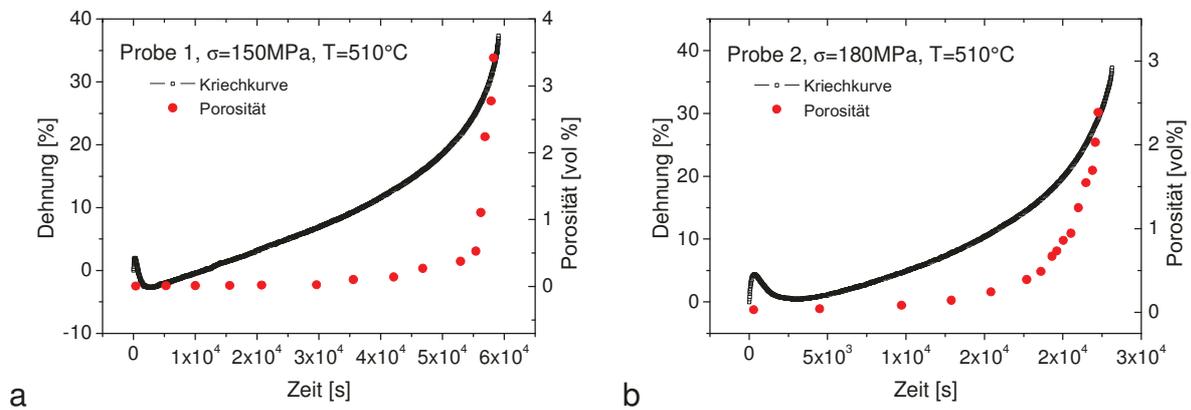


Abb. A7 Kriechkurve und Porositätsverlauf, a) Probe 1, $\sigma=150\text{MPa}$, $T=510^\circ\text{C}$, b) Probe 2, $\sigma=180\text{MPa}$, $T=510^\circ\text{C}$

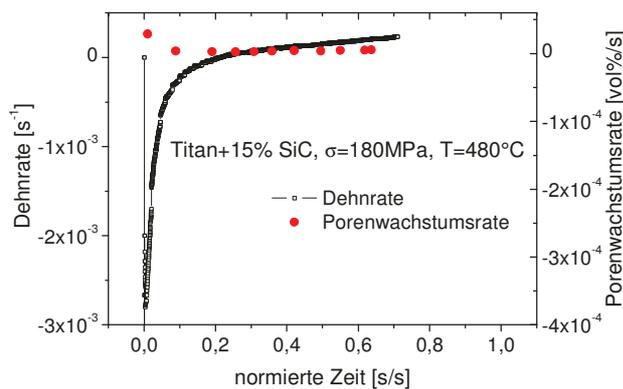


Abb. A8 Vergleich der Porenwachstumsrate und Dehnrates, Probe 3, $\sigma=180\text{MPa}$, $T=480^\circ\text{C}$

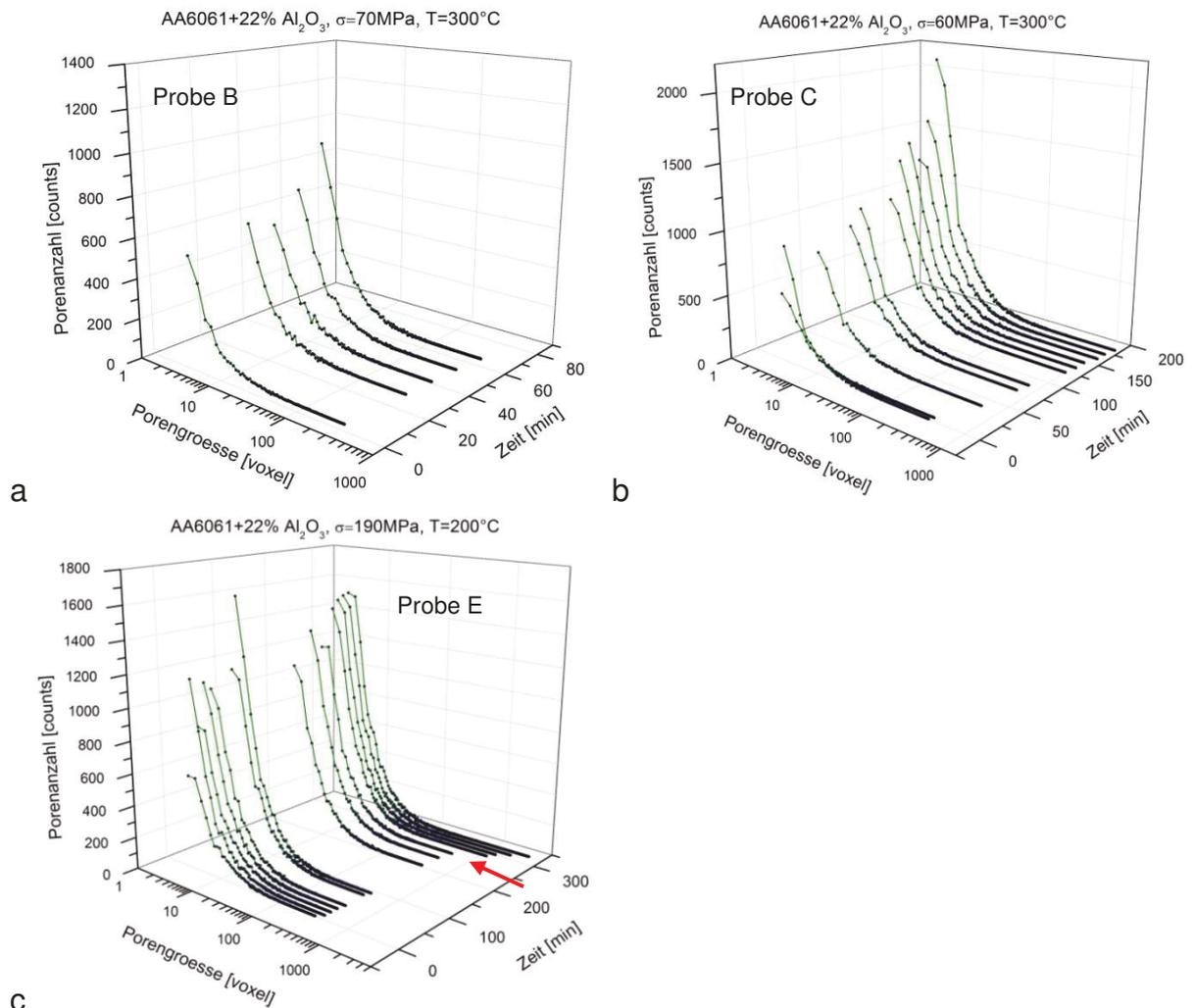
AA6061+20% (Al₂O₃)_p

Abb. A9 Porenanzahl vs. Porengröße und als Funktion der Zeit, a) Probe B, $\sigma = 70\text{MPa}$, $T=300^\circ\text{C}$, b) Probe C, $\sigma = 60\text{MPa}$, $T=300^\circ\text{C}$, c) Probe E, $\sigma = 190\text{MPa}$, $T=200^\circ\text{C}$

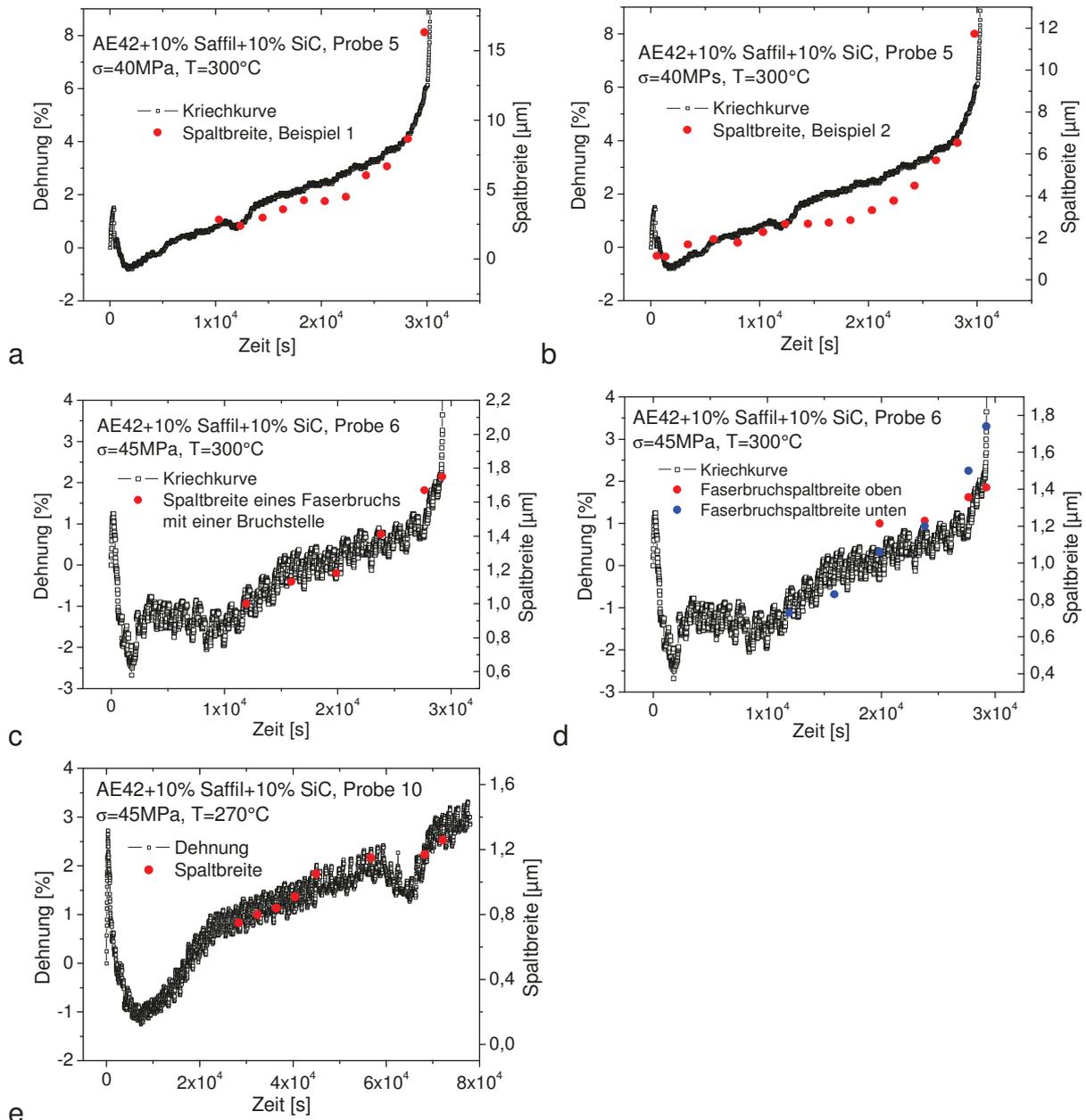
AE42+10% (Saffil[®])_f+10% (SiC)_p


Abb. A10 Vergleich der zeitlichen Entwicklung von Faserbrüchen und Kriechkurven, a+b) Probe 5, $\sigma=40\text{MPa}$, $T=300^\circ\text{C}$, c+d) Probe 6, $\sigma=45\text{MPa}$, $T=300^\circ\text{C}$, e) Probe 10, $\sigma=45\text{MPa}$, $T=270^\circ\text{C}$

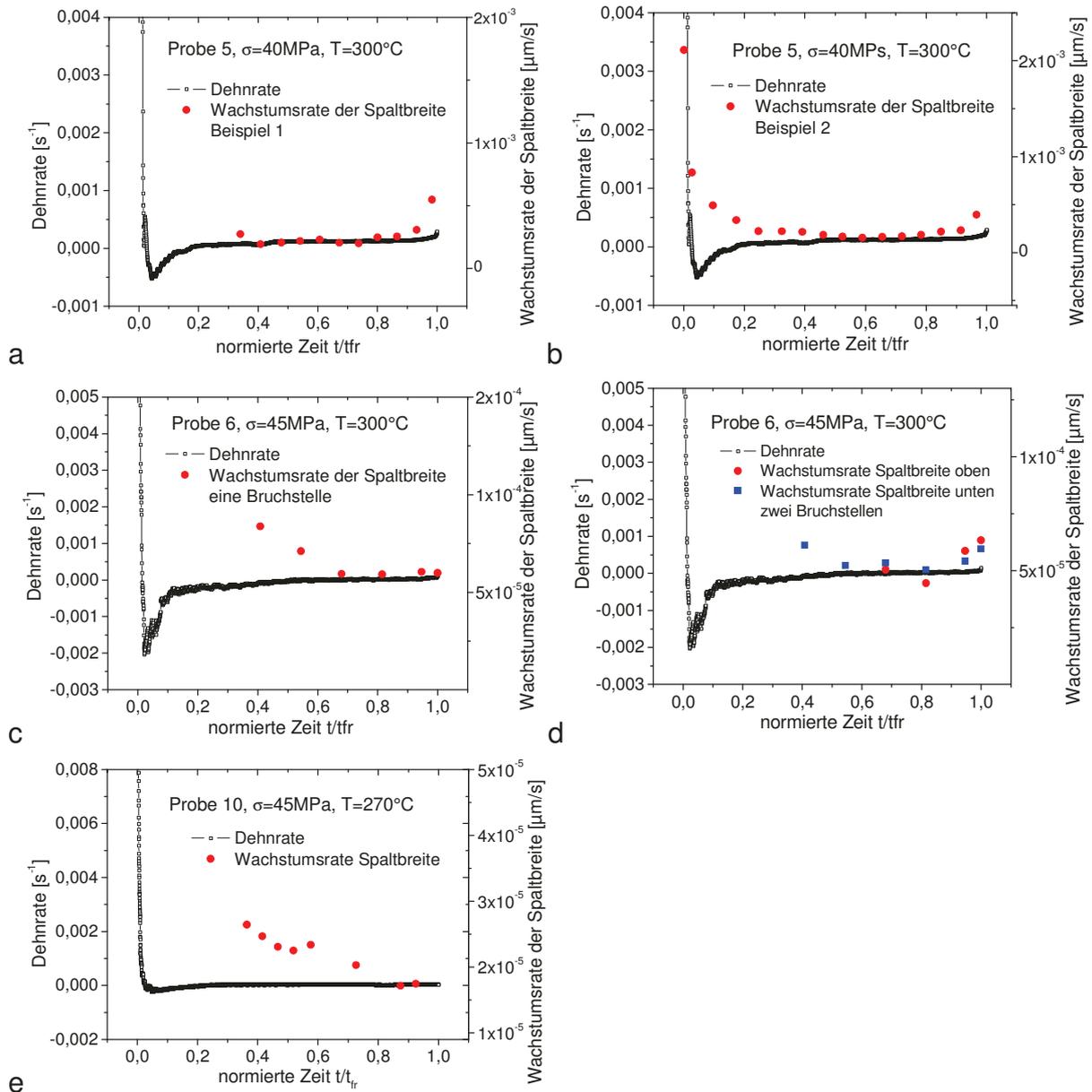


Abb. A11 Vergleich der Dehnraten und der Wachstumsraten der Spaltbreiten, a+b) Probe 5, $\sigma=40\text{MPa}$, $T=300^\circ\text{C}$, c+d) Probe 6, $\sigma=45\text{MPa}$, $T=300^\circ\text{C}$, e) Probe 10, $\sigma=45\text{MPa}$, $T=270^\circ\text{C}$

9.2.3 Lage der Schädigungen und Bruch

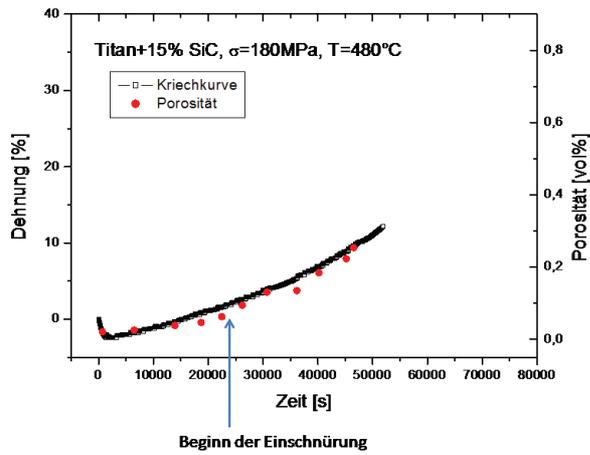
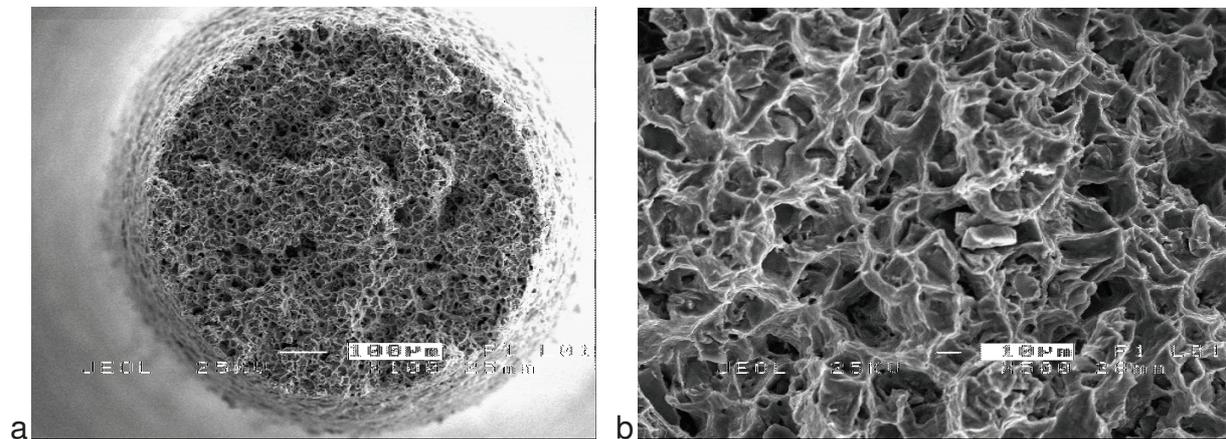
Titan+15% (SiC)_pAbb. A12 Beginn der Einschnürung, Probe 3, $\sigma = 180\text{MPa}$, $T=480^\circ\text{C}$ 

Abb. A13 REM-Aufnahmen der Bruchfläche von Probe 2, a) Wabenstruktur, b) Schubwaben

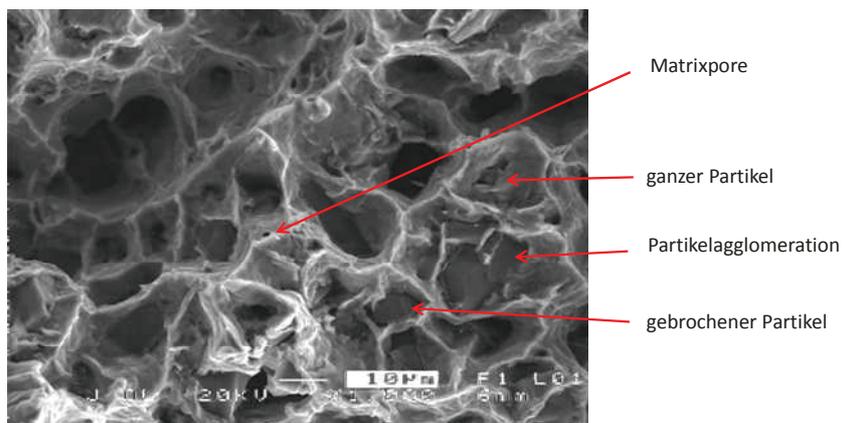


Abb. A14 REM-Aufnahme der Bruchfläche von Probe 2

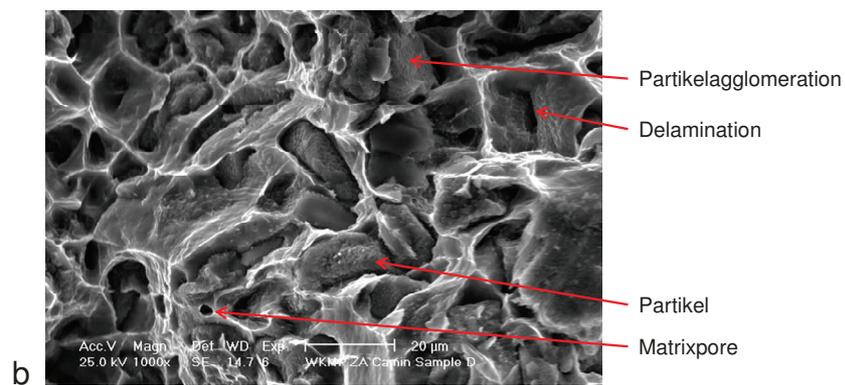
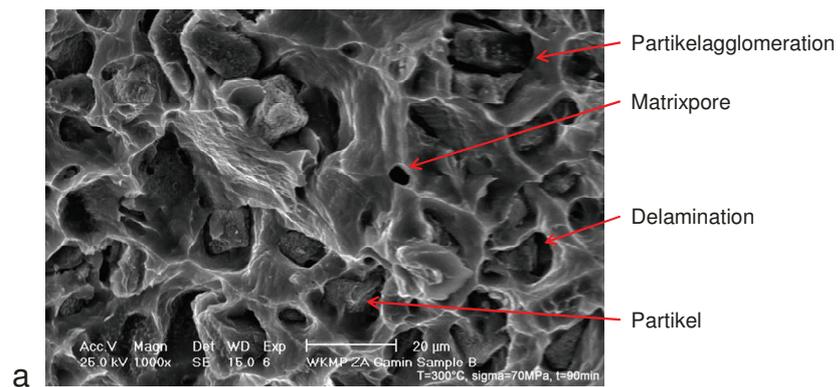
AA6061+20% $(Al_2O_3)_p$ 

Abb. A15 Bruchflächen der AA6061+22% Al_2O_3 -Kriechproben, a) Probe B, $\sigma = 70\text{MPa}$, $T = 300^\circ\text{C}$, b) Probe D, $\sigma = 50\text{MPa}$, $T = 300^\circ\text{C}$