

Hanno Dierke

**Untersuchungen zur Unterdrückung des
Portevin-LeChatelier-Effekts bei AlMg-Legierungen
und partikelverstärkten Verbundwerkstoffen**

Experimente, Mikrostruktur und Modellierung

Untersuchungen zur Unterdrückung des
Portevin-LeChatelier-Effekts bei AlMg-Legierungen und
partikelverstärkten Verbundwerkstoffen

—
Experimente, Mikrostruktur und Modellierung

Von der Fakultät für Elektrotechnik, Informationstechnik, Physik
der Technischen Universität Carolo-Wilhelmina
zu Braunschweig

zur Erlangung des Grades eines
Doktors der Naturwissenschaften
(Dr. rer. nat.)
genehmigte

D I S S E R T A T I O N

von
Hanno Dierke
aus Braunschweig

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.ddb.de> abrufbar.

1. Aufl. - Göttingen : Cuvillier, 2008

Zugl.: (TU) Braunschweig, Univ., Diss., 2008

978-3-86727-720-4

1. Referentin oder Referent:	Prof. Dr. H. Neuhäuser
2. Referentin oder Referent:	Prof. Dr. H.-R. Sinning
eingereicht am:	11. 03. 2008
mündl. Prüfung (Disputation) am:	30. 05. 2008

© CUVILLIER VERLAG, Göttingen 2008

Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen

Telefon: 0551-54724-0

Telefax: 0551-54724-21

www.cuvillier.de

Alle Rechte vorbehalten. Ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages ist es nicht gestattet, das Buch oder Teile daraus auf fotomechanischem Weg (Fotokopie, Mikrokopie) zu vervielfältigen.

1. Auflage, 2008

Gedruckt auf säurefreiem Papier

978-3-86727-720-4

Teilergebnisse dieser Arbeit wurden mit Genehmigung der Fakultät für Elektrotechnik, Informationstechnik, Physik, vertreten durch den Mentor dieser Arbeit, in folgenden Beiträgen vorab veröffentlicht:

Veröffentlichungen

- H. Neuhäuser, F. Klose, H. Dierke, A. Ziegenbein, A. Nortmann. Experimental studies of plastic instabilities in solid solutions. In: E.C. Aifantis, A.N. Kounadis (Hrsg.) *Proc. 6th National Congress on Mechanics, Giahoudi-Giapouli*, Thessaloniki (2001)
- L. Casarotto, R. Tutsch, R. Ritter, H. Dierke, F. Klose, H. Neuhäuser. Tracking the propagation of deformation bands by means of an optical scanning extensometer. *Proc. XVII. IMEKO World Congress, Dubrovnik, Croatia: 1930* (2003)
- H. Neuhäuser, F.B. Klose, F. Hagemann, J. Weidenmüller, H. Dierke, P. Hähner. On the PLC effect in strain-rate and stress-rate controlled tests – studies by laser scanning extensometry. *Proc. ISPMA 9, Prag, Tschechische Republik (2003)*, *J. Alloys Comp.* **378** (1-2): 13 (2004)
- L. Casarotto, R. Tutsch, H. Dierke, H. Neuhäuser, Y. Berthaud. Application of a fast scanning optical extensometer for tensile testing. *Congrès Photomécanique, Albi (Frankreich), 2004 (étude du comportement des matériaux et des structures)*: 361 (2004)
- L. Casarotto, R. Tutsch, H. Dierke, H. Neuhäuser. Real-time detection of Portevin-Le Chatelier bands by means of a two camera system. *Proc. 12th Int. Conf. on Experimental Mechanics (ICEM 12, veröffentlicht auf CD), Bari, Italien* (2004)
- L. Casarotto, R. Tutsch, R. Ritter, H. Dierke, F. Klose and H. Neuhäuser. Investigation of PLC bands with optical techniques. *Comp. Mat. Sci.* **32** (3-4): 316 (2005)
- H. Dierke, F.B. Klose, A. Nortmann, H. Neuhäuser. On dynamic and static strain ageing in Cu-2 at.% Mn polycrystals. *Int. J. Mater. Res.* **97** (10): 1345 (2006)
- H. Dierke, F. Krawehl, S. Graff, S. Forest, J. Šachl, H. Neuhäuser. Portevin-LeChatelier effect in Al-Mg alloys: Influence of obstacles - experiments and modelling. *Comp. Mat. Sci.* **39** (1): 106 (2007)

- F. Chmelík, F.B. Klose, H. Dierke, J. Šachl, H. Neuhäuser, P. Lukáč. Investigating the Portevin-Le Chatelier effect in strain rate and stress rate controlled tests by the acoustic emission and laser extensometry techniques. *Mater. Sci. Eng. A* **462** (2007): 53
- L. Casarotto, R. Tutsch, H. Dierke, H. Neuhäuser. Experimental investigations of the dynamics of PLC bands in Al-Mg alloys. *Proc. 13th Int. Conf. on Experimental Mechanics (ICEM13, veröffentlicht auf CD), Alexandroupolis, Griechenland* (2007)
- S. Graff, H. Dierke, S. Forest, H. Neuhäuser, J.-L. Strudel. Finite element simulations of the Portevin-Le Chatelier effect in metal-matrix composites. *Phil. Mag.* (im Druck)
- L. Casarotto, H. Dierke, R. Tutsch, H. Neuhäuser. On nucleation and propagation of PLC bands in an Al-3Mg alloy. *Mater. Sci. Eng. A* (in Vorbereitung)

Vorträge

- DPG Frühjahrstagung, 2001, Hamburg
- DPG Frühjahrstagung, 2002, Regensburg (Koautor)
- DPG Frühjahrstagung, 2004, Regensburg
- Seminarvortrag CoCaS Arbeitsgruppenmeeting, 2004, Évry
- DEFINO Midterm Review, 2004, Kaiserslautern
- DPG Frühjahrstagung, 2005, Berlin
- International Workshop on Computational Mechanics and Materials, 2005, Düsseldorf
- DEFINO Annual Meeting, 2005, Budapest
- Seminarvortrag Karlsuniversität, 2006, Prag

Dank

Diese Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter im Institut für Metallphysik und Nukleare Festkörperphysik (IMNF), seit Anfang 2005 Institut für Physik der Kondensierten Materie (IPKM) der TU Braunschweig. An dieser Stelle möchte ich diejenigen nennen, die auf vielfältige Weise zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Großer Dank gilt meinem Doktorvater Prof. Dr. Hartmut Neuhäuser, der mir die Möglichkeit zu dieser Arbeit gab. Für seine stete Diskussionsbereitschaft, auch in seinem Ruhestand. Für seine Freundlichkeit und viele hilfreiche Ratschläge, mit denen er diese Arbeit gefördert hat. Und nicht zuletzt für seine Hartnäckigkeit, die unter anderem nach elfjähriger Beantragung zur Bewilligung und Anschaffung des in dieser Arbeit verwendeten Elektronenmikroskops führte.

Des weiteren gilt mein Dank auch Prof. Dr. Samuel Forest am Centre des Matériaux der École des Mines de Paris, an der bereits die Namensgeber des in dieser Arbeit behandelten Effekts wirkten. Zum einen dafür, daß er mir ermöglicht hat, im Rahmen des DEFINO-Netzwerks der EU-Kommission dort einige Zeit zu verbringen und einen Einblick in die Modellierung zu bekommen, zum anderen für die stets hilfsbereite Betreuung, auch als ich meine Fragen wieder von Braunschweig aus stellte.

An dieser Stelle ist auch Stéphanie Graff zu nennen, die mir darüber hinaus viel mit der mir fremden Materie der Simulationen half. Außerdem Françoise di Rienzo, die mir einige Male die Feinheiten der Netzgenerierung erklärte und Prof. André Pineau, dessen „*Don't forget the 2 Euro!*“ mir wohl noch lange in Erinnerung bleiben wird. Danken möchte ich außerdem allen Doktoranden und Mitarbeitern des Centre des Matériaux, die mir den Aufenthalt so erinnenswert gemacht haben.

Den ehemaligen Mitgliedern der schwindenden AG Neuhäuser, Dr. Alexander Strahl, Dr. Frank Klose, Dr. Andreas Brinck, Dr. Peter Hähner sowie Verena Grützun, Felix Hagemann, „meinem“ Diplomanden Fabian Krawehl und allen nicht namentlich erwähnten Kollegen danke ich für die angenehme Arbeitsumgebung, den Mitgliedern der AGs Litterst und Süllo sei für die freundliche Aufnahme gedankt, als sich die AG Neuhäuser zur Ich-AG entwickelt hatte.

Manuela Bosse im Sekretariat des IMNF/IPKM war willkommener Anlaufpunkt für die ein oder andere Kaffeepause und eine große Hilfe im Kampf mit den Tücken der Bürokratie.

Den Mitgliedern der Werkstatt des IMNF/IPKM unter der Leitung von Arno Ellermann möchte ich für ihre vielfältige und unkomplizierte Hilfe danken. Besonders Bernd Rienäcker-Dickmann und Wolfgang Röhm waren eine große Hilfe, wenn „mal eben schnell“ Änderungen an meinen Anlagen erforderlich waren und weit darüber hinaus. Günter Wesemann, Brigitte Brust und Gudrun Zeising (IMNF/IPKM) sowie Winfried Striepe (Institut für Werkstoffe, TU BS) danke ich ihre Hilfe bei der Präparation meiner Proben.

Jindrich Šachl (Karlsuniversität, Prag) möchte ich für seine Unterstützung bei der Umgestaltung des Meßprogramms danken. Ohne ihn wären viele Verbesserungen nicht denkbar gewesen.

Leobaldo Casarotto und Sebastian Strube (Institut für Produktionsmeßtechnik, TU BS) sei für viele interessante Erkenntnisse und lustige Stunden bei unseren Messungen gedankt.

Christa Grusewski, Fabian Schmitz und Dr. Debashis Mukherji (Institut für Werkstoffe, TU BS) waren eine große Hilfe auf dem Gebiet der Elektronenmikroskopie, sei es durch deren umfangreiche Kenntnisse oder die Möglichkeit, auch kurzfristig deren Geräte nutzen zu dürfen.

„Meinen“ Service-Ingenieuren der Firma LEO, Gerhard Brümmer und Dirk Loose danke ich für ihre leider oft erforderliche Hilfeleistung am TEM. Für die Förderung meiner Arbeit durch die DFG im Rahmen der Forschergruppe 258/2 bin ich ebenfalls dankbar.

Den Korrekturlesern dieser Arbeit, Dr. Gerald Günzel und meinem Vater Rudolf Dierke, danke ich für ihre Mühen, Rechtschreib- und andere Fehler auf den vorliegenden Restbestand zu reduzieren.

Meinen Eltern sei darüber hinaus für ihre vielfältige Unterstützung gedankt, die mir das Studium und damit letztlich auch den Abschluß dieser Arbeit ermöglichte. Bei meiner Schwester bedanke ich mich für die Aufmunterungen und kleinen Hilfen nebenbei.

Meinen Freunden, sowohl denen in Braunschweig als auch jenen, die inzwischen weit in Deutschland verteilt sind, danke ich für die abwechslungsreiche Zeit auch außerhalb von Studium und Doktorarbeit.

Besonderer Dank gilt jedoch meiner Freundin Anja für ihre Hilfen in all den Jahren und vor allem für ihre Geduld in der Endphase dieser Arbeit.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Grundlagen	5
2.1	PLC-Effekt	5
2.2	Modelle	8
2.2.1	Dynamische Reckalterung	8
2.2.2	Dehnratenempfindlichkeit	10
2.2.3	Modell von <i>McCormick</i>	11
2.2.4	Modell von <i>Hähner</i>	13
2.3	Ausscheidungen	20
2.3.1	Grundlagen	20
2.3.2	Ausscheidungen in Al-Mg-Legierungen	24
3	Material und Versuchsaufbau	27
3.1	Das Material	27
3.1.1	Vorbereitung der Proben	30
3.2	Versuchsaufbau	32
3.2.1	Der Meßstand	32
3.2.2	Art der Messungen	35
3.3	Optisches Extensometer	37
3.4	Elektronenmikroskopie	39
3.4.1	Präparation	42
4	Ergebnisse	45
4.1	AlMg3 (AA5754)	45
4.1.1	Matrix	45
4.1.2	Verbundwerkstoff AA5754+Al ₂ O ₃	65
4.2	AlMg1SiCu (AA6061)	78
4.2.1	Matrix	78
4.2.2	Verbundwerkstoff AA6061+Al ₂ O ₃	90

5	Modellierung	101
5.1	Grundlagen	101
5.2	Parameteranpassung	103
5.3	Anwendung auf den Verbundwerkstoff	108
5.3.1	Periodische Anordnung	108
5.3.2	Zufällige Anordnung	112
6	Vergleichende Diskussion und Zusammenfassung	117
6.1	Mikrostruktur	117
6.2	Verformungskurven	118
6.3	Folgerungen zur Unterdrückung des PLC-Effekts und Ausblick	123
	Literaturverzeichnis	127

1 Einleitung

Die Materialwissenschaft behandelt den Zusammenhang von Mikrostruktur und den Eigenschaften aller Werkstoffgruppen. Insbesondere das Verhalten der Metalle wird bereits seit langer Zeit ausgiebig untersucht, da bei diesen die hohe Festigkeit bei guter Verformbarkeit der Materialien eine enorme Bandbreite von Anwendungen ergibt.

Bei Metallen erfolgt die Verformung durch die Erzeugung und Bewegung eindimensionaler Defekte im Kristallgitter, den sogenannten Versetzungen. Diese Bewegung ist im mikroskopischen Maßstab stark diskontinuierlich, da die Versetzungen durch andere Defekte wie z. B. Korngrenzen oder immobile Versetzungen aufgehalten werden und erst nach Überwindung dieser Hindernisse mit hoher Geschwindigkeit (nahe der Schallgeschwindigkeit im Material) zum nächsten Hindernis „fliegen“. Makroskopisch jedoch erscheint die Verformung trotz der lokalisierten Bewegung einzelner Versetzungen durch deren riesige Anzahl und die stochastische Verteilung der Dehnungsereignisse meistens gleichmäßig, man spricht daher von „plastischem Fließen“.

Zur Steigerung der Festigkeit wird den reinen Metallen Fremdmaterial (meist ein oder mehrere weitere Metalle) zugefügt, welches ebenfalls als Behinderung der Versetzungsbewegung fungiert. Bei genügend hoher Temperatur diffundieren die Fremdatome zu den an den Hindernissen auf Aktivierung wartenden Versetzungen und verankern diese zusätzlich (Reckalterung), so daß zur weiteren Verformung eine höhere äußere Spannung erforderlich ist.

Dies kann in bestimmten Intervallen von Temperatur und Verformungsrate zu einem unerwünschten Effekt führen: Die makroskopisch homogene Verformung geht durch kollektives Verhalten der Versetzungen und damit der Ausbildung von Versetzungslawinen über in eine räumlich inhomogene und zeitlich instabile Verformung. Dies resultiert in ungleichmäßig verfestigten Proben und rauen Oberflächen.

Der Effekt wurde experimentell bereits etwa Mitte des 19. Jahrhunderts von *F. Savart* [136] und *A.P. Masson* [100] beobachtet. Nach Arbeiten von *A. LeChatelier* [94] untersuchten in den 20er Jahren des 20. Jahrhunderts *A. Portevin* und *F. LeChatelier* diesen Effekt systematisch [124], so daß er nach jenen Portevin-LeChatelier-Effekt (PLC-Effekt) genannt wird.

Speziell bei Aluminium-Legierungen ist der PLC-Effekt von großer Bedeutung. Diese Legierungen werden häufig als Ersatz für Stahl verwendet, da sie bei geringem Gewicht eine hohe Festigkeit aufweisen, wenn sie durch geeignete Ausscheidungen einer zweiten Phase gehärtet werden. Allerdings tritt bei Aluminium-Legierungen der PLC-Effekt bei Raumtemperatur in einem weiten Spektrum von Dehnraten auf, was die Anwendung solcher Legierungen in der Praxis erschwert (raue Oberflächen, ungleichmäßige Verfestigung). Ziel der Untersuchungen zum PLC-Effekt ist es daher einerseits, Bereiche von Dehnraten und Temperatur zu definieren, in denen der Effekt auftritt, um diese dann auf Anwenderseite gezielt vermeiden zu können. Auf der anderen Seite dienen diese Untersuchungen allgemein dem Verständnis plastischer Verformung, um gegebenenfalls Wege zur Unterdrückung des PLC-Effekts zu finden.

In dieser Arbeit soll untersucht werden, ob der PLC-Effekt in Legierungen mit deutlichem Auftreten von Spannungsfluktuationen bereits bei Raumtemperatur durch das Einbringen von Keramikpartikeln als nicht schneidbare Hindernisse verhindert oder zumindest verringert werden kann.

Die Grundidee ist nicht neu, das Einbringen von Hindernissen kann zum Beispiel auch durch gezieltes Erzeugen von Ausscheidungen durch thermische Behandlung erfolgen. Ähnliche Beispiele außerhalb der Materialwissenschaft sind künstlich angelegte Wälder als natürlicher Schutz vor Lawinen (einem der kollektiven Versetzungsbewegung sehr ähnlichen Phänomen), die im Gebirge einerseits die Bildung von Schneebrettern durch Schneeverwehungen verhindern, zum anderen aber auch die Wucht eines Lawinenabganges bremsen sollen.

Wichtig ist hierbei, daß die Hindernisse die Lawinen effektiv aufhalten können. So müssen die Bäume zunächst durch weitergehende Maßnahmen geschützt werden, bis sie hinreichend groß sind, um der Wucht einer solchen Lawine widerstehen zu können. Ebenso müssen die Versetzungshindernisse eine bestimmte Stärke aufweisen, da das Durchschneiden einer Ausscheidung die Überwindung des Hindernisses für nachfolgende Versetzungen auf derselben Gleitebene erleichtert (vergleichbar mit einer Schneise im Wald).

In dieser Arbeit werden Legierungen AA5754 (AlMg3) und AA6061 (AlMg1SiCu) verwendet. Erstere weist eine schwache Tendenz zur Bildung von Ausscheidungen auf und dient daher zur Untersuchung der Auswirkung der Al_2O_3 -Partikel allein. Anhand der Legierung AA6061 wird wegen deren Aushärtbarkeit durch Ausscheidungsbildung die kombinierte Wirkung von Ausscheidungen und Al_2O_3 -Partikeln untersucht.

In Kapitel 2 wird zunächst der PLC-Effekt vorgestellt, gefolgt von einem Überblick über die in dieser Arbeit verwendeten Modelle. Kapitel 3 behandelt die experimentellen Grundlagen dieser Arbeit sowie weitere Meßverfahren zur Untersuchung lokalisierter Verformung, insbesondere dabei das von *L. Casarotto* am Institut für Produktionsmeßtechnik (IPROM, TU BS) entwickelte und

bei Messungen am Institut für Physik der Kondensierten Materie (IPKM, TU BS) angewandte optische Extensometer zur direkten Beobachtung der PLC-Bandfronten während der plastischen Verformung.

In Kapitel 4 werden dann eigene Meßergebnisse vorgestellt und für eine möglichst übersichtliche Darstellung bereits in den einzelnen Unterkapiteln diskutiert. Die in Zusammenarbeit mit *S. Forest* und *S. Graff* am Centre des Matériaux der École des Mines de Paris durchgeführte Modellierung des Werkstoffverhaltens wird in Kapitel 5 behandelt. Die Arbeit wird in Kapitel 6 mit einer vergleichenden Diskussion unter Berücksichtigung aller vorgestellten Ergebnisse abgeschlossen.

2 Grundlagen

Dieses Kapitel dient zunächst zur Einführung des Portevin-LeChatelier-Effekts (PLC). Im ersten Abschnitt wird ein Überblick über die Phänomenologie des PLC-Effekts gegeben. Dabei werden jedoch die Grundlagen plastischer Verformung nur kurz behandelt, zur weiterführenden Lektüre sei an dieser Stelle auf ausführliche Beschreibungen in der Literatur verwiesen (z. B. [48, 58, 75, 79]).

Im zweiten Teil wird dann auf einige Modelle zum PLC-Effekt sowie deren Grundlagen eingegangen. Hauptsächlich werden hier die Modelle zum PLC-Effekt von *McCormick* und *Hähner* behandelt, da diese zur Modellierung des Materialverhaltens bzw. zur Diskussion der Ergebnisse verwendet werden.

Während die zunächst untersuchte Legierung AA5754 zu den durch Temperaturbehandlung nicht aushärtbaren Aluminium-Legierungen der 5000er-Serie zählt, treten bei der später betrachteten Legierung AA6061 Ausscheidungen bereits bei Raumtemperatur oder nach kurzer Temperaturbehandlung auf. Im dritten Abschnitt dieses Kapitels wird daher kurz auf die thermodynamischen Grundlagen von Legierungen eingegangen, insbesondere auf die Bildung von Ausscheidungen. Für weitergehende Lektüre sei auch hier entsprechende Literatur (z. B. [51, 58, 77, 78]) empfohlen.

2.1 PLC-Effekt

Als PLC-Effekt bezeichnet man Instabilitäten bei plastischer Verformung von metallischen Legierungen. Hierbei tritt durch kollektives Verhalten vieler Versetzungen eine zeitliche und örtliche Lokalisierung der Dehnung auf, die in Form von plastischen Ausbrüchen während der Verformung auch makroskopisch beobachtet werden kann. Bei Verformung mit konstanter aufgeprägter Dehnrates $\dot{\epsilon}$ (meist verwirklicht durch die konstante Querhauptgeschwindigkeit einer harten Zugmaschine) fällt die Last bei Eintreten lokalisierter Dehnung plötzlich ab, da die lokale Dehnrates in der Probe die von der Maschine aufgeprägte

Dehnrates übersteigt. Diese Lasteinbrüche sind deutlich in den Spannungs-Dehnungs-Kurven zu erkennen (s. z. B. Abb. 2.1, mittlere Reihe). Im Fall der Spannungskontrolle (dabei wird die anliegende Last mit vorgegebener Rate kontinuierlich erhöht) werden diese Lasteinbrüche (bei hinreichend schneller Lastregelung) unterbunden, hier äußert sich der PLC-Effekt in der Spannungs-Dehnungs-Kurve durch plötzliche Anstiege der Dehnung, unterbrochen durch Bereiche rein elastischer Verformung.

Der PLC-Effekt zeichnet sich neben diesen zeitlichen Diskontinuitäten zusätzlich durch eine räumliche Inhomogenität der Verformung aus: Die plastische Dehnung ist vollständig in einem kleinen Bereich der Probe konzentriert, dem sogenannten PLC-Band. Die entsprechende lokale Verfestigung bewirkt in der Praxis einerseits eine Verminderung der Bruchdehnung. Zum anderen ist sie Ursache für eine raue Oberflächenbeschaffenheit des Materials, die neben dem nachteiligen „kosmetischen“ Effekt aufgrund von Kerbspannungen zu frühem Versagen des Materials führen kann.

Neben der Erscheinungsform des PLC-Effekts in den Spannungs-Dehnungs-Kurven ist vor allem das Verhalten dieser PLC-Bänder für eine Klassifizierung des PLC-Effekts von Bedeutung. Die unterschiedlichen Typen werden anhand von Abb. 2.1 dargestellt. Die obere Reihe zeigt eine grafische Darstellung des Verhaltens der PLC-Bänder auf einer Flachprobe, in der Mitte sind Ausschnitte typischer Spannungs-Dehnungs-Kurven abgebildet (nach [25]). Die untere Reihe zeigt Korrelationsdiagramme (aus [152]), in denen die Position eines Dehnungsereignisses auf der Probe gegen die Zeit aufgetragen ist.

Typ A

Dieser PLC-Typ tritt meist bei hohen Dehnraten auf. In der Spannungs-Dehnungs-Kurve erscheint er durch ausgeprägte Lastspitzen bei Initiierung eines PLC-Bandes in der Nähe einer Fassung der Probe, im allgemeinen gefolgt durch leichte Spannungsfluktuationen während der Propagation des Bandes über die Probe.

Lokale Untersuchungen der Dehnung zeigen, daß sich das PLC-Band nach der Initiierung kontinuierlich über die Länge der Probe bewegt (Abb. 2.1(a)).

Typ B

Bänder des Typs B sind gekennzeichnet durch einzelne Dehnungsereignisse, die räumlich und zeitlich regelmäßig auftreten. Da die PLC-Bänder jeweils neben dem vorhergehenden Band erscheinen, ergibt sich eine Art Bewegung eines einzelnen „Bandes“ über die Probe, dessen mittlere Geschwindigkeit jedoch geringer ist als bei Typ-A-Bändern.

Beim PLC-Effekt dieses Typs ist jedes Dehnungsereignis durch einen Lastabfall

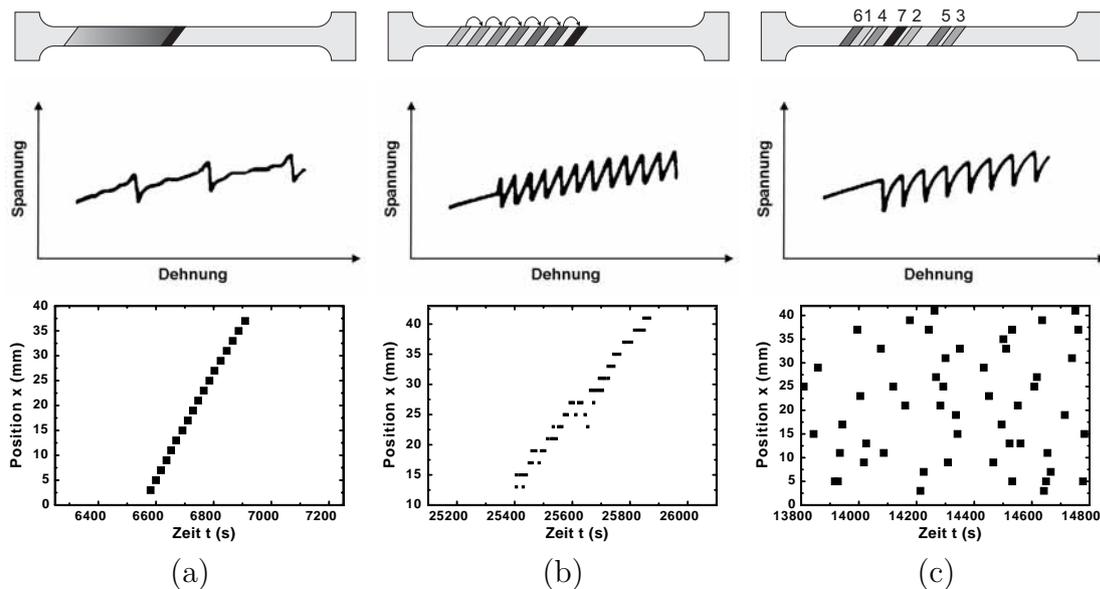


Abbildung 2.1: Verhalten von PLC-Bändern. Oben: Bandbewegung, Mitte: typische Spannungs-Dehnungs-Kurven [25], unten: Position-Zeit-Korrelationsdiagramme (aus [152]). (a) Typ A: kontinuierliche Bewegung, (b) Typ B: unterbrochene Bewegung, (c) Typ C: stochastisches Auftreten (die Zahlen 1–7 an der Zugprobe verdeutlichen hier die zeitliche Reihenfolge).

in der Spannungs-Dehnungs-Kurve zu erkennen, gefolgt von einem nahezu elastischen Anstieg bis zum nächsten Dehnungsereignis. Die Kurve weist dadurch einen typischen, sägezahnförmigen Verlauf auf (Abb. 2.1(b)). Oft sind in den Spannungs-Dehnungs-Kurven in regelmäßigen Abständen größere Lasteinbrüche bzw. stufenartige Spannungsanstiege zu erkennen. Diese werden durch eine Reflektion bzw. Initiierung eines PLC-Bandes am Probenende verursacht.

Typ C

Auch Bänder des Typs C sind einzelne Dehnungsereignisse, die aber im Gegensatz zum Typ B nicht räumlich korreliert, sondern stochastisch über die Probenlänge verteilt auftreten. Die Spannungs-Dehnungs-Kurve weist einen ähnlichen Verlauf wie diejenige beim Typ B auf, so daß eine Unterscheidung anhand des Lastverlaufs allein schwierig ist (Abb. 2.1(c)), charakteristisch für den Typ C sind jedoch Lasteinbrüche unterhalb des erreichten Spannungsniveaus.

Eine sichere Klassifizierung der Dehnungsereignisse kann jedoch nur durch geeignete Messung der Position lokalisierter Dehnung (z. B. akustische Emission (z. B. [32, 33]), Laserextensometrie (z. B. [83, 152]) oder optische Extensometrie (z. B. [27, 139])) durchgeführt werden.

2.2 Modelle

Beginnend Mitte des vergangenen Jahrhunderts wurden einige Modelle zur Erklärung des PLC-Effekts vorgeschlagen (z. B. [37, 69, 70, 91, 92, 105, 116]). Die meisten dieser Modelle nutzen zum einen die dynamische Reckalterung, zum anderen die Dehnratenempfindlichkeit als notwendige Voraussetzung der instabilen Verformung. Beide Begriffe sollen zunächst kurz erläutert werden.

2.2.1 Dynamische Reckalterung

Die plastische Verformung eines kristallinen Werkstoffs erfolgt durch Erzeugung und Bewegung linienhafter Defekte im Kristallgitter, den Versetzungen. Um die Versetzungen herum ist das Kristallgitter stark verzerrt, so daß sich im gestörten Bereich ein Spannungsfeld ausbildet. Durch Wechselwirkung mit den Spannungsfeldern anderer Kristalldefekte, wie zum Beispiel Korngrenzen oder auch immobile Versetzungen (sog. Waldversetzungen), werden die Versetzungen in ihrer Bewegung aufgehalten. Durch Aktivierung mit Hilfe von thermischen Fluktuationen und einer äußeren Spannung wird das Hindernis überwunden und die Versetzungen bewegen sich mit hoher Geschwindigkeit durch das Kristallgitter des Materials, bis sie wieder von einem Hindernis gestoppt werden. Durch die Vielzahl von solchen Einzelereignissen, die zu einer meßbaren Dehnung führen, ist jedoch die Verformung im allgemeinen makroskopisch homogen und kontinuierlich.

Als thermisch aktivierter Prozeß läßt sich die plastische Dehnrates allgemein mit einem *Arrhenius*-Ansatz

$$\dot{\varepsilon} = \Omega \nu \exp\left(-\frac{G_0 + \Delta G - V_a \sigma_{\text{eff}}}{kT}\right) \quad (2.1)$$

beschreiben. Dabei ist ν die Anlauffrequenz der Versetzungen gegen das Hindernis, k die Boltzmann-Konstante, T die Temperatur und Ω die Elementardehnung, die erreicht wird, wenn alle Versetzungen thermisch aktiviert ihr Hindernis überwunden haben. Die zur Überwindung des Hindernisses erforderliche Aktivierungsenthalpie $G = G_0 + \Delta G - V_a \sigma_{\text{eff}}$ setzt sich zusammen aus dem statischen Hindernispotential G_0 und Beiträgen, welche die Reduzierung durch die äußere (effektive) Spannung $V_a \sigma_{\text{eff}}$ und bei Legierungen den Anteil der Reckalterung ΔG berücksichtigen. Das Aktivierungsvolumen V_a ist der erste Koeffizient der Reihenentwicklung der Enthalpie G nach der effektiven Spannung σ_{eff} . Diese ist die von außen aufgeprägte Spannung σ_{ext} , vermindert um einen Anteil innerer, weitreichender Rückspannungen σ_{int} (durch Spannungsfelder anderer Versetzungen, Korngrenzen usw.).

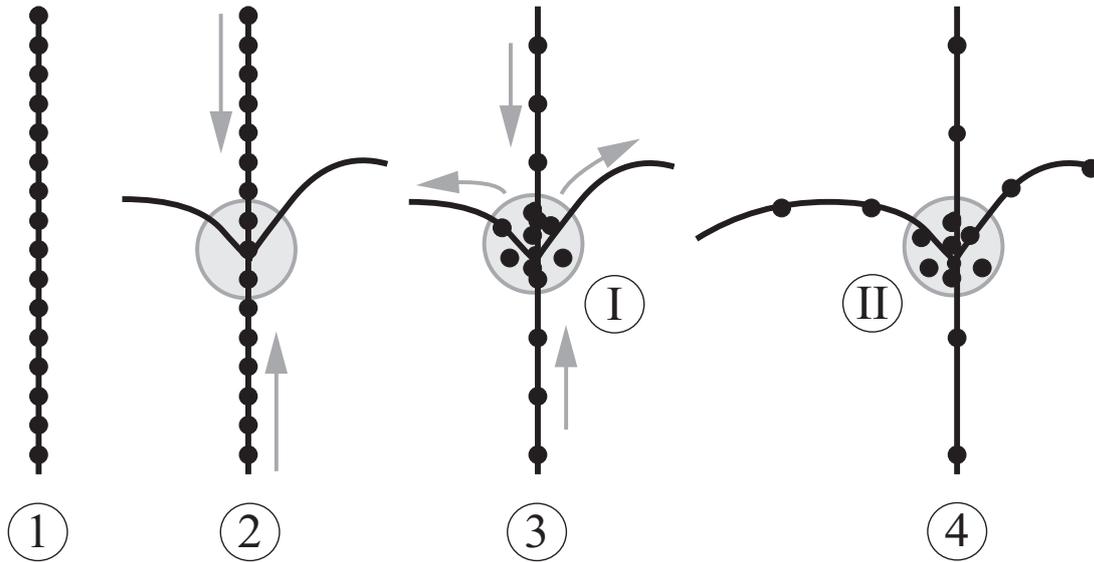


Abbildung 2.2: Skizze zur dynamischen Reckalterung: Fremdatome diffundieren entlang der Versetzungslinien immobilier Waldversetzungen (①) zu den Schnittpunkten mit mobilen Versetzungen (②) und verankern diese (③, „intersection strengthening“ (I)). Bei längeren Wartezeiten diffundieren die Fremdatome weiter entlang der Versetzungslinien der mobilen Versetzungen (④, „line strengthening“ (II)).

Bei Legierungen diffundieren Fremdatome im Verzerrungsfeld der Versetzungen in der Wartezeit am Hindernis t_w zu den Schnittpunkten von mobilen und Waldversetzungen und bei hinreichend langer Wartezeit entlang der mobilen Versetzungen und verankern diese zusätzlich (vgl. Abb. 2.2). Dies äußert sich durch einen zusätzlichen Beitrag zur Aktivierungsenthalpie ΔG in Form einer zeitabhängigen Erhöhung des statischen Hindernispotentials G_0 [98] um

$$\Delta G = \Delta G_\infty (1 - \exp[-(\eta t_w)^n]). \quad (2.2)$$

Hier ist ΔG_∞ der Sättigungswert der Zusatzenthalpie im Fall vollständig gealterter Versetzungen und η die Diffusionsrate der Fremdatome. Der Alterungsexponent n ist vom vorherrschenden Diffusionsprozeß abhängig, für die bei AlMg-Legierungen vorliegende Diffusion entlang der Versetzungslinien („pipe diffusion“) beträgt er $n = 1/3$ [111, 143].¹ Die mittlere Wartezeit t_w ist (unter der Annahme kleiner Flugzeiten der Versetzungen gegenüber der Wartezeit) näherungsweise gegeben durch

$$t_w = \frac{\Omega}{\dot{\epsilon}}. \quad (2.3)$$

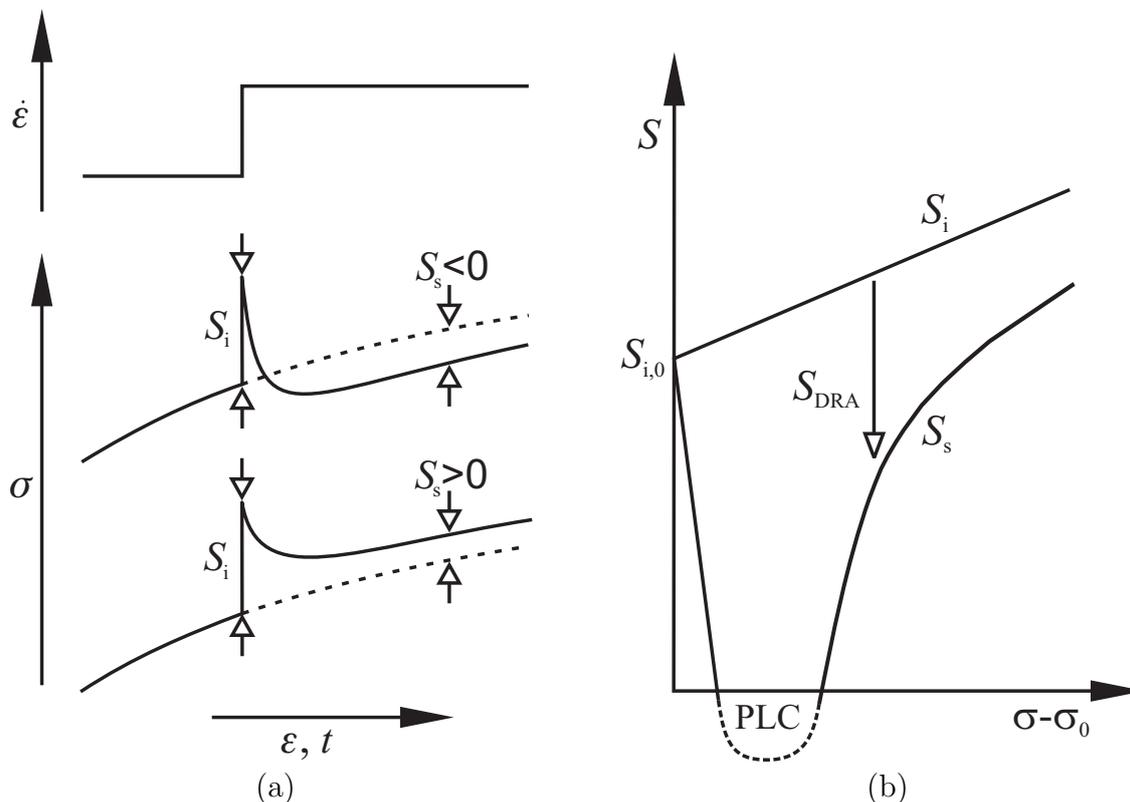


Abbildung 2.3: Dehnratenempfindlichkeit: (a) Illustration zur Unterscheidung der instantanen (S_i) und stationären Dehnratenempfindlichkeit S_s (b) Schematischer Verlauf von S_i und S_s als Funktion der reduzierten Spannung ($\sigma - \sigma_0$). Der Einfluß der Reckalterung ist so groß, daß S_s negativ wird und Instabilitäten auftreten.

2.2.2 Dehnratenempfindlichkeit

Bei reinen Metallen zeigen Experimente mit Dehnratenwechseln gemäß Glg. 2.1 eine „gleichgerichtete“ Reaktion der Fließspannung auf einen Wechsel der Dehnratenempfindlichkeit, eine Erhöhung der geforderten Dehnratenempfindlichkeit bewirkt also eine Erhöhung der Fließspannung σ . Die Wartezeit nimmt ab (vgl. Glg. 2.3) und damit die Wahrscheinlichkeit der thermischen Aktivierung. Um die vorgegebene Dehnratenempfindlichkeit zu erfüllen, muß die Aktivierung häufiger stattfinden, was (bei konstanter Temperatur) nur durch eine erhöhte Fließspannung geleistet werden kann. Dieser Zusammenhang wird meist durch die Dehnratenempfindlichkeit

$$S = \frac{d\sigma}{d \ln \dot{\epsilon}} \quad (2.4)$$

ausgedrückt, welche im Fall reiner Metalle stets positiv ist.

Bei Legierungen, also unter Einwirkung dynamischer Reckalterung, muß jedoch zwischen der oben beschriebenen *instantanen* (S_i) und der *stationären* Dehnratenempfindlichkeit S_s unterschieden werden (s. Abb. 2.3(a)). S_i beschreibt

¹ Bei Volumendiffusion („bulk diffusion“) ist dieser Exponent $n = 2/3$.

die unmittelbar einer Änderung der Dehnrates $\dot{\epsilon}$ folgende Reaktion, also ohne Veränderung der Aktivierungsenthalpie, und ist analog zu Glg. 2.4 definiert als

$$S_i = \left. \frac{\partial \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right|_{\epsilon, G}. \quad (2.5)$$

Das von einer Versetzung zu überwindende Hindernispotential G_0 wird durch dynamische Reckalterung um den Betrag ΔG erhöht. Durch Verringerung der Wartezeit t_w bei erhöhter Dehnrates wird aber auch die Effektivität der Alterung vermindert (vgl. Glg. 2.2), so daß geringere Spannungen erforderlich sind, um die Versetzungen von ihren Hindernissen loszureißen (Dehnratesentfestigung). Die neuen Wartezeiten stellen sich dabei nicht instantan mit dem Dehnrateswechsel ein, sondern gemäß Glgn. 2.1-2.3 erst allmählich etwa nach einmaliger Aktivierung aller mobilen Versetzungen, so daß sich infolge der allmählichen Änderung der Aktivierungsenthalpie (nach *Hähner* [69], bei *McCormick* [103] durch die Relaxation der Wartezeiten berücksichtigt, siehe folgenden Abschnitt) als Definition für die stationäre (asymptotische) Dehnratesempfindlichkeit S_s

$$S_s = \left(\frac{\partial \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right)_{\epsilon} = S_i + \left(\frac{\partial \sigma}{\partial \Delta G} \right)_{\epsilon, \dot{\epsilon}} \frac{d\Delta G}{d \ln \dot{\epsilon}} \quad (2.6)$$

mit der stets positiven instantanen Dehnratesempfindlichkeit S_i ergibt.

Bei dynamischer Reckalterung ist der zweite Term wegen der Abnahme von ΔG bei zunehmender Dehnrates $\dot{\epsilon}$ bzw. abnehmender Wartezeit t_w negativ, so daß die instantane Dehnratesempfindlichkeit bei bestimmten Verformungsbedingungen (Dehnrates, Temperatur) ausgeglichen oder sogar überkompensiert werden kann (wie in Abb. 2.3(b) in Abhängigkeit von der reduzierten Fließspannung $\sigma - \sigma_0$ für eine feste Dehnrates gezeigt). Dies galt lange als hinreichende Bedingung für das Einsetzen des PLC-Effekts. Neuere Modelle ([105, 149]) verschärfen diese Bedingung jedoch dahingehend, daß S_s einen kritischen Wert $S_{\text{krit}} < 0$ unterschreiten muß.

2.2.3 Modell von *McCormick*

Mithilfe der dynamischen Reckalterung erklärte *Cottrell* [37] den PLC-Effekt zuerst mit einem wiederholten Losreißen der Versetzungen und einem Wiedereinfangen durch eine Fremdatomwolke („*Cottrell cloud*“). Voraussetzungen hierfür sind allerdings die viskose Bewegung der Versetzungen und eine Diffusionsgeschwindigkeit in der Größenordnung der Versetzungsgeschwindigkeit. Beides ist lediglich für hohe Temperaturen erfüllt, bei denen experimentell aber kein PLC-Effekt mehr nachgewiesen werden kann.

Sleeswyk [141] verwarf die Vorstellung einer kontinuierlichen Versetzungsbewegung und ging bei seinen Überlegungen von mobilen Versetzungen aus, die an Hindernissen (z. B. Waldversetzungen) auf thermische Aktivierung warten. In dieser Zeit wird durch Diffusion der Fremdatome zu den Versetzungen die Aktivierungsenthalpie erhöht (vgl. Abschnitt 2.2.1).

Diese Vorstellung griff *McCormick* in seinem Modell [103] auf, die Grundlage ist daher auch hier der *Arrhenius*-Ansatz aus Glg. 2.1. Im stationären Zustand, also bei konstanter Dehnrates, ist die Alterungszeit t_a konstant ($\dot{t}_a = 0$) und stimmt mit der Wartezeit überein ($t_a = t_w$). Bei einem Dehnrateswechsel jedoch ändert sich die mittlere Wartezeit der Versetzungen sofort, da sie über die *Orowan*-Gleichung (Glg. 2.3) direkt mit der aufgeprägten Dehnrates zusammenhängt. Die Alterungszeit stellt sich jedoch ungefähr nach einmaliger Aktivierung aller Versetzungen ein, so daß nach dem Lastwechsel zunächst $t_a \neq t_w$ gilt. Dieses Transientenverhalten nach einem Dehnrateswechsel wird von *McCormick* durch die Relaxationsgleichung

$$\dot{t}_a = - \left(\frac{t_a - t_w}{\tau} \right) \quad (2.7)$$

modelliert, wobei die hier eingeführte Relaxationszeit τ ungefähr gleich der mittleren Wartezeit t_w ist. Für die Dehnratesempfindlichkeit nach einem Dehnrateswechsel folgt daraus ein entsprechendes Zeitverhalten (\hat{t} ist dabei die Zeit nach dem Wechsel) mit

$$S(\hat{t}) = \left. \frac{d\sigma}{d \ln \dot{\epsilon}} \right|_{\epsilon} = S_i + (S_s - S_i) \left(1 - \exp \left[-\frac{\hat{t}}{\tau} \right] \right). \quad (2.8)$$

Auf einen Dehnrateswechsel folgt ein Anstieg der Dehnratesempfindlichkeit S auf den Wert S_i . Diesem folgt der Übergang zur stationären Dehnratesempfindlichkeit S_s (entfestigend im Fall einer Steigerung der Dehnrates, verfestigend bei Absenkung). Während dieses Übergangs verfestigt das Material durch plastische Verformung weiter. Daraus folgt das erweiterte Stabilitätskriterium dieses Modells: Das System wird nur dann instabil, wenn die Entfestigung die zusätzliche Verfestigung des Materials kompensiert. Damit ist die negative Dehnratesempfindlichkeit ($S < 0$) lediglich notwendiges, jedoch nicht hinreichendes Kriterium für die Instabilität.

Dieses Ergebnis ist eine der Stärken des Modells von *McCormick*, weiter gelingt es hier, einen Zusammenhang zwischen der Dehnrates $\dot{\epsilon}$ und der kritischen Dehnung ϵ_c für den Beginn des PLC-Effekts herzustellen.

Im *McCormick*-Modell können allerdings keine Aussagen über die Bandausbreitung gemacht werden. Mängel liegen außerdem in der Einbeziehung der

dynamischen Rekalterung: Die Konzentration der Fremdatome und damit die Zusatzenthalpie ist als proportional zur Alterungszeit t_a angenommen, was nur für hohe Dehnraten und damit kleine Alterungszeiten erfüllt ist. Die Annahme einer mittleren Wartezeit t_w kann darüberhinaus mit dynamischer Rekalterung allein nicht erklärt werden. Hier sind weitere Betrachtungen zur Wechselwirkung der Versetzungen untereinander nötig.

2.2.4 Modell von Hähner

In den früheren Modellen wird der Alterungszustand des Materials durch eine mittlere Wartezeit t_w aller Versetzungen beschrieben. Diese Vereinfachung setzt physikalisch jedoch eine Synchronisation der Versetzungen voraus, welche in den bisher betrachteten Modellen nicht berücksichtigt wird. Damit kann die dynamische Rekalterung nicht als einzige Ursache für den PLC-Effekt angenommen werden.

Hähner greift in seinem Modell [69, 70] zwar die Vorstellung thermischer Aktivierung der mobilen Versetzungen auf, realistischer als in den bisherigen Modellen wird die mittlere Wartezeit t_w aber durch eine normierte Verteilung der Wartezeiten $f(t_w, t)$ ersetzt.

Weiter wird die Zeitentwicklung der Zusatzenthalpie aufgrund dynamischer Rekalterung beschrieben durch [149]

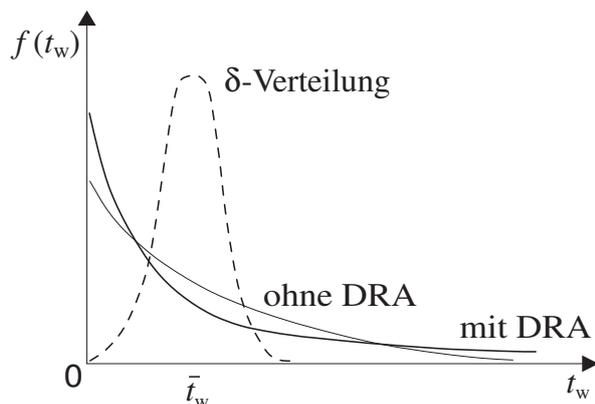
$$\frac{\partial(\Delta G)}{\partial t} = \underbrace{\eta \left(\frac{\Delta G_\infty}{\Delta G} \right)^{(1-n)/n} (\Delta G_\infty - \Delta G)}_{\text{I}} - \underbrace{\frac{\dot{\varepsilon}}{\Omega} \Delta G}_{\text{II}}. \quad (2.9)$$

Hier werden zwei konkurrierende Beiträge deutlich: Term I enthält den Anteil der zunehmenden Erhöhung der Hindernisstärke durch Alterung, Term II beschreibt den Einfluß des Losreißen der Versetzungen von ihren Fremdatomwolken. Beide Mechanismen sind mit unterschiedlichen Zeitskalen verbunden, der diffusionsbestimmten Alterungsrate η zum einen und der plastischen Dehnrates $\dot{\varepsilon} = \Omega/t_w$ zum anderen. Das Verhältnis dieser Zeitskalen bestimmt den Anteil der beiden Prozesse und geht in die Berechnung der stationären Dehnratenempfindlichkeit S_s ein (vgl. Glg. 2.24 auf Seite 18), die zum Auftreten des PLC-Effekts notwendigerweise negativ werden muß.

Mit der obengenannten Verteilungsfunktion $f(t_w, t)$ für die Wartezeiten kann Glg. 2.1 nun geschrieben werden als

$$\dot{\varepsilon} = \nu \Omega \int_0^\infty dt_w f(t_w, t) \exp \left[-\frac{G_0 + \Delta G(t_w) - V_a \langle \sigma_{\text{eff}} \rangle}{kT} \right]. \quad (2.10)$$

Abbildung 2.4: Schematische Darstellung der wechselwirkungsfreien Verteilung der Wartezeiten mit und ohne dynamische Reckalterung (DRA) im stationären Zustand. Zum Vergleich ist die im Modell von McCormick angenommene δ -artige Verteilung dargestellt (nach [149]).



Die Wartezeitenverteilung muß dabei die Bedingung $\int_0^\infty f(t_w, t) dt_w = 1$ erfüllen und ist das Produkt der Wahrscheinlichkeiten einer Versetzung, zum Zeitpunkt $t - t_w$ aktiviert worden bzw. im Intervall $(t - t_w, t]$ nicht aktiviert worden zu sein.²

Damit lautet nun die Verteilungsfunktion (da hier noch keine Versetzungswechselwirkungen eingehen, wird die Beschränkung auf die dynamische Reckalterung durch den Index „0“ gekennzeichnet)

$$f_0(t_w, t) = \frac{1}{\Omega} \dot{\epsilon}(t - t_w) \exp \left[-\nu \int_0^{t_w} \exp \left(-\frac{G(t') - V_a \langle \sigma_{\text{eff}}(t' + t - t_w) \rangle}{kT} \right) dt' \right] \quad (2.11)$$

und deren Zeitentwicklung

$$\frac{d}{dt} f_0(t_w) = \underbrace{-\frac{\partial}{\partial t_w} f_0(t_w)}_{\text{I}} \underbrace{-\nu_0 \exp \left[-\frac{G(t_w) - V \sigma_{\text{eff}}}{kT} \right] f_0(t_w) + \frac{2}{\Omega} \dot{\epsilon} \delta(t_w)}_{\text{II}}. \quad (2.12)$$

Die drei Summanden dieser Gleichungen beschreiben dabei die Umverteilung innerhalb des Wartezeitenspektrums, den alterungsbedingten Zuwachs durch Verschiebung zu höheren Wartezeiten einerseits (I), sowie die Abnahme durch Verschiebung zu $t_w = 0$ durch thermische Aktivierung andererseits (II, $\delta(t_w)$ bezeichnet hier die δ -Verteilung der Wartezeiten).

In Abb. 2.4 ist der Verlauf der Verteilungsfunktion mit und ohne Berücksichtigung der dynamischen Reckalterung schematisch dargestellt. Alle Verteilungen haben die gleiche durchschnittliche Wartezeit \bar{t}_w eines Versetzungsensembles. Ohne Einfluß der dynamischen Reckalterung ist $G(t')$ in Glg. 2.11 konstant und die Wartezeitenverteilung folgt einer Exponentialfunktion. Bei Berücksichtigung der Reckalterungseinflüsse werden die niedrigen (erleichterte Aktivierung wenig gealterter Versetzungen) und hohen Wartezeiten (erschwerte Aktivierung stark gealterter Versetzungen) auf Kosten der mittleren Wartezeiten stärker

² Hierdurch wird ein „Gedächtnis“ für die Vorgeschichte der Verformung in die Verteilungsfunktion integriert.

betont. Als Folge ergibt sich neben der wie erwartet positiven instantanen Dehnratenempfindlichkeit S_i eine stationäre Dehnratenempfindlichkeit S_s , die durch Einfluß der Reckalterung kleiner als S_i , jedoch stets positiv bleibt [69]. Die Wartezeitenverteilung geht darüber hinaus unabhängig von der Wahl der Parameter nicht in eine für kollektives Verhalten notwendige δ -Funktion über.

Für eine vollständige Beschreibung muß zusätzlich zur Reckalterung also auch die Synchronisation der Versetzungen berücksichtigt werden. *Hähner* betrachtet dazu die Spannungsfelder im Kristallgitter. Wenn die weitreichenden Spannungsfelder um eine Versetzung die räumlichen und zeitlichen Fluktuationen der internen (und damit auch der effektiven) Spannung übertreffen, korrelieren Versetzungen auf parallelen Gleitebenen miteinander. Als obere Grenze der Wechselwirkungsreichweite wird eine Korrelationslänge ξ bestimmt zu

$$\xi = \frac{\mu b}{4\pi\sqrt{S_s\langle\sigma_{\text{int}}\rangle}} \quad (2.13)$$

mit dem Schermodul μ , dem Betrag b des Burgersvektors und der (lokalen) stationären Dehnratenempfindlichkeit S_s . Aus dieser Korrelationslänge lassen sich zwei charakteristische Zeiten bestimmen:

- die Kondensationszeit t_{cond} , innerhalb der die Versetzungen eine Wechselwirkung ausbilden, die stark genug für korrelierte Bewegung ist:

$$t_{\text{cond}} = (8\pi)^2 \frac{S_s\langle\sigma_{\text{int}}\rangle\Omega}{\mu^2\dot{\epsilon}^3} \{\delta t_w^2\}^{-1} \quad (2.14)$$

- eine Korrelationszeit t_{corr} , welche mittels der Laufweite L und der Dichte der mobilen Versetzungen ρ_m die „Lebensdauer“ der kollektiven Bewegung beschreibt:

$$t_{\text{corr}} = \frac{b\rho_m L}{\dot{\epsilon}}. \quad (2.15)$$

Mit diesen beiden Zeiten stellt *Hähner* nun eine Zeitentwicklung für eine Wartezeitenverteilung $f_1(t_w, t)$ mit Berücksichtigung der Versetzungswechselwirkungen auf:

$$\frac{d}{dt}f_1(t_w, t) = \underbrace{-\frac{f_1(t_w, t) - f_0(t_w, t)}{t_{\text{corr}}}}_{\text{Zerfall}} + \underbrace{\frac{4 \int_0^{t_w} f_1(t_w + t'_w, t)f_1(t_w - t'_w, t)dt'_w - f_1(t_w, t)}{t_{\text{cond}}}}_{\text{Synchronisation}}. \quad (2.16)$$

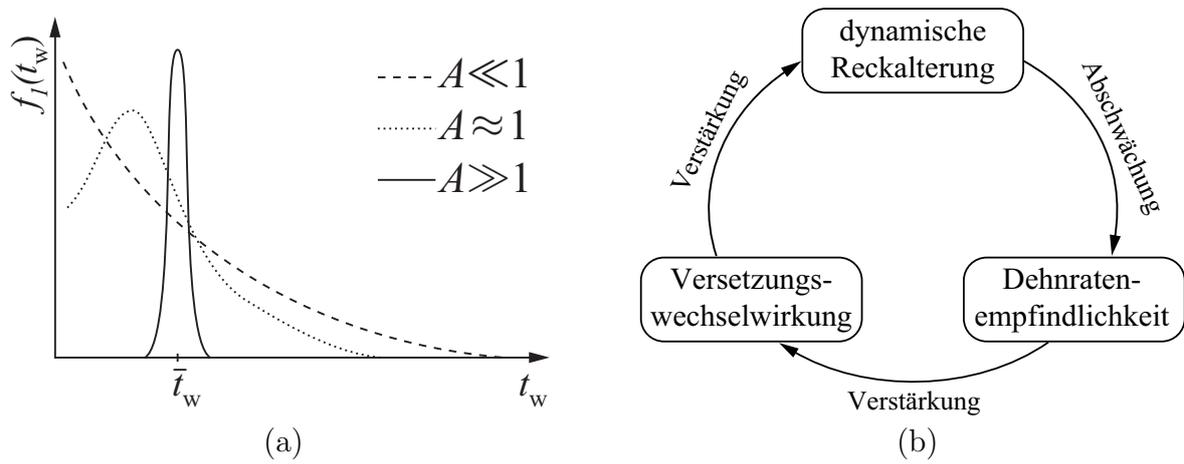


Abbildung 2.5: Schematische Darstellung der Wartezeitenverteilung für verschiedene Wechselwirkungsparameter A (a) und der selbstverstärkenden Rückkopplung zwischen dynamischer Reckalterung, Versetzungswechselwirkungen und Dehnratenempfindlichkeit (b) [70].

Der erste Term der Gleichung beschreibt hier die Zerfallsrate der Korrelation zurück zur wechselwirkungsfreien Verteilungsfunktion f_0 , der zweite Term dagegen die Kondensationsrate zweier Versetzungen mit den Wartezeiten $(t_w + t'_w)$ und $(t_w - t'_w)$ zu einer gemeinsamen Wartezeit t_w sowie den Abgang von Versetzungen mit der Wartezeit t_w durch Korrelation mit Versetzungen anderer Wartezeiten.

Für den stationären Fall kann diese Gleichung näherungsweise gelöst werden. In Abb. 2.5(a) werden die Lösungen schematisch abhängig vom Parameter A dargestellt, welcher als das Verhältnis der beiden charakteristischen Zeiten t_{cond} und t_{corr} ($A = t_{\text{corr}}/t_{\text{cond}}$) definiert ist und ein Maß für die Effizienz der Wechselwirkungen darstellt.

Für kleine Werte von A ergibt sich die Wartezeitenverteilung ohne Berücksichtigung der Wechselwirkungen $f_0(t_w)$, konzentriert sich mit zunehmendem A um die mittlere Wartezeit t_w und entartet für große Werte von A zu der im *McCormick*-Modell eingeführten δ -Verteilung.

Die Wechselwirkungen der Versetzungen führen letztlich zu einem selbstverstärkenden Rückkopplungsprozeß (vgl. Abb. 2.5(b)): Sie verstärken durch die Synchronisation die Effektivität der dynamischen Reckalterung, wodurch die stationäre Dehnratenempfindlichkeit verringert wird. Dies wiederum führt zu einer sinkenden Kondensationszeit t_{cond} und damit zu einer verstärkten Korrelation der Versetzungen. Die Wartezeitenverteilung entartet zur δ -Funktion ($f_1(t_w)$ für $A \gg 1$), so daß sich insgesamt eine negative Dehnratenempfindlichkeit und damit das Auftreten instabiler Verformung einstellt.

Simulationen von *Bross* [26] und *Zorn* [154] auf Grundlage des Modells von *Hähner* bestätigen, daß Versetzungswechselwirkungen und dynamische Reckal-

terung allein jeweils nicht zu instabilem Materialverhalten führen, dieses jedoch bei Berücksichtigung beider Effekte auftritt.

Mesoskopisches Modell

Die im realen Kristallgitter begrenzte Korrelationslänge macht die Beschränkung der Reichweite der Versetzungswechselwirkungen auf einen kleinen Bereich der Probe (das PLC-Band) plausibel. Da in den bisher genannten Ansätzen keine Ortskoordinaten enthalten sind, können für die PLC-Bänder weder deren Ausbreitung beschrieben noch charakteristische Parameter bestimmt werden. *Hähner* formuliert dazu ein mesoskopisches Modell ([72, 73]), welches basierend auf Alterung und räumlicher Kopplung der Versetzungen die Bestimmung charakteristischer Werte für PLC-Bänder erlaubt.

Grundlage ist auch hier ein *Arrhenius*-Ansatz (vgl. Glg. 2.1):

$$\dot{\varepsilon} = \nu\Omega \exp\left[-\frac{G_0 + \Delta G}{kT} + \frac{\sigma_{\text{eff}}}{S_i}\right]. \quad (2.17)$$

Hähner führt eine verallgemeinerte, dimensionslose Kraft

$$f = \frac{\eta}{\nu} \exp\left[\frac{-G_0}{kT}\right] \exp\left[\frac{\sigma_{\text{eff}}}{S_i}\right] \quad (2.18)$$

ein, deren Zeitentwicklung mit der effektiven Spannung $\sigma_{\text{eff}} = \sigma_{\text{ext}} - \sigma_{\text{int}}$ und unter der Annahme linearer Verfestigung ($\sigma_{\text{int}} = h\varepsilon$ mit konstantem Verfestigungskoeffizienten h)

$$\dot{f} = \left(\frac{\sigma_{\text{ext}}}{S_i} - \frac{h\dot{\varepsilon}}{S_i}\right) f \quad (2.19)$$

lautet. Mit Hilfe von Glg. 2.10 ergibt sich für die Dehnrage

$$\dot{\varepsilon} = \eta\Omega \exp\left[-\frac{\Delta G}{kT}\right] f, \quad (2.20)$$

so daß nach Einführung dimensionsloser Größen (Spannungsrate $\dot{\sigma} = \dot{\sigma}_{\text{ext}}/\eta S_i$, Enthalpie $g = \Delta G/kT$ mit ihrem Sättigungswert $g_\infty = \Delta G_\infty/kT$, Verfestigungskoeffizient $\theta = \Omega h/S_i$ und der Zeit $\tau = \eta t$)³ mit den verallgemeinerten Zustandsgrößen für Kraft f und Enthalpie g die Zustandsgleichungen des Modells folgen:

$$\dot{f} = \dot{\sigma} f - \theta \exp[-g] f^2 \quad (2.21)$$

$$\dot{g} = (g/g_\infty)^{(1-n)/n} (g_\infty - g) - f \exp[-g] g. \quad (2.22)$$

³ An die Stelle der Zeitableitung tritt die Ableitung nach der dimensionslosen Zeit τ , was im folgenden statt des Punkts ($\dot{}$) durch den Ring über der abzuleitenden Größe ($\dot{}$) dargestellt wird.

Im Fall dehnungskontrollierter Versuchsführung ist zusätzlich die Maschinengleichung

$$\dot{\sigma} = \frac{E_{\text{eff}}}{S_i} \left(\frac{v}{\eta l} - \frac{\Omega}{l} \int_0^l f \exp[-g] dx \right) \quad (2.23)$$

mit der Querhauptgeschwindigkeit v , der effektiven Maschinenhärte E_{eff} sowie der Probenlänge l zu berücksichtigen.

Um das Verhalten des Systems zu bestimmen, führt *Hähner* weitere Untersuchungen durch. Hierbei wird zunächst lineare Alterung ($n = 1$) angenommen.⁴ Aus den Gleichungen 2.21 und 2.22 ergibt sich dann mit Glg. 2.17 und $\sigma_{\text{eff}} = \sigma_{\text{ext}} - \sigma_{\text{int}}$ die stationäre Dehnratenempfindlichkeit zu

$$S_s = S_i \left(1 - \frac{g_\infty}{(1 + \dot{\epsilon}/\eta\Omega)^2 \eta\Omega} \dot{\epsilon} \right). \quad (2.24)$$

Notwendiges Kriterium für den PLC-Effekt ist, daß S_s negativ wird. Dies ist für $\dot{\epsilon}/\eta\Omega \approx 1$ und $g_\infty > 4$ der Fall (vgl. Abb. 2.6(a)). Zur Abschätzung eines Stabilitätsbereiches wird das Verhalten des Modells für kleine Störungen δf und δg untersucht. Hier ergibt sich, daß Abweichungen vom durch $\dot{f} = 0$ und $\dot{g} = 0$ bestimmten stationären Zustand zu Instabilitäten führen, wenn

$$\frac{g_\infty - 2 - \theta - \sqrt{(g_\infty - \theta)^2 - 4g_\infty}}{2(1 + \theta)} < \frac{\dot{\sigma}}{\theta} < \frac{g_\infty - 2 - \theta + \sqrt{(g_\infty - \theta)^2 - 4g_\infty}}{2(1 + \theta)} \quad (2.25)$$

erfüllt ist. Die Ergebnisse sind in Abb. 2.6(a) für drei verschiedene Verfestigungskoeffizienten dargestellt.

Weitere Untersuchungen der Eigenschaften des Modells bei Auftreten dieser Instabilitäten erfolgen anhand der stationären Lösungen für $\dot{f} = 0$ und $\dot{g} = 0$ in den Gln. 2.21 und 2.22:

$$f_s^{(f)}(g) = \frac{\dot{\sigma}}{\theta} \exp(g), \quad f_s^{(g)}(g) = \left(\frac{g_\infty}{g} - 1 \right) \exp(g). \quad (2.26)$$

Abb. 2.6(b) zeigt den Verlauf beider Kurven. Der durch den Schnittpunkt der Funktionen festgelegte „Arbeitspunkt“ (g_s, f_s) liegt hier im instabilen Teil der Kurve $\dot{g} = 0$ und wird nicht erreicht, stattdessen oszilliert das System um diesen Arbeitspunkt. Ein solcher Umlauf ist für geringe Verfestigung ($\dot{\sigma} = \theta = 0,01$ und $g_\infty = 6$ [73]) ebenfalls in Abb. 2.6(b) dargestellt. In diesem Fall ist die Entwicklung der Spannung f träger als die Dynamik der Alterungsenthalpie g , so daß das System bevorzugt den abfallenden Ästen von

⁴ Untersuchungen mit einer nicht-linearen Alterung ($n = 1/3$) zeigten nur eine leichte Verschiebung der kritischen Daten [53].

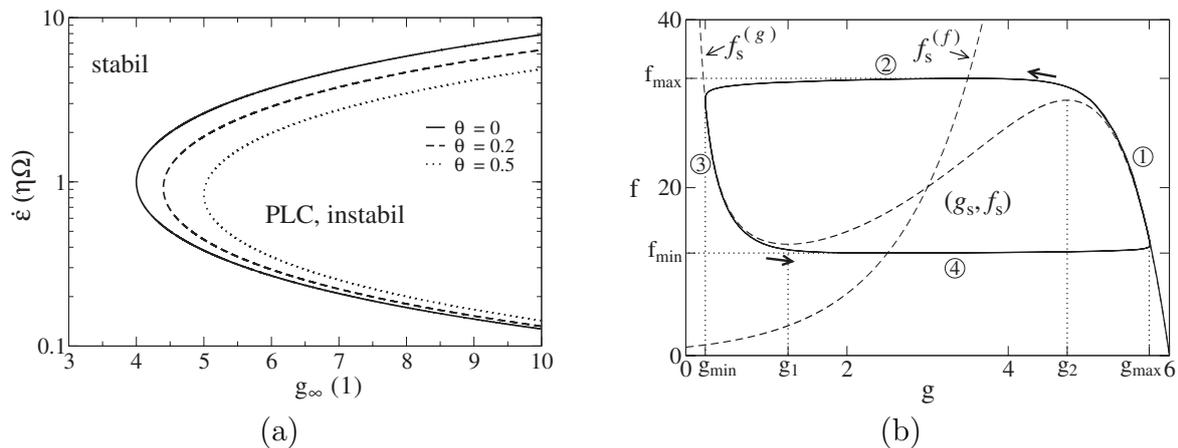


Abbildung 2.6: (a) PLC-Grenzen als Funktion der Sättigungsenthalpie g_∞ und der Dehnrates $\dot{\epsilon}$ für verschiedene Verfestigungskoeffizienten θ (durch lineare Stabilitätsanalyse), (b) Verlauf der stationären Lösungen $f_s^f(g)$ und $f_s^g(g)$ (gestrichelte Linien) des Modells sowie Grenzyklus (durchgezogene Linie) um einen Arbeitspunkt (g_s, f_s) bei Auftreten von Instabilitäten ($g_\infty = 6$, $\dot{\sigma} = \theta = 10^{-2}$ [73]).

$f_s^g(g)$ folgt. Lediglich an den lokalen Extrema kann es dem weiteren Verlauf nicht mehr folgen und springt auf den jeweils anderen Ast über.

Ein Umlauf (entgegen dem Uhrzeigersinn) repräsentiert dabei die Entstehung und das Abklingen eines PLC-Ereignisses:

- ① Die Versetzungen sind maximal gealtert, mit steigender Spannung folgt das System zunächst dem Verlauf von $f_s^g(g)$. Das Losreißen einzelner Versetzungen von den Gleithindernissen führt zu einer leichten Abnahme der Alterungsenthalpie g .
- ② Kollektives Losreißen der Versetzungen. In diesem Bereich des Grenzyklus gilt jedoch $\dot{f} > 0$, das System kann also dem Abfall von $f_s^g(g)$ nicht folgen. Die Enthalpie g nimmt sprunghaft ihren Minimalwert g_{\min} an, die Spannung bleibt jedoch aufgrund ihrer geringeren Dynamik zunächst maximal.
- ③ Dieser Teil entspricht dem Abstoppen der Versetzungen an Gleithindernissen. Erst hier paßt sich die Spannung dem neuen Alterungszustand an, während die Enthalpie durch beginnende Alterung leicht ansteigt.
- ④ In diesem Abschnitt werden die Versetzungen durch Diffusion der Fremdatome wieder eingefangen und stark gealtert. Auch hier kann die Spannung der Alterung nicht folgen und bleibt annähernd auf ihrem Minimalwert. Bei Erreichen von g_{\max} beginnt der Zyklus erneut.

Für eine Beschreibung der Propagation der PLC-Bänder ist des weiteren die Berücksichtigung der räumlichen Kopplung erforderlich. Durch Einfügen

eines Gradienten zweiter Ordnung wird eine diffusionsartige Ausbreitung des Alterungszustands in das Modell eingeführt [7]:

$$\dot{g} = g'' + \left(\frac{g}{g_\infty}\right)^{(1-n)/n} (g_\infty - g) - f \exp(-g)g. \quad (2.27)$$

Die zweifache Ableitung $''$ nach der dimensionslosen Ortskoordinate $\tilde{x} = \sqrt{\eta/D_g}$ führt dabei über die Pseudodiffusionskonstante D_g eine charakteristische Längenskala in das System ein. Eine Abschätzung dieser Konstanten für verschiedene Kopplungen ergibt als effektivsten Mechanismus die Wechselwirkungen der Versetzungen untereinander mittels ihrer Spannungsfelder [73]. Für diesen Mechanismus ergibt sich

$$D_g \approx \beta_g g_{\min} (G/s_i) \dot{\epsilon}_b s^2 \quad (2.28)$$

mit einem Geometriefaktor β_g in der Größenordnung $\beta_g \approx 10^{-1}$, der mittleren Banddehnrate $\dot{\epsilon}_b$ und der Probendicke s .

Im Fall solitärer Propagation der PLC-Bänder (entsprechend dem PLC-Typ A) ist die Verformung vollständig in einem Band konzentriert. Außerdem sind die Bandgeschwindigkeit v_b , die Bandbreite w_b und die lokale Dehnrate im Band $\dot{\epsilon}_b$ über die Beziehungen

$$v = \Delta \epsilon_b v_b \text{ und } v = \dot{\epsilon}_b w_b \quad (2.29)$$

mit der Querhauptgeschwindigkeit v gekoppelt.

Die Bandausbreitungen vom Typ B und C werden in diesem Modell als instabile Fälle des Typs A behandelt [73], in denen die Propagation durch hinreichend schnelle Diffusion der Fremdatome unterbrochen (Typ B) bzw. nahezu vollständig unterbunden wird (Typ C).

2.3 Ausscheidungen

2.3.1 Grundlagen

Der Zustand eines aus mehreren Komponenten bestehenden Werkstoffs (z. B. eine Legierung) ist thermodynamisch durch den Druck, das Volumen, die Temperatur und die Konzentration der einzelnen Komponenten gegeben. Sind die Bestandteile eines solchen heterogenen Werkstoffs im flüssigen oder festen Zustand nicht vollständig mischbar, kommt es zur Ausbildung von sogenannten Phasen, das heißt homogenen Bereichen gleicher Struktur, aber veränderlicher Zusammensetzung.

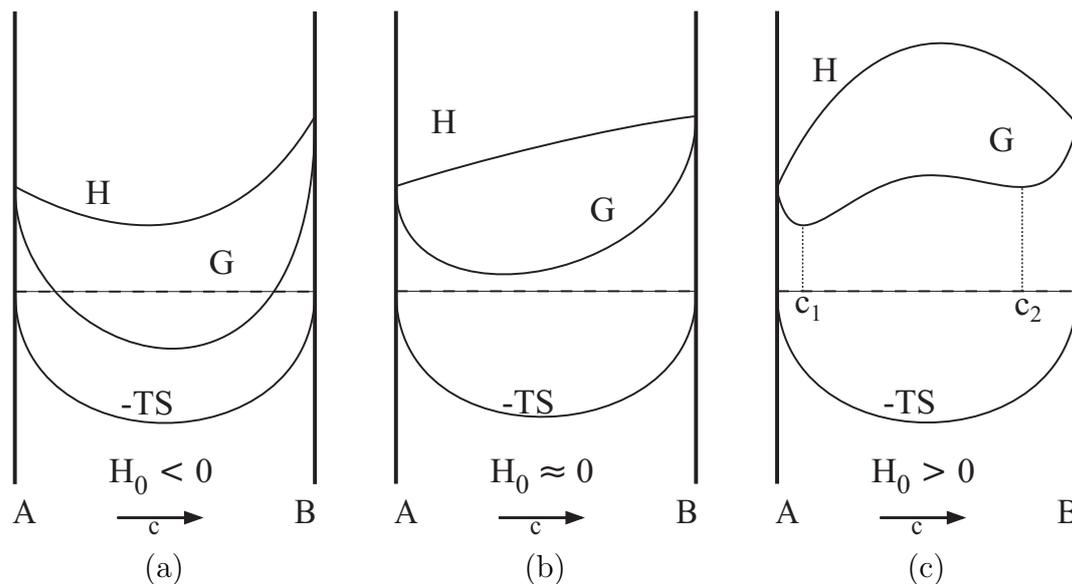


Abbildung 2.7: Verlauf der freien Enthalpie $G = H - TS$ sowie der darin enthaltenen energetischen (Enthalpie H) und entropischen Beiträge ($-TS$, Entropie S und Temperatur T) für verschiedene Werte der sog. Vertauschungsenergie H_0 .

Neben der Phasenumwandlung bei Erstarrung der Schmelze kann es bei metallischen Legierungen auch im festen Aggregatzustand zu Umwandlungen der Kristallstruktur und zu Konzentrationsänderung in den einzelnen Phasen kommen, bis der Werkstoff thermodynamisch stabil, also im Gleichgewicht ist.

Das thermodynamische Gleichgewicht wird bei konstanter Temperatur und gegebenem Druck durch das Minimum der freien Enthalpie beschrieben. Diese ist über

$$G = H - TS \quad (2.30)$$

bestimmt⁵, wobei die Enthalpie H ein Maß für die Bindung der Komponenten untereinander und die Entropie S ein Maß für die Unordnung im System ist.

Abb. 2.7 zeigt den Verlauf von H , $-TS$ und G für eine Legierung AB aus zwei Komponenten in Abhängigkeit von der Konzentration und für verschiedene Werte der Vertauschungsenergie $H_0 = H_{AB} - \frac{1}{2}(H_{AA} + H_{BB})$, welche den Gewinn ($H_0 < 0$) bzw. Verlust ($H_0 > 0$) an Energie abhängig von der umgebenden Atomsorte (Index „AA“, „BB“ bzw. „AB“) angibt.

Gilt $H_0 = 0$ (Abb. 2.7(b)), so liegt eine ideale Mischung vor, die Enthalpie ist unabhängig von der Anordnung der Atome. Für $H_0 < 0$ (Abb. 2.7(a)) kommt es zur Ordnung des Systems, da Atome der einen Sorte danach streben, sich mit Atomen der anderen Sorte zu umgeben. Im Fall $H_0 > 0$ (Abb. 2.7(c))

⁵ Genaugenommen gilt dies lediglich für die Mischungsenthalpie $G_m = H_m - TS_m$, jedoch sind die weiteren Bestandteile der thermodynamischen Zustandsgrößen H , S und G von der Anordnung der Atome nahezu unabhängig und können daher hier vernachlässigt werden.

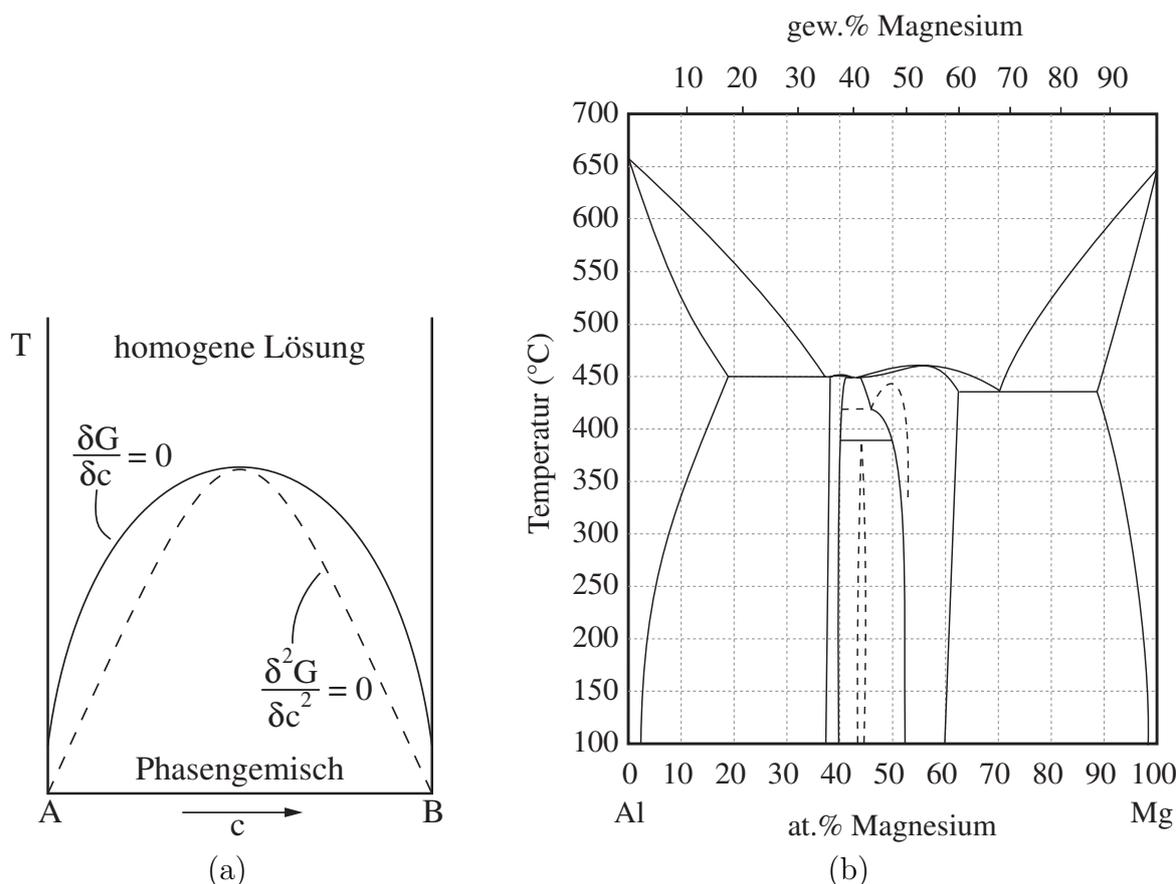


Abbildung 2.8: (a) Löslichkeitskurve ($\partial G/\partial c = 0$) und Spinodale ($\partial^2 G/\partial c^2 = 0$) für eine binäre Legierung, (b) Phasendiagramm der Legierung AlMg.

schließlich ergibt sich ein Energiegewinn, wenn sich in der Umgebung Atome der gleichen Sorte befinden. Dabei wird durch die Bindungsenthalpie H der Einfluß der Entropie S überkompensiert und der Verlauf von G weist zwei Minima bei c_1 und c_2 auf, so daß für Konzentrationen c mit $c_1 < c < c_2$ durch Entmischung des Materials ein Energiegewinn erzielt wird.

In diesem Konzentrationsbereich kommt es zur Ausbildung einer Mischungslücke, deren Grenze durch die Bedingung $\partial G/\partial c = 0$ gegeben ist (Abb. 2.8(a)). Durch Betrachtung der freien Enthalpie für verschiedene Temperaturen läßt sich ein T - c -Diagramm der Existenzbereiche der einzelnen Phasen aufstellen. Abb. 2.8(b) zeigt als Beispiel das Phasendiagramm der in dieser Arbeit verwendeten binären Legierung AlMg.

Neben der Löslichkeitskurve ist in Abb. 2.8(a) der Ort $c(T)$ der Wendepunkte der Enthalpiekurve $G(c)$ ($\partial^2 G/\partial c^2 = 0$) gezeigt, welche auf der sog. Spinodalen liegen. Diese bildet eine „Grenze“ für den Mechanismus der Ausscheidungsbildung: Außerhalb der Spinodalen entsteht durch thermische Fluktuation ein Keim, dessen Konzentration sich stark von derjenigen des Mischkristalls unterscheidet. Durch Diffusion entlang des Konzentrationsgefälles wandern

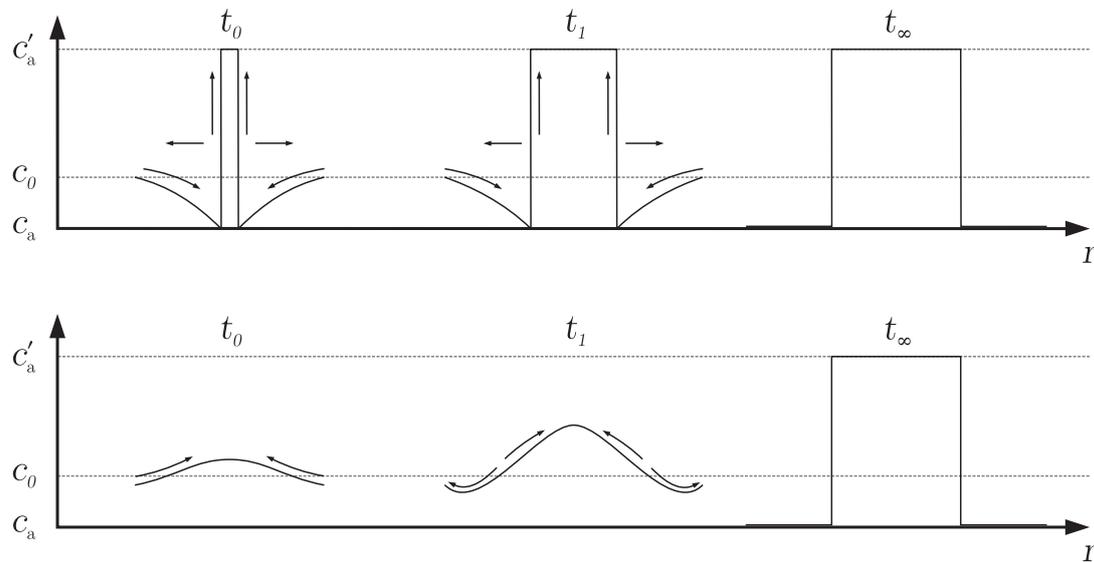


Abbildung 2.9: Mechanismen der Bildung von Ausscheidungen: oben: Keimbildung und -wachstum („Bergab-Diffusion“), unten: spinodale Entmischung („Bergauf-Diffusion“). (r : Ausscheidungsradius, Zeit t mit $t_0 < t_1 < t_\infty$, c_0 : Ausgangskonzentration, c_a, c'_a : Gleichgewichtskonzentrationen innerhalb und außerhalb der Ausscheidung)

Atome in die Verarmungszone und bewirken so das Wachstum des Keims. Innerhalb der Spinodalen jedoch kommt es zur spinodalen Entmischung, bei der kleine Schwankungen der Konzentration durch Diffusion entgegen dem Konzentrationsgefälle („Bergauf-Diffusion“) verstärkt werden, getrieben durch die Differenz der chemischen Potentiale (vgl. Abb. 2.9).

Die Bildung von Ausscheidungen wird in Feststoffen erschwert zum einen durch elastische Verzerrungen des Kristallgitters, zum anderen durch die zum Aufbau einer Grenzfläche erforderliche Energie. Bei unterschiedlicher Gitterstruktur weisen Ausscheidungen in der Regel eine inkohärente Grenzfläche zur Matrix auf. Da die zu deren Bildung erforderliche Energie sehr groß ist, entstehen zunächst meist bei geringeren Temperaturen metastabile Zwischenphasen mit einer kohärenten Grenzfläche. Diese sog. Guinier-Preston-Zonen [54, 127] haben im allgemeinen eine Dicke weniger Atomlagen und werden in der Regel innerhalb eines Temperaturbereichs von etwa $(0,3 - 0,5) T_m$ (T_m : Schmelztemperatur) gebildet. Durch deren feine Verteilung im Kristallgitter sind sie Grundlage der Ausscheidungshärtung, insbesondere z. B. bei Al-Legierungen oder auch Ni-Basislegierungen. Die zur Bildung der Grenzflächen aufzubringende Energie begrenzt zugleich die Effektivität der Alterung. In Abb. 2.10 ist schematisch der Verlauf der Alterung durch Ausscheidung einer zweiten Phase dargestellt. Die Keime einer aus dem übersättigten Mischkristall ausscheidenden Phase wachsen bei geeigneter Temperatur durch Diffusion der Fremdatome zu den Ausscheidungen. Zum Zeitpunkt t_E ist die Gleichgewichtskonzentration der Legierung erreicht (Abb. 2.10 oben, $f = 1$; vgl. auch $t = t_\infty$ in Abb. 2.9). Wie im mittleren Graphen in Abb. 2.10 zu sehen, kommt das

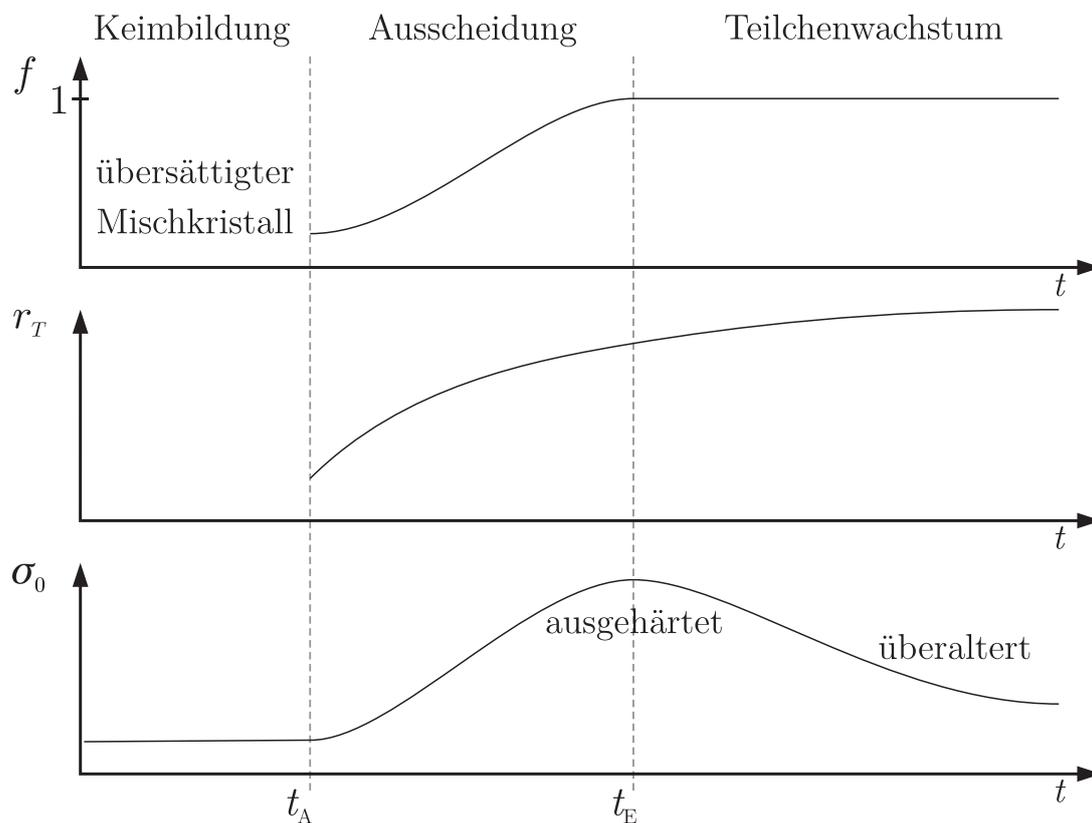
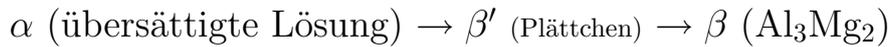


Abbildung 2.10: Schematische Darstellung des Verlaufs von Ausscheidung (Volumenanteil f) und Teilchenwachstum (Teilchenradius r_T) sowie der kritischen Fließspannung σ_0 als Folge dieser Prozesse [77].

Teilchenwachstum zu diesem Zeitpunkt jedoch noch nicht zum Stillstand. Als konkurrierender Prozeß neben der Ausscheidung versucht die Legierung, die in den Grenzflächen aller Ausscheidungen gebundene Energie zu minimieren. Diese Gesamtgrenzflächenenergie ist umso geringer, je größer die Ausscheidung ist. Bei Auslagerungsdauern $t > t_E$ wachsen daher größere Ausscheidungen auf Kosten kleinerer (Teilchenvergrößerung, *Ostwald-Reifung*), so daß es zu einer Abnahme der Ausscheidungsichte kommt. Dies wiederum führt dazu, daß die Ausscheidungen von mobilen Versetzungen leichter überwunden werden können (*Orowan-Mechanismus*) und damit zu einer Abnahme der Fließspannung (Überalterung).

2.3.2 Ausscheidungen in Al-Mg-Legierungen

Zum Ausscheidungsverhalten von Al-Mg-Legierungen gibt es eine Reihe von Untersuchungen, z. B. [55, 56, 63, 82, 106, 109, 113, 115]. Für die binäre Legierung Al-Mg (hier Al-3gew.%Mg, AA5754) wird in der Literatur als Ausscheidungssequenz



angegeben [63, 82].⁶ Bei diesen Legierungen gibt es keine Zwischenphase, die zur einfachen Bildung von metastabilen Ausscheidungen führt, wie zum Beispiel die GP I- und GP II-Zonen (θ'' -Phase) der Legierung Al-Cu. Aus diesem Grund treten die Ausscheidungen hier nur heterogen und mit einer geringen Ausscheidungsichte auf, so daß diese Legierungen durch Temperaturbehandlung nur geringe Ausscheidungshärtung zeigen (vgl. Abb. 4.1 auf Seite 46).

Al-Mg-Si(-Cu)-Legierungen (hier AlMg1SiCu, AA6061) gehören in die Klasse der ausscheidungshärtbaren Legierungen. Aufgrund der hohen Stabilität der β -Phase (Zusammensetzung Mg_2Si) werden sie meist als „pseudo-binäre“ Legierungen Al- Mg_2Si behandelt. Bei ihnen können bereits nach kurzer Zeit Si- und Mg-Cluster nachgewiesen werden, aus denen sich mit der Zeit die β -Phase entwickelt. Die in der Literatur (z. B. [63, 82]) angegebene Ausscheidungsabfolge lautet hier



Durch die Bildung von Si- bzw. Mg-Clustern und GP-Zonen bereits nach kurzer Auslagerungszeit sind die Ausscheidungen sehr fein im Material verteilt und tragen so sehr effektiv zur Härtung bei.

Die in der Legierung AA6061 enthaltenen Kupferatome setzen die Löslichkeit der Komponente Mg_2Si leicht herab und verstärken so die Übersättigung der α -Phase [35]. Als weitere Auswirkung wurde eine verringerte Diffusionsrate der Mg- und Si-Atome gefunden [28]. Dies führt zu einer geringeren Größe der Mg- und Si-Cluster und damit bei künstlicher Alterung zu einer höheren Ausscheidungsichte, auch da AlCu_2 -GP-Zonen und Zwischenphasen der Q-Phase ($\text{Al}_5\text{Cu}_2\text{Mg}_8\text{Si}_6$, [43]) als zusätzliche Ausscheidungskeime dienen [43, 56, 114].

⁶ Hier ist anzumerken, daß die Gleichgewichtsphase (β) erst nach langer Alterungszeit und damit starker Überalterung der Legierung erreicht wird. Die in Abschnitt 2.3.1 für die Gleichgewichtskonzentration beschriebenen Prozesse spielen jedoch auch schon bei den metastabilen Ausscheidungsphasen (β' , β'') eine Rolle [51].

⁷ s. Fußnote 6

3 Material und Versuchsaufbau

3.1 Das Material

Aluminium-Legierungen sind in der Literatur bereits vielfach untersucht worden. Dieses Interesse beruht darauf, daß speziell im Bereich der Automobil- und Luftfahrzeugindustrie verstärkt auf eine Gewichtsreduzierung hingearbeitet wird. Hierzu kommen wegen ihrer hohen Festigkeit und ihres geringen Gewichts verstärkt Aluminium-Legierungen als Ersatz für Stahl zum Einsatz (vgl. z. B. [22, 66, 107]).

Insbesondere weisen Aluminium-Magnesium-Legierungen eine gute Verformbarkeit und Korrosionsbeständigkeit auf, sind schweißbar und damit in der Anwendung sehr vielseitig [2, 87]. Allerdings tritt hier bei Raumtemperatur der PLC-Effekt in einem weiten Dehnratenbereich auf, was zu ungleichmäßiger Verfestigung und rauhen Werkstück-Oberflächen führt. Im Rahmen dieser Arbeit wurde daher untersucht, ob der PLC-Effekt durch das Einbringen von Al_2O_3 -Partikeln unterbunden bzw. vermindert werden kann.

Hierzu wurden die Aluminium-Magnesium-Legierungen AA5754 (ISO AlMg3) sowie AA6061 (ISO AlMg1SiCu) verwendet. Die Legierung AA5754 wurde im Rahmen der DFG-Forschergruppe 258 als zu untersuchendes Material ausgewählt. Sie besteht im wesentlichen aus den beiden Elementen Aluminium und Magnesium und gehört damit zu den Aluminiumlegierungen der 5000er-Serie, bei denen durch Temperaturbehandlung keine oder nur geringe Ausscheidungshärtung erfolgt. Die genaue Zusammensetzung ist in Tab. 3.1(a) angegeben. Wie frühere Untersuchungen (z. B. [10, 13, 103]) zeigen, tritt bei dieser Legierung bereits bei Raumtemperatur der PLC-Effekt auf. An diesem Material sollte daher untersucht werden, ob der PLC-Effekt durch Hinzufügen von nicht schneidbaren Hindernissen (keramischen Partikeln) reduziert werden kann.

Als Verbundwerkstoff¹ wurde daher die Legierung AA5754, verstärkt durch Al_2O_3 -Partikel mit unterschiedlichen Volumenanteilen (2 bzw. 5 vol.%) und

¹ Abkürzend wird insbesondere in Abbildungen und Tabellen auch die Bezeichnung MMC („*metal matrix composite*“) verwendet.

(a) AA5754		(b) AA6061	
Element	Anteil (Gew.%)	Element	Anteil (Gew.%)
Al	96,15	Al	95,8-98,6
Mg	3,14	Mg	0,8-1,2
Si	0,25	Si	0,4-0,8
Fe	0,23	Cu	0,15-0,4
Mn	0,21	Cr	0,04-0,35
Ti	0,012	Fe	max. 0,7
Zn,Ga,V	0,01	Mn, Ti	max. 0,15
		Zn	max. 0,25
		andere (einzeln)	0,05
		andere (gesamt)	0,15

Tabelle 3.1: Zusammensetzung der verwendeten Legierungen: (a) AA5754 (Angaben des Herstellers LKR Ranshofen, [112]), (b) AA6061 (Vorgaben der ALUMINUM ASSOCIATION [101]).

Partikeldurchmessern (20 bzw. 3 μm) untersucht. Aluminiumoxid (Al_2O_3) wurde als Partikelmaterial verwendet, da sich aus dem Oxid und dem in der Matrix enthaltenen Magnesium eine Spinell-Schicht (MgAl_2O_4) um die Partikel bildet, die dadurch fest in der Matrix verankert werden. Dies sollte eine Ablösung der Partikel während der Verformung von der sie umgebenden Legierung verhindern. Zur Herstellung des Verbundwerkstoffs wurde die Schmelze per Gasdruckinfiltration mit den Partikeln vermengt und anschließend zur möglichst homogenen Verteilung der Partikel verrührt. Bei dieser Art der Herstellung kam es jedoch zur Agglomeration der Partikel zu Clustern, die durch Bildung der Spinell-Schicht an der Grenze zur Schmelze derart stabilisiert wurden, daß im nachfolgenden Rührprozeß eine Trennung nicht mehr möglich war. Es wurde daher versucht, diesen Effekt durch Einrühren in eine zunächst verdünnte Legierung (0,5 wt.% Mg) und anschließendes Angleichen des Magnesiumgehalts zur Sollkonzentration von 3 wt.% zu unterbinden [112]. Auch bei dieser Legierung ist jedoch die Verteilung der Al_2O_3 -Partikel sehr inhomogen (vgl. Abb. 3.1), so daß es weite Bereiche des Probenmaterials gibt, die frei von Partikeln sind. Aufgrund dieser Schwierigkeiten bei der Herstellung des Verbundwerkstoffs wurden weitere Untersuchungen mit einer aushärtbaren AlMg-Legierung (AA6061) durchgeführt.

Bei AA6061 handelt es sich um eine Legierung, die etwas weniger Magnesium, jedoch höhere Anteile an Silizium und Kupfer enthält. Hierzu liegt keine Analyse des Herstellers vor, daher sind in Tab. 3.1(b) die Vorgaben der ALUMINUM ASSOCIATION aufgelistet. Bei dieser Legierung (6000er-Serie) kommt es

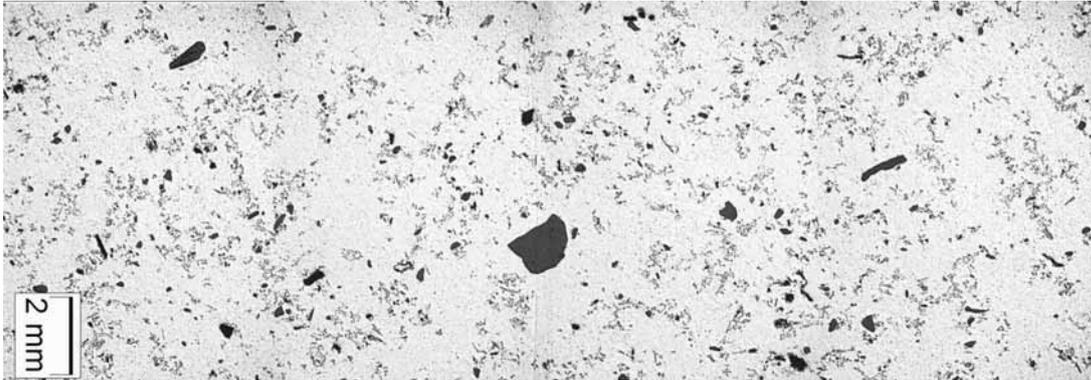


Abbildung 3.1: Lichtmikroskopische Aufnahme der Partikelverteilung in der AA5754-Matrix (Quelle: LKR, Ranshofen).

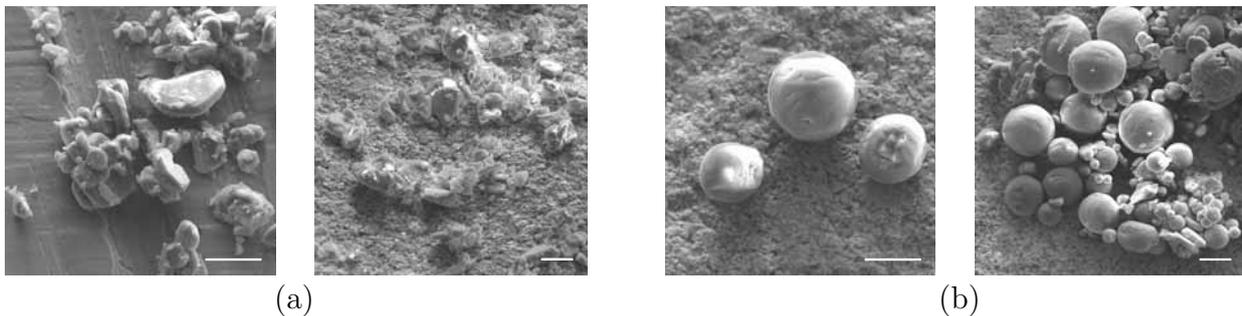


Abbildung 3.2: Al_2O_3 -Partikel: (a) vor und (b) nach dem Plasmaspritzen. Der Maßstab in den Abbildungen repräsentiert jeweils eine Länge von $20\mu\text{m}$ (mittlerer Durchmesser der Partikel nach dem Plasmaspritzen). (Quelle: Dr. G. Fischer, Univ. Dortmund)

durch Temperaturbehandlung zur Bildung von Ausscheidungen, die maximale Härtung der Proben ist hierbei nach 18 h bei 433 K erreicht [101]. Sie gehört in eine Gruppe von Legierungen, die im abgeschreckten Zustand den PLC-Effekt zeigen, während dieser durch Ausscheidungshärtung unterdrückt wird.

Beide Legierungen sowie der Verbundwerkstoff AA5754/ Al_2O_3 wurden vom LEICHTMETALLKOMPETENZZENTRUM Ranshofen (Österreich) geliefert. Das eingesetzte Al_2O_3 -Pulver stammt von der ALUSUISSE MARTINSWERK GMBH Bergheim. Es wurde durch Kalzination von Tonerde hergestellt. Hierbei handelt es sich um ein sogenanntes Hartkalzinat, das durch einen hohen $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ -Gehalt gekennzeichnet ist. Er liegt bei der Qualität *Martipol MN/Y-216*, die hier zum Einsatz kam, bei etwa 80%. Die Al_2O_3 -Partikel mit einem mittleren Durchmesser von $15\text{-}20\mu\text{m}$ wurden in der Arbeitsgruppe von Dr. G. Fischer (Universität Dortmund) durch Plasmaspritzen gerundet, bevor sie in Ranshofen zum Verbundwerkstoff verarbeitet wurden. Bei den $3\mu\text{m}$ -Partikeln erfolgte diese Behandlung nicht.

Der Verbundwerkstoff AA6061 mit eingelagerten Al_2O_3 -Partikeln stand aufgrund von Untersuchungen an diesem Material im Rahmen früherer Arbeiten

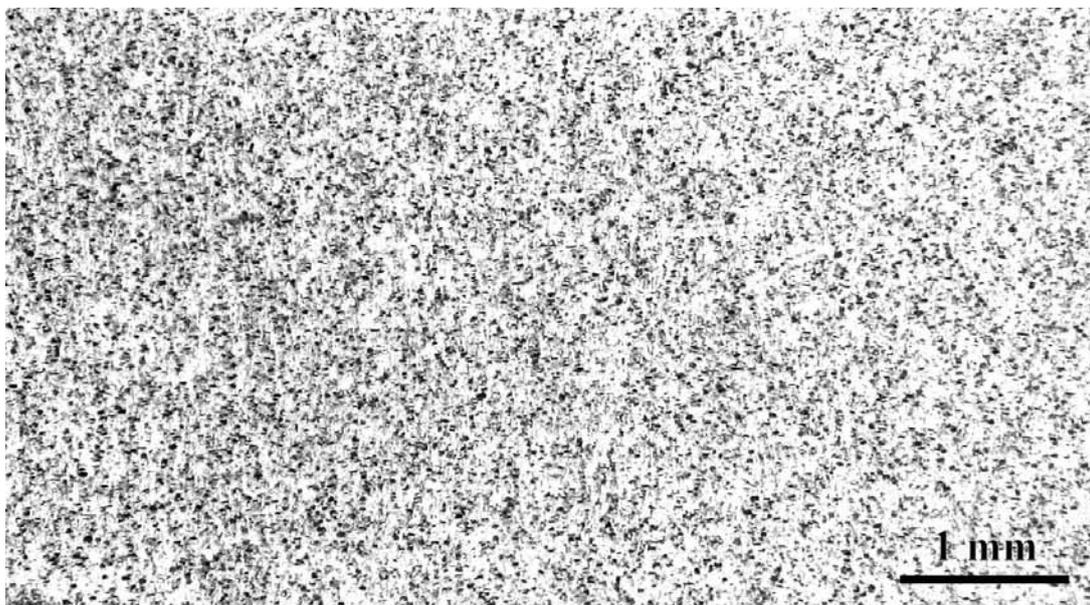


Abbildung 3.3: Lichtmikroskopische Aufnahme des Verbundwerkstoffs AA6061 mit 20 vol.% Al_2O_3 .

am Institut mit zwei unterschiedlichen Volumenanteilen (10 bzw. 20 vol.%) zur Verfügung. Es handelte sich dabei um Werkstücke, die durch Strangpressen hergestellt wurden (LKR, Ranshofen, Österreich). Bei diesem Verfahren ist eine homogene Durchmischung des Materials mit den eingelagerten Partikeln nicht zu erreichen, der Verbundwerkstoff mit einem Anteil von 10 vol.% wies daher wie auch der Verbundwerkstoff auf Basis der Legierung AA5754 eine sehr ungleichmäßige Verteilung der Partikel auf. Dies führte in allen Messungen zu einem Versagen der Proben bei sehr geringen Dehnungen, meist kurz nach dem Beginn der plastischen Verformung.

Beim Werkstoff mit 20 vol.% Al_2O_3 war die Verteilung der Partikel weitaus gleichmäßiger, wie Abb. 3.3 zeigt. Die Untersuchungen zum Verbundwerkstoff AA6061+ Al_2O_3 wurden daher nur mit diesem Material durchgeführt.

3.1.1 Vorbereitung der Proben

Das Material wurde im Folgenden per Funkenerosionssäge in Platten einer Dicke von 5 mm geschnitten, welche dann in mehreren Schritten auf die gewünschte Dicke von 1,5 bis 0,5 mm gewalzt wurden. Die Krümmung der Bleche durch beim Walzen eingebrachte Spannungen mußte einige Male durch Ausheizen (1h bei 673 K) zwischen den Walzvorgängen reduziert werden.

Aus den Blechen wurden anschließend Flachproben der in Abb. 3.4 dargestellten Geometrie gefräst. Die unterschiedlichen Längen sind dabei technisch bedingt. Zunächst wurde mit Proben der Länge 90 mm gearbeitet. Bei Verwendung von Probenhaltern, die für den Einsatz des optischen Extensometers

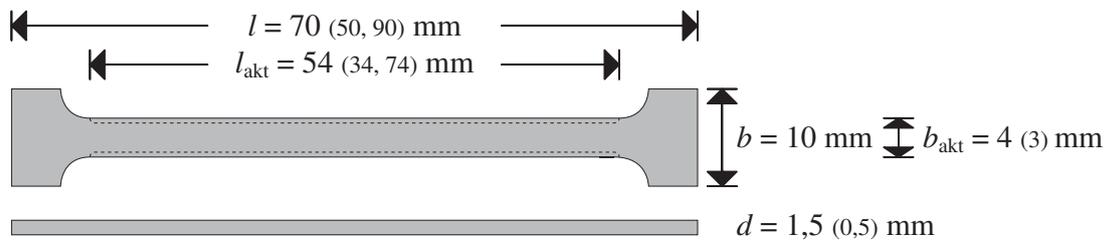


Abbildung 3.4: Abmessungen und Geometrie der verwendeten Zugproben.

geeignet waren, wurde aufgrund des verwendeten Meßaufbaus (Abschnitt 3.2.1) die maximale Wegstrecke der Zugmaschine bereits nach geringer Dehnung erreicht. Aus diesem Grund wurde im weiteren zu der kürzeren Probenlänge $l = 70$ mm übergegangen. Die Länge $l = 50$ mm wurde nur für Proben des Verbundwerkstoffs AA5754+Al₂O₃ verwendet, da hier die Länge der gewalzten Bleche (Zugachse der Proben || Walzrichtung) die Probenlänge begrenzte. Der Index „akt“ kennzeichnet den aktiven Teil der Zugprobe, in dem während des Versuchs die Verformung auftritt (im Gegensatz zu den nicht verformten „Schultern“). Die kleinere Breite $b_{\text{akt}} = 3$ mm wurde nur bei Proben der Legierung AA6061 verwendet. Bei dieser wurde bei gealterten Proben der Breite $b_{\text{akt}} = 4$ mm die maximale Last der Lastmeßdose schon nach geringer plastischer Dehnung erreicht, was zum Abbruch der Messung führte.

Aufgrund des hohen Partikelanteils des Verbundwerkstoffs AA6061/Al₂O₃ erfolgte die Herstellung der Flachproben dieses Materials im Gegensatz zum Werkstoff AA5754+Al₂O₃ nicht durch Walzen, sondern durch Schneiden der zylinderförmigen Werkstoffe mit einer Funkenerosionssäge (Arbeitsgruppe von Dr. G. Fischer, Universität Dortmund). Die dabei entstehende rauhe Oberfläche wurde zur Vermeidung von Spannungsspitzen bei der Präparation der in Abb. 3.4 angegebenen Probengeometrie durch Abfräsen geglättet.

Um die beim Walzen und Fräsen eingebrachte Verfestigung zu reduzieren und bei allen Proben einen ähnlichen „Grundzustand“ einzustellen, wurden die Proben anschließend für 5 Stunden bei 673 K (Legierung AA5754) bzw. 803 K (Legierung AA6061) gegläht. Da die Löslichkeit von Mg in Al bei Raumtemperatur unterhalb der Mg-Konzentration der Legierungen liegt (vgl. Abb. 2.8b auf Seite 22), wurden alle Proben nach dieser Wärmebehandlung in Eiswasser abgeschreckt, um sie im homogenen Zustand „einzufrieren“.

Nach Abschrecken im Eisbad erfolgte entweder zeitnah die Messung oder weitere Temperaturbehandlung gemäß Tab. 3.2, um gezielt Ausscheidungen im Probenmaterial zu erzeugen. War eine Messung im Anschluß an die genannten Temperaturbehandlungen nicht sofort möglich, wurden die Proben kalt gelagert, um weitere Ausscheidungsbildung zu unterdrücken. Aufgrund der ausgeprägten Alterung der Legierung AA6061 wurden diese Proben in flüssigem Stickstoff

	AA5754	AA6061
Lösungsglühen	5 h bei 673 K	5 h bei 803 K
Alterungs- behandlung	24 h bei 413 K	$\frac{1}{2}$ h bei 433 K
	24 h bei 293 K	1 h bei 433 K
120 h bei 293 K und	120 h bei 293 K	2 h bei 433 K
	120 h bei 413 K	6 h bei 433 K
	120 h bei 413 K	18 h bei 433 K
	600 h bei 293 K	72 h bei 433 K
	600 h bei 413 K	

Tabelle 3.2: Temperaturbehandlungen der verwendeten Legierungen.

(77 K, AA6061) aufbewahrt, bei der Legierung AA5754 erwies sich wegen der geringen Tendenz zur Ausscheidungsbildung die Lagerung im Tiefkühlschrank (ca. 250 K) als ausreichend.

3.2 Versuchsaufbau

3.2.1 Der Meßstand

Zur Durchführung der Zugexperimente diente eine Universalprüfmaschine Typ 1185 der Firma INSTRON. Die Probe wird dabei verformt durch Verfahren des unteren Querhaupts mit konstanten Geschwindigkeiten in einem Bereich von 0,005 bis 1000 mm pro Minute im dehnungskontrollierten Versuch bzw. durch Belasten mit einer vorgegebenen Sollspannung bei spannungskontrollierter Versuchsführung.

Die Steuerung der Anlage und die Erfassung der Meßwerte erfolgt per IEC-Bus mit einem 486er PC. Das zur Verfügung stehende Programm wurde im Laufe der Arbeit deutlich verändert und erlaubt nun, sämtliche an der Maschine wählbaren Querhauptgeschwindigkeiten zu benutzen. Auch können die einzelnen Schritte einer Messung nun im laufenden Experiment frei verändert werden.

Des weiteren wurde die Spannungsregelung überarbeitet, so daß nicht nur Kriechversuche bei konstanter Spannung, sondern auch Verformungsexperimente mit konstanter Spannungsrate möglich sind.

Für Messungen bei unterschiedlichen Temperaturen können in die Verformungsanlage verschiedene Temperierkammern und Öfen eingebaut werden,

die Messungen in einem Temperaturbereich von ca. 250 bis etwa 1100 K ermöglichen.

Die Messungen in dieser Arbeit wurden bei Raumtemperatur durchgeführt. Der in Abb. 3.5 dargestellte, für Hochtemperaturmessungen konzipierte Aufbau [81, 111] ermöglicht jedoch durch die Verwendung zweier induktiver Wegaufnehmer zur direkten Messung der Elongation und einer eigenen Lastmeßdose kleinerer Nennlast die genaueste Messung der Verformung der Zugproben und wurde daher auch für die hier durchgeführten Messungen verwendet.

Die Meßgrößen

Die Längenänderung der Probe Δl kann mittels der induktiven Wegaufnehmer mit einer Genauigkeit von $0,2\ \mu\text{m}$ angegeben werden. Die Tauchanker bzw. Tauchspulen sind dabei direkt mit den beiden Probenfassungen verbunden. So kann der Einfluß der Maschinenhärte auf die gemessene Dehnung vernachlässigt werden.

Unter Berücksichtigung der Volumenkonstanz (Verringerung des Querschnitts bei zunehmender Dehnung) ergibt sich aus der gemessenen Verlängerung $\Delta l = l - l_0$ die Dehnung ε zu

$$\varepsilon = \ln \left(\frac{\Delta l}{l_0} + 1 \right), \quad (3.1)$$

wobei l_0 die freie Länge des unverformten Kristalls zwischen den Fassungen ist.

Die Dehnrates $\dot{\varepsilon}$ ergibt sich nach

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{l}}{l} \quad (3.2)$$

aus dem Querhauptvorschub \dot{l} und der aktuellen Probenlänge l . Wegen der konstanten Querhauptgeschwindigkeit nimmt die Dehnrates im Verlauf der Messung mit wachsender Probenlänge ab. Der Fehler beträgt dabei analog zur maximalen Dehnung der Zugproben höchstens 20%.

Die Lastmessung erfolgt zum einen durch die an der Dehnungsmaschine installierte Lastmeßdose mit einer maximalen Zuglast von 10 kN, zum anderen durch die im Meßaufbau angebrachte Lastmeßzelle kleinerer Nennlast (2 kN). Während erstere im wesentlichen zur Kontrolle dient, wird durch die letztere die Last P mit einer Genauigkeit von 0,01 N gemessen und daraus die Spannung σ an der Probe nach

$$\sigma = \frac{P}{A_0} \cdot \left(\frac{\Delta l}{l_0} + 1 \right) \quad (3.3)$$

mit dem Anfangsprobenquerschnitt A_0 (vor Beginn der Verformung) bestimmt.

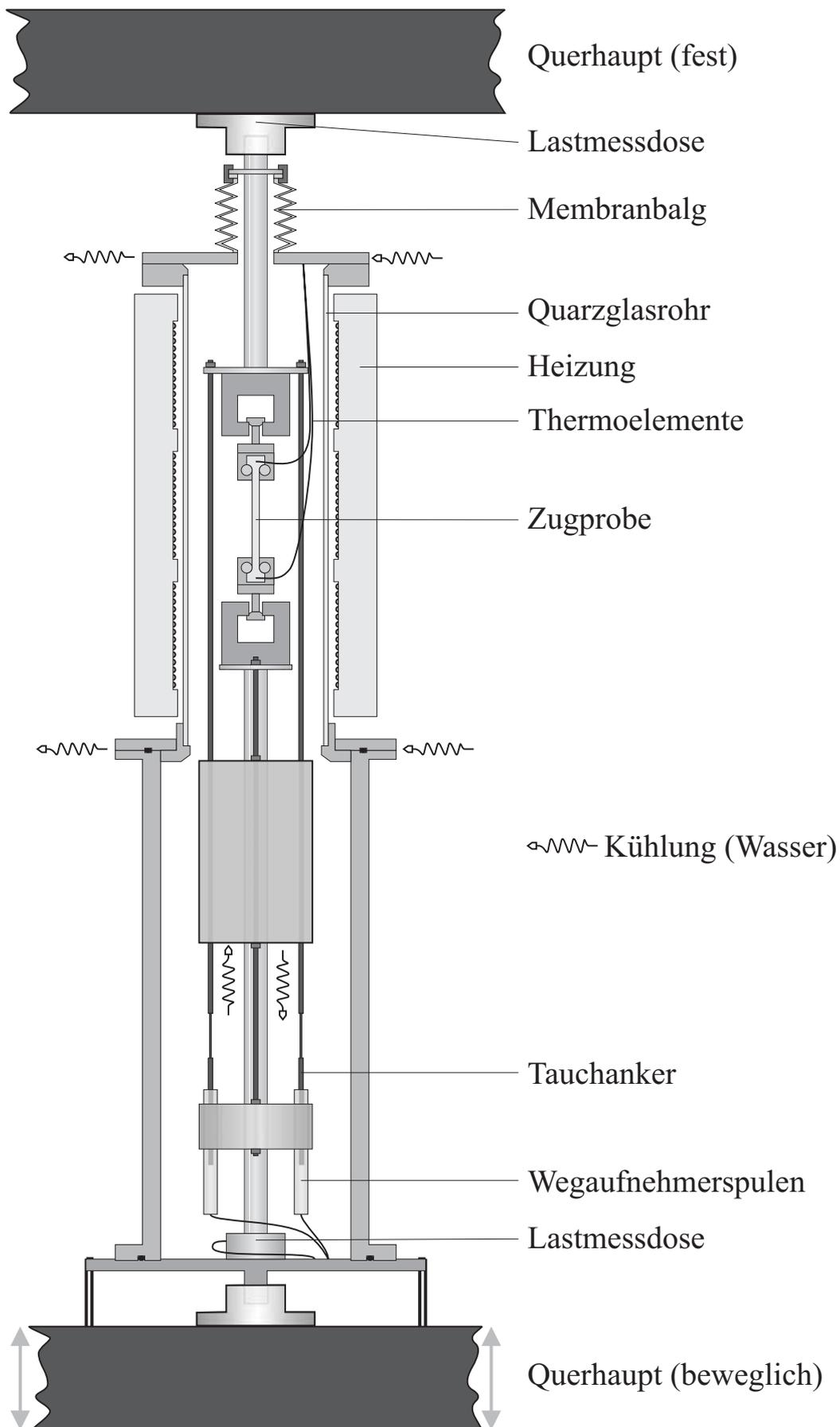


Abbildung 3.5: Aufbau des Messstandes (nach [111]).

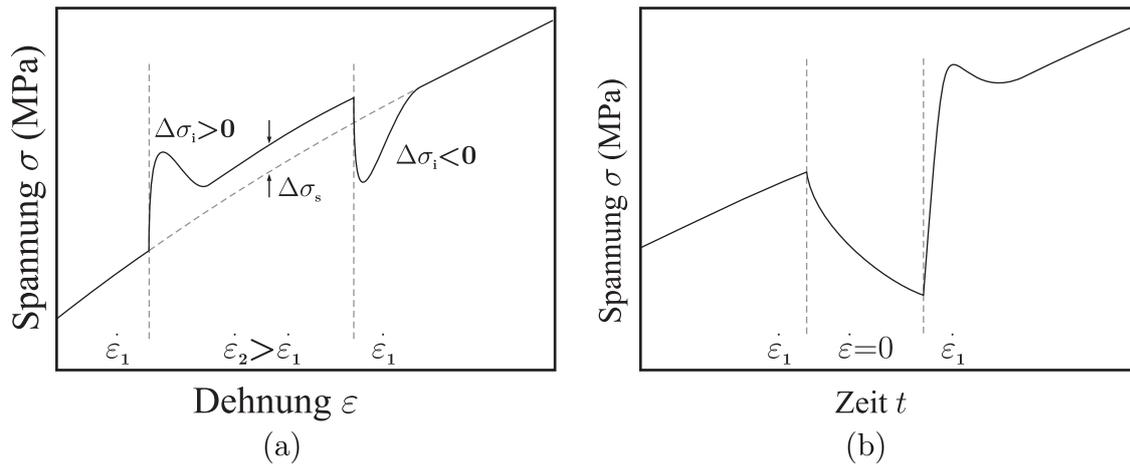


Abbildung 3.6: Ausschnitte aus Spannungs-Dehnungs-Kurven als Beispiele für (a) Dehnratenwechsel- und (b) Spannungsrelaxationsexperimente.

3.2.2 Art der Messungen

Die Messungen wurden meist als Zugversuche bei konstanter Temperatur und mit einer konstanten Dehnrates durchgeführt. Darüber hinaus erfolgten auch Messungen mit Dehnratenwechseln sowie Relaxationsexperimente. Die letzteren beiden Arten der Durchführung sollen kurz erläutert werden.

Dehnratenwechselexperimente

Abb. 3.6(a) zeigt schematisch den Verlauf eines Dehnratenwechselexperiments. Im Bereich der plastischen Verformung wird von einer Dehnrates $\dot{\epsilon}_1$ auf eine andere (im Beispiel größere) Dehnrates $\dot{\epsilon}_2$ gewechselt. Auf diese Änderung reagiert die Probe mit einem Spannungssprung der Größe $\Delta\sigma_i$, erst nach weiterer Dehnung stellt sich eine stationäre Spannungsdifferenz $\Delta\sigma_s$ ein. Die Spannungsdifferenzen $\Delta\sigma_i$ und $\Delta\sigma_s$ sind kleiner als typische Lasteinbrüche $\Delta\sigma$ der Instabilitäten und können daher nur im stabilen Teil der Verformungskurve ausgewertet werden.

Während einer Messung werden in der Regel mehrere Dehnratenwechsel durchgeführt, deren zeitlicher Abstand hinreichend groß zum Erreichen des stationären Zustands ist. Der Wechselfaktor wird so gewählt, daß der resultierende Spannungssprung gut meßbar ist, die stationäre Spannungsdifferenz jedoch möglichst schnell erreicht wird. In den hier durchgeführten Dehnratenwechsel-Experimenten wurde mit einem Dehnratenverhältnis von $\dot{\epsilon}_1/\dot{\epsilon}_2 = 0,5$ für Wechsel zu höheren bzw. $\dot{\epsilon}_1/\dot{\epsilon}_2 = 2$ für Wechsel zu kleineren Dehnrates gearbeitet.

Aus der stationären Spannungsdifferenz $\Delta\sigma_s$ wird über

$$S_s = \frac{b^3}{kT} \left(\frac{\Delta\sigma_s}{\ln \dot{\epsilon}} \right) \quad (3.4)$$

die stationäre Dehnratenempfindlichkeit S_s bestimmt. Sie charakterisiert den Einfluß der Alterung und dient als Kriterium für das Auftreten von Instabilitäten. Durch den Vorfaktor b^3/kT (b : Betrag des Burgersvektors, k : Boltzmann-Konstante, T : Temperatur) hat die Dehnratenempfindlichkeit die Dimension 1. Durch die Einbeziehung des Betrags des Burgersvektors b wird dabei der materialübergreifende Vergleich der Ergebnisse ermöglicht.

Unter Berücksichtigung der Gleitebene im verwendeten Material ($\{111\}$ -Ebenen) wird der Betrag des Burgersvektors b mit Hilfe des Atomabstands a (aus [115]) und der Beziehung $b = a/\sqrt{2}$ bestimmt:

$$\begin{aligned} \text{AA5754} : a_{\text{AA5754}} &= 4,0616 \cdot 10^{-10} \text{ m} \rightarrow b_{\text{AA5754}} = 2,872 \cdot 10^{-10} \text{ m} \\ \text{AA6061} : a_{\text{AA6061}} &= 4,0512 \cdot 10^{-10} \text{ m} \rightarrow b_{\text{AA6061}} = 2,865 \cdot 10^{-10} \text{ m.} \end{aligned} \quad (3.5)$$

Wie in Abb. 3.6(a) zu erkennen, steigt die Fließspannung nicht unendlich schnell an, sondern ist durch die elastische Steifigkeit von Probe und Verformungsanlage begrenzt. Der Extremwert des Spannungssprungs $\Delta\sigma_i$ wird daher nicht exakt zum Zeitpunkt des Dehnratenwechsels erreicht, sondern erst nach weiterer Dehnung. Während dieser paßt sich jedoch der Reckalterungszustand des Material bereits der neuen Dehnraten an, so daß $\Delta\sigma_i$ aus Dehnratenwechsel-Experimenten zu klein bestimmt wird [145].

Aus diesem Grund sind zur Bestimmung der instantanen Dehnratenempfindlichkeit S_i Relaxationsexperimente besser geeignet, da dort die elastischen Effekte berücksichtigt werden.

Relaxationsexperimente

Bei Spannungsrelaxations-Experimenten wird das Querhaupt der Verformungsanlage angehalten. Dabei relaxiert die Spannung durch Umwandlung der elastischen Verformung der Zugmaschine in eine plastische Dehnung der Probe, wie in Abb. 3.6(b) gezeigt. Während der Relaxation tritt bei ausreichend hohen Wartezeiten statische Reckalterung auf, die bei Wiederbeginn der Verformung zu einer Spannungsüberhöhung führt.

Zu Beginn der Relaxation ist die Verfestigung der Probe aufgrund der Reckalterung noch vernachlässigbar, daher kann aus der Anfangssteigung der Spannungs-Zeit-Kurve und dem Betrag des Burgersvektors b (s. Glg. 3.5) die instantane Dehnratenempfindlichkeit

$$S_i = \frac{b^3}{kT} \left(\frac{\sigma}{\ln(-\dot{\sigma})} \right) \quad (3.6)$$

bestimmt werden. Aus dieser ergibt sich außerdem das Aktivierungsvolumen

$$V_a = \frac{b^3}{S_i} = kT \left(\frac{\ln(-\dot{\sigma})}{\sigma} \right) \quad (3.7)$$

und damit ein Maß für den effektiven Abstand der Hindernisse.

Auch bei Relaxationsexperimenten werden im Verlauf einer Messung mehrere Relaxationen durchgeführt, um die Spannungsabhängigkeit des Aktivierungsvolumens zu untersuchen. Bei Auftreten der PLC-Instabilitäten ist hier ebenfalls meist keine Auswertung möglich, da die Relaxation üblicherweise bei einem Lasteinbruch beginnt und die Anfangssteigung der Relaxation daher nicht den wahren Spannungszustand widerspiegelt.

3.3 Optisches Extensometer

Zur kontaktlosen Messung der lokalisierten Verformung gibt es eine Reihe von Verfahren, die auf Detektion der akustischen (Messung der akustischen Emission [32, 33]), optischen (Laserextensometer (z. B. [83, 152]), Video-Analyse (z. B. [30]), Laser-Speckle-Interferometrie (z. B. [139, 140]) und REM-Untersuchungen (z. B. [39])) oder thermischen (z. B. [40, 46, 99, 129, 130]) Begleiterscheinungen der lokalen Verformung basieren.

Im Rahmen der DFG-Forschergruppe 258 wurde in Zusammenarbeit mit *L. Casarotto* (Inst. für Produktionsmeßtechnik (IPROM), TU Braunschweig) ein Aufbau zur Aufnahme der PLC-Bänder mit hoher zeitlicher und räumlicher Auflösung („optisches Extensometer“ [27]) an die hier verwendete Verformungsanlage angebracht.

Die Probe wird dabei von der einen Seite mit einer Zeilenkamera aufgenommen. Auf dieser Seite ist die Probe mit einem Streifenmuster quer zur Zugrichtung versehen, so daß durch Detektion einer Verschiebung der Streifen das Durchlaufen eines PLC-Bandes mit hoher Genauigkeit erfaßt werden kann (Genauigkeit durch Interpolation in der Größenordnung von 0,1 Pixel \cong 5 μ m). Die andere Seite wird von einer digitalen Flächenkamera beobachtet (Abb. 3.7).

Die ursprüngliche Planung sah vor, die auf einem Linearmotor befestigte Flächenkamera dem sich bewegenden PLC-Band folgen zu lassen, entsprechend der mit der Zeilenkamera erfaßten Position des Bandes.

Die technischen Schwierigkeiten, die Kamera mit sehr hohen Beschleunigungen und Geschwindigkeiten zu bewegen, konnten aufgrund der hohen Auflösung der Flächenkamera insofern vermieden werden, als letztlich nur ein Ausschnitt (4 \times 5 mm²) der Probe mit hoher zeitlicher Auflösung beobachtet wurde. Der

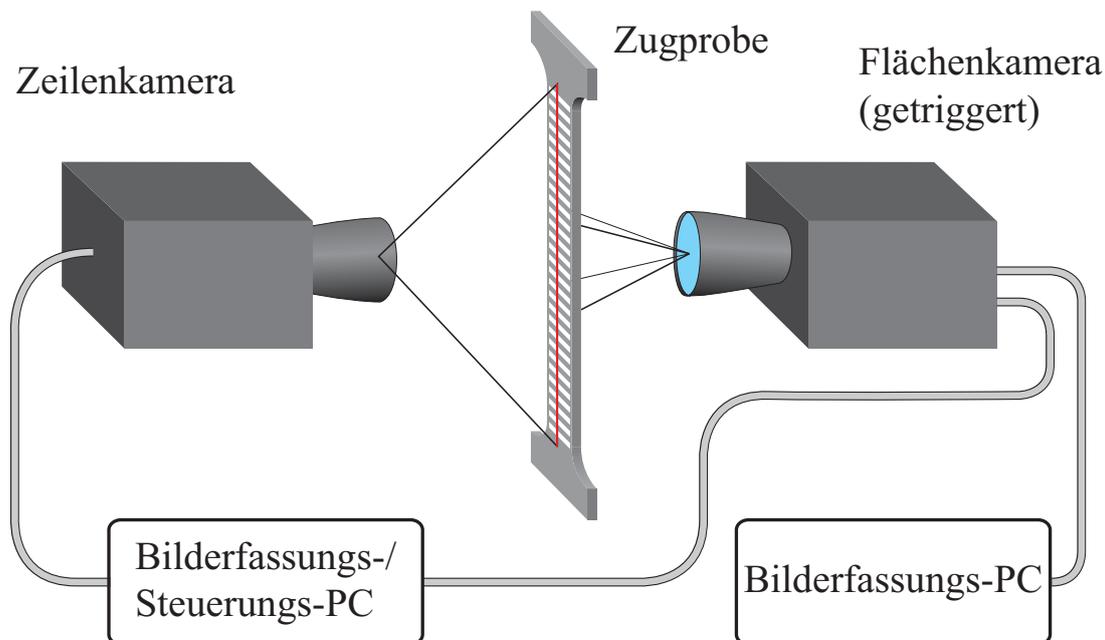


Abbildung 3.7: „Optisches Extensometer“ zur Beobachtung der PLC-Bänder [27].

Ringspeicher der Framebuffer-Karte bzw. später der Kamera selbst wurde ausgelesen, sobald durch die Zeilenkamera eine Verschiebung im Streifenmuster auf Höhe des durch die Flächenkamera beobachteten Probenbereichs erkannt wurde.

Die zu Beginn verwendete CCD-Kamera (SONY XC-HR300) hatte eine Auflösung von 782×582 Pixeln bei einer Bildrate von 50 fps („frames per second“). Die Auflösung und vor allem die Bildrate stellte sich jedoch als ungenügend heraus, so daß eine CMOS-Kamera (VOSSKÜHLER HCC-1000F) mit einer Auflösung von 1024×1024 Pixeln und einer Bildrate von 462 fps (Vollbild) verwendet wurde. Bei dieser ließ sich zudem durch Begrenzung der verwendeten Fläche auf 1024×512 Pixel eine Verdoppelung der Leserate (923 fps) erreichen.

Zur Untersuchung der PLC-Bänder wurden an der in Abschnitt 3.2.1 beschriebenen Verformungsanlage Messungen mit drei unterschiedlichen Dehnraten durchgeführt. Zur Optimierung der Einstellungen für die Bänderkennung und zur Charakterisierung der PLC-Bänder des Typs B wurde die Probe mit einer Dehnrade von etwa $1 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ verformt. Der Größe des Ringspeichers der Kamera bzw. der Framebuffer-Karte begrenzte dabei die Anzahl der aufeinanderfolgenden Aufnahmen auf 10 Sequenzen, zum Auslesen des Speichers wurde die Verformung jeweils unterbrochen. Durch statische Reckalterung kam es dabei zu einer Spannungsüberhöhung bei Wiederbeginn der Verformung, die vor erneutem Start der Aufnahme der PLC-Bänder abgewartet wurde und damit nicht in die Auswertung der Bänderigenschaften einging.

Zur Auswertung der PLC-Bänder des Typs A erfolgte die Verformung der

Probe mit Dehnraten von $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Wegen der kurzen Meßdauer wurde auf die Erkennung der Dehnungsereignisse durch die Zeilenkamera verzichtet und stattdessen der durch die Flächenkamera beobachtete Bereich über die gesamte Meßzeit aufgenommen. Die Banddetektion erfolgte anschließend mittels Bildanalyse durch Erkennung der Verschiebungen an der Probenoberfläche.

3.4 Elektronenmikroskopie

Für die Untersuchungen der Mikrostruktur steht neben einem älteren Transmissions-Elektronenmikroskop (TEM) H-700H der Fa. HITACHI seit Mitte 2002 auch ein modernes TEM LEO 922 der Firma LEO zur Verfügung. In diesem Abschnitt werden einige besondere Eigenschaften des letzteren Mikroskops vorgestellt. Zur Einführung in die allgemeinen Grundlagen der Elektronenmikroskopie, insbesondere in Hinblick auf die Entstehung des Kontrastes sowie die Abbildung von Versetzungen und Ausscheidungen, eignen sich z. B. [9, 49, 65, 117, 148].

Das für diese Arbeit hauptsächlich verwendete TEM LEO 922 mit einer Beschleunigungsspannung von 200 kV besitzt neben den im nächsten Abschnitt beschriebenen Möglichkeiten zur Elementanalyse eine verbesserte Elektronenoptik, die durch Verwendung des Köhlerschen Beleuchtungsprinzips eine Trennung von beleuchteter Fläche und Helligkeit erlaubt, so daß die Probe im normalen Betrieb immer parallel durchstrahlt wird. Zusätzlich wird durch eine Automatik in Verbindung mit einer 5-Loch-Blende im Kondensator jeweils nur der Teil der Probe beleuchtet, der für die Abbildung benötigt wird. So werden Kontamination und Beschädigung der unbeleuchteten Präparatbereiche minimiert. Neben einem an TEMs üblicherweise verfügbaren Detektor zur energiedispersiven Röntgenanalyse (EDX, Fa. OXFORD) ermöglicht der in die Säule integrierte Energiefilter zusätzlich die Elementanalyse durch Energieverlust-Spektroskopie (EELS).

OMEGA-Filter und Energieverlust-Spektroskopie

Elastische und inelastische Streuprozesse sind in einem TEM die wichtigsten Wechselwirkungen zwischen den Strahlelektronen und dem Probenmaterial. Die Ursache für die Streuung sind die Ablenkung der Elektronen im Coulombfeld der Atomkerne des Probenmaterials (elastische Streuung, analog zum Stoß zweier Teilchen mit stark unterschiedlichen Massen) bzw. die Anregung der Hüllenelektronen (inelastische Streuung, analog zum Stoß zweier Teilchen gleicher Masse).

Speziell die inelastisch gestreuten Elektronen beinhalten daher eine Vielzahl

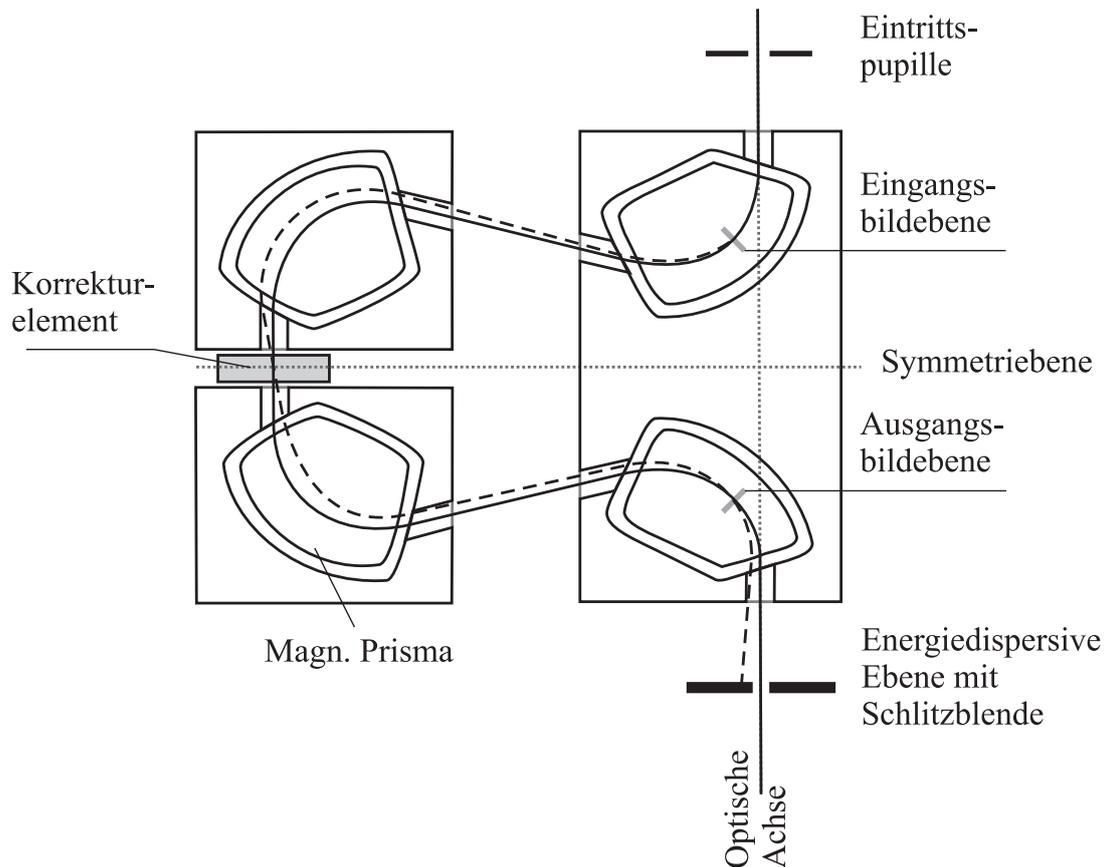


Abbildung 3.8: Schnittzeichnung des OMEGA-Filters. Der Elektronenstrahl wird durch magnetische Prismen aus der Mikroskopachse auf eine Bahn in Form des Buchstabens Ω abgelenkt. Eingangs- und Ausgangsbildebene liegen innerhalb der „konventionellen“ Mikroskopsäule. Die gestrichelte Linie beschreibt die Bahn eines Elektrons mit Energieverlust durch Wechselwirkungen mit dem Probenmaterial, die durchgezogene Linie den Verlauf ohne Energieverlust (nach [3]).

von Informationen beispielsweise über die Präparatstruktur, die Präparatdicke, sowie über die Elementverteilung. In einem konventionellen TEM können diese Informationen nicht genutzt werden. Zusätzlich vermindern inelastisch gestreute Elektronen die Bildschärfe und den Kontrast.

Die Integration eines abbildenden Spektrometers in den Strahlengang des TEM (Abb. 3.8) ermöglicht auch die Nutzung des Informationsgehaltes der inelastisch gestreuten Elektronen und die Verbesserung der Bildqualität.

Dabei wird durch das erste Projektivsystem die Strahlquelle in die (ortsfeste) Eintrittspupille des Energiefilters abgebildet. Der Filter erzeugt nun ein Abbild der Eintrittspupille in der energiedispersiven Ebene des Filters. Dieses Bild stellt ein Energieverlustspektrum des beleuchteten Objektbereiches dar. Mit Hilfe eines Analysatorspaltes in der (ebenfalls ortsfesten) energiedispersiven Ebene läßt sich ein Energiefenster beliebiger Breite für die Abbildung des Objekts einstellen. Dabei bestimmt die Breite des Energiefensters die Energieauflösung im Bild.

Der Analysatorspalt befindet sich in der optischen Achse des Mikroskops. Durch

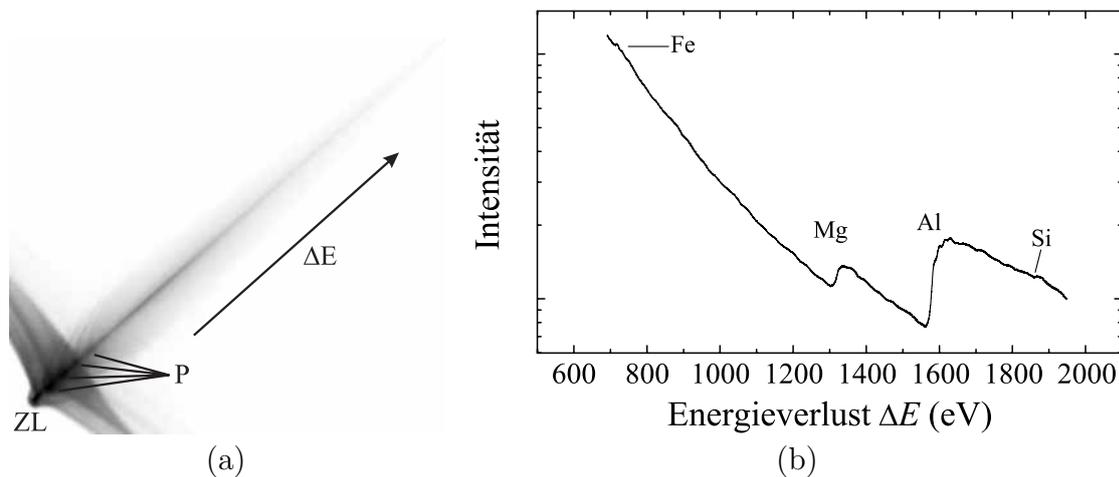


Abbildung 3.9: Abbildung des Energieverlustspektrums: (a) TEM-Aufnahme (Nullverlust-Signal (ZL, „zero loss“) und Plasmonenanregungen (P)), (b) Ausschnitt des Spektrums der Legierung AA5754 mit den Ionisationskanten der Elemente Fe, Mg, Al und Si.

definierte Erhöhung der Beschleunigungsspannung (und damit der Energie der Primärelektronen) wird der materialspezifische Energieverlust eingestellt. Dadurch kann die Probe mit der auf Nullverlust justierten Elektronenoptik abgebildet und der Einfluß von Linsenfehlern verringert werden.

Durch das Energiefilter kann entweder das Energieverlustspektrum der Probe oder die Elementverteilung im betrachteten Probenausschnitt dargestellt werden.

Das Energieverlustspektrum kann in drei Bereiche unterteilt werden. Der sog. Nullverlustpeak („zero loss peak“, „ZL“ in Abb. 3.9(a)) weist in der Regel die höchste Intensität des Spektrums auf. Da er jedoch durch Elektronen erzeugt wird, die lediglich elastisch mit dem Probenmaterial wechselwirken, enthält er keine materialspezifischen Informationen.

Energieverluste bis etwa $\Delta E \leq 50 \text{ eV}$ werden einerseits von der Wechselwirkung der Strahlelektronen mit schwach gebundenen Elektronen auf den äußeren Schalen der Probenatome (Plasmonen-Anregung, „P“ in Abb. 3.9(a)) und andererseits von Inter- bzw. Intraband-Übergängen der Hüllenelektronen verursacht. In diesem kleinen Energieintervall ist die Elementanalytik jedoch nur eingeschränkt möglich. Zu diesem Zweck werden Elektronen mit Energieverlusten $\Delta E > 50 \text{ eV}$ (bis etwa 2 keV) verwendet. In diesem Bereich des Spektrums wird ausreichend Energie auf die Probe übertragen, daß Elektronen auf den inneren Schalen aus dem Coulombfeld des Atomkerns entfernt werden (Ionisation).

Bei Aufnahme eines Spektrums führen elementabhängige Energieverluste in der Probe zu einer erhöhten Intensität an den entsprechenden Stellen im Energieverlustspektrum. Diese sog. Ionisationskanten der Elemente Eisen (Fe), Magnesium (Mg), Aluminium (Al) und Silizium (Si) sind in dem in Abb. 3.9b

gezeigten Ausschnitt des Energieverlustspektrums der Legierung AA5754 markiert.

Im abbildenden Betrieb wird durch Auswahl eines bestimmten Energieverlustes mittels der Filterausgangsblende die Verteilung des jeweiligen Elements in der Probe sichtbar gemacht. Dabei werden zur Abbildung nur die Elektronen verwendet, welche in der Probe durch inelastische Wechselwirkung die eingestellte Energie verloren haben. Durch Kombination mehrerer solcher Aufnahmen zu unterschiedlichen Elementen kann deren Verteilung im betrachteten Probenausschnitt dargestellt werden.

Wichtige Voraussetzung zur abbildenden Energieverlustspektroskopie ist eine möglichst geringe Probendicke, da sonst durch Mehrfach-Absorption im Probenmaterial insbesondere bei hohen Energieverlust-Werten ($\Delta E > 1 \text{ keV}$) nur eine geringe Intensität zur Verfügung steht.

3.4.1 Präparation

Zur Untersuchung der Mikrostruktur mit dem Elektronenmikroskop ist eine geeignete Präparation der Proben unabdingbar. Die im TEM maximal durchstrahlbare Dicke beträgt auch bei der meist verwendeten Beschleunigungsspannung von 200 kV in der Regel lediglich einige hundert Nanometer, die Abmessungen der Zugproben sind hier jedoch im Millimeterbereich angesiedelt. Zur Präparation der Proben für die EM-Untersuchungen sind daher einige Schritte nötig, wobei jedoch darauf zu achten ist, die Mikrostruktur nach der Messung nicht durch die Präparation zu verändern (mechanisch/thermisch).

Schleifen

Erster Schritt ist in der Regel das Schleifen der Zugproben. Hierbei werden diese auf einem Schleiftisch der Fa. STRUERS mit Papier der Körnung 1000 beidseitig bis zu einer Enddicke von ca. 150 bis 200 μm geschliffen. Durch das mechanische Verfahren werden zwar Versetzungen in die Probe eingebracht, in den folgenden Schritten wird jedoch die betroffene Schicht der Proben abgetragen, so daß später kein Einfluß auf die Mikrostruktur zu beobachten ist.

Elektrolyt-Polieren

Bei metallischen Proben kann nun als weiterer Schritt das Elektrolytpolieren durchgeführt werden. In dem zur Verfügung stehenden Gerät (Tenupol II der Fa. STRUERS) wird dabei die Probe beidseitig mit dem Elektrolyt gespült (s. Abb. 3.10(a)), bis der Photodetektor ein Loch in der Probe feststellt. Wird die

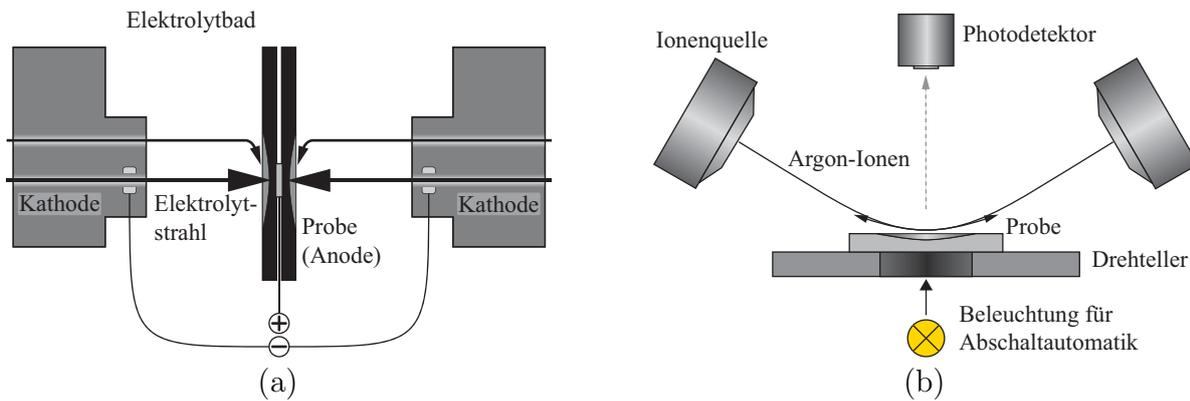


Abbildung 3.10: Verfahren zur TEM-Präparation (schematisch): (a) Elektrolytpolitur (b) Ionendünnen.

Probe sofort mit destilliertem Wasser und Alkohol gereinigt, ist der Lochrand bereits dünn genug, um im TEM durchstrahlt werden zu können.

Der verwendete Elektrolyt besteht aus 60 ml Perchlorsäure, 640 ml Methanol, 400 ml Butylglykol und 7 g Harnstoff. Dieser Elektrolyt muß gekühlt werden, da die Kombination von Perchlorsäure und Methanol bei Temperaturen oberhalb Raumtemperatur exotherm reagieren kann. Durch die Kühlung des Elektrolyten auf $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ wird außerdem dessen Viskosität erhöht und damit eine gleichmäßigere Benetzung der Probe erreicht.

Wichtige Voraussetzung bei der Elektrolytpolitur ist die etwa gleiche Abtragarate der zu polierenden Phasen. Ist dies bei den AlMg-Legierungen und deren Ausscheidungen noch der Fall, scheidet diese Methode für den Verbundwerkstoff (AlMg-Matrix, Keramikpartikel) aus, da hierbei nur die Matrix geätzt wird und die Partikel letztlich aus der Matrix herausfallen und ein Loch hinterlassen, dessen Rand jedoch meist nicht durchstrahlbar ist. Hier war nur die im folgenden Abschnitt beschriebene Methode des Ionendünnens anwendbar.

Ionendünnen

Beim Ionendünnen (Ionenätzanlage BALTEC RES010) wird im Vakuum ($p \approx 1 \cdot 10^{-6}$ mbar) Argon ionisiert und durch eine Hochspannung (≈ 5 kV) ein- oder beidseitig auf die (rotierende) Probenoberfläche beschleunigt (Abb. 3.10(b)). Durch die Energie der Ar-Ionen beim Aufprall wird das Probenmaterial abgetragen und es entsteht in der Probenmitte eine Mulde. Auch hier wird der Dünnungsprozeß bei Entstehung eines Loches abgebrochen, der Lochrand ist dann im TEM durchstrahlbar.

Vorteil der Ionendünnung ist die Möglichkeit zur genauen Kontrolle der Parameter (Strahlstrom, Hochspannung, Ätzwinkel) sowie die gleichmäßige Abtragarate, Nachteil ist die lange Prozeßdauer, da die Abtragarate lediglich einige Mikrometer pro Stunde beträgt. Außerdem werden vorhandene Oberflächenu-

nebenheiten (bspw. Schleifriefen) durch das Ionendünnen nicht beseitigt, so daß die Elektrolytpolitur als Zwischenschritt zu empfehlen ist.

Die durch die Ar-Ionen übertragene Energie führt zu einer Erwärmung der Probe, die zu Veränderungen der Mikrostruktur führen kann. Zusätzlich kommt es bei zu großem Einstrahlwinkel und zu hoher Beschleunigungsspannung durch Implantation von Ar-Ionen zu einer Schädigung des Probenmaterials. Ein flacher Ätzwinkel bietet darüber hinaus den Vorteil eines breiteren durchstrahlbaren Bereichs um das Loch in der Probenmitte.

Um die Mikrostruktur möglichst nicht zu verändern, wurde in dieser Arbeit in der Regel mit einer Beschleunigungsspannung von 5 kV, einem Strahlstrom von 1-2 mA und einem Ätzwinkel von 10-12° gearbeitet.

4 Ergebnisse

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse für die untersuchten Werkstoffe dargestellt und diskutiert. Die Abschnitte sind unterteilt entsprechend der zugrundeliegenden Matrixlegierung (AA5754 und AA6061) sowie dort weiter in Abschnitte zu den Materialklassen *Matrix* (AlMg-Legierungen) sowie *Verbundwerkstoff* (AlMg-Legierung mit Al₂O₃-Partikeln).

4.1 AlMg3 (AA5754)

4.1.1 Matrix

Zur Untersuchung des Verbundwerkstoffs und zur Bewertung der Meßergebnisse ist die Kenntnis der Eigenschaften der zugrundeliegenden Matrixlegierung erforderlich. Dazu werden typische Merkmale der Verformungskurven, wie die kritische Fließspannung σ_0 am Übergang der elastischen zur plastischen Verformung, die Einsatzdehnung ε_c des PLC-Effekts und die Größe der Spannungseinbrüche $\Delta\sigma$ bestimmt. Zunächst wird auf die Ergebnisse der Mikrostrukturuntersuchungen eingegangen, da diese zur Erklärung oben genannter Beobachtungen herangezogen werden.

Die in diesem Abschnitt vorgestellten Ergebnisse stammen zum Teil aus Messungen, die im Rahmen der Diplomarbeit von F. Krawehl an der Legierung AA5754 durchgeführt wurden [88].

Bei Untersuchungen mit dem Transmissions-Elektronenmikroskop (TEM) wurden Ausscheidungen im Probenmaterial beobachtet. Wenngleich der verwendete Werkstoff in die Materialklasse nicht ausscheidungshärtender Aluminium-Legierungen einzuordnen ist, sollte der Einfluß der Ausscheidungen auf das Verformungsverhalten der Legierung überprüft werden.

Zur Einstellung unterschiedlicher Ausscheidungszustände wurden die Legierungen nach dem Homogenisieren bei 673 K zunächst im Wasserbad auf Raumtemperatur abgeschreckt. Untersucht wurde dann der Einfluß unterschiedlicher Auslagerungszeiten und -temperaturen. Bei geringen Temperaturen (hier

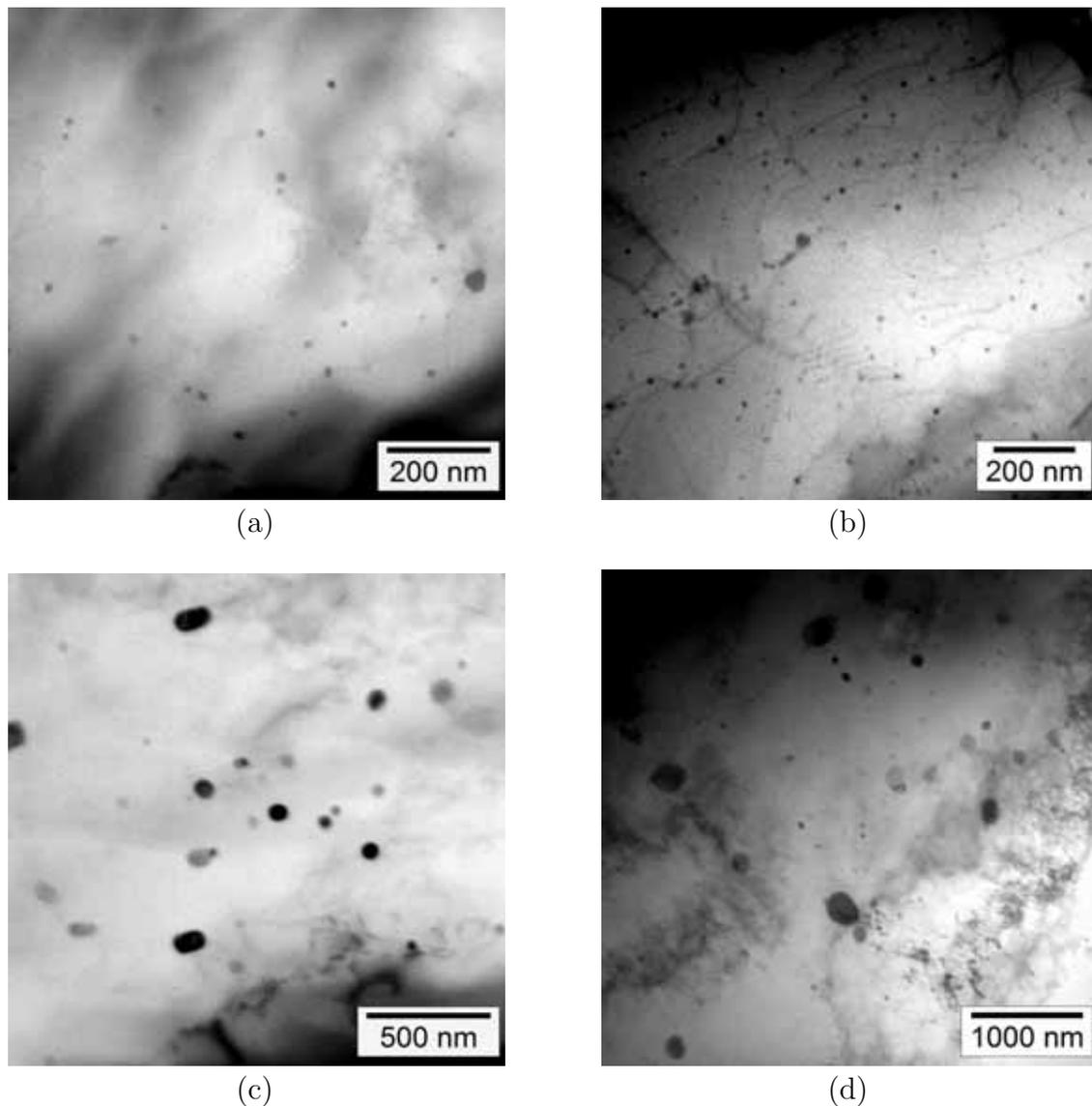


Abbildung 4.1: TEM-Aufnahmen der Zugproben der Legierung AA5754 mit unterschiedlicher Temperaturbehandlung: (a) nicht ausgelagert, (b) 600 h bei Raumtemperatur, (c) 600 h bei 413 K, (d) 120 h bei Raumtemperatur gefolgt von 120 h bei 413 K.

Raumtemperatur) kommt es wegen der größeren Temperaturdifferenz zur Gleichgewichtstemperatur der Legierung zu einer erhöhten Anzahl von Ausscheidungskeimen, während bei erhöhter Temperatur (hier 413 K) wegen der geringeren Unterkühlung weniger Keime gebildet werden, diese jedoch schneller wachsen. Die Auslagerungszeit beeinflusst sowohl die Anzahl der Keime als auch deren Größe.

Die meisten Auslagerungsbehandlungen erfolgten bei einer der genannten Temperaturen für unterschiedlich lange Zeiten. Einige Proben wurden zuerst bei Raumtemperatur und anschließend bei erhöhter Temperatur ausgelagert, um zunächst eine große Anzahl vom Keimen zu erhalten und diese dann bei höherer Temperatur zu vergrößern. Das Wachstum der Ausscheidungen erfolgte

dabei zum einen aufgrund der erleichterten Fremdatom-Diffusion bei höheren Temperaturen als auch auf Kosten kleinerer Keime (*Ostwald-Reifung*).

Abb. 4.1 zeigt Beispiele für TEM-Aufnahmen unterschiedlich wärmebehandelter Proben. Da wegen unterschiedlicher Kontrastlage nicht alle Ausscheidungen gleichzeitig beobachtet werden können und wegen der großen Streuung des Durchmessers der Ausscheidungen ist eine quantitative Auswertung der Ausscheidungsichte nur innerhalb weit gefaßter Fehlerschranken möglich [88]. Der optische Eindruck der TEM-Aufnahmen zeigt jedoch eine Zunahme der Ausscheidungsanzahl durch Auslagerung bei Raumtemperatur sowie ein Wachstum der Ausscheidungen durch Warmauslagerung.

Die Elementanalyse mittels energiedispersiver Röntgenanalyse (EDX) ergibt einen erhöhten Anteil von Eisen und Mangan in den beobachteten Ausscheidungen, der Anteil von Magnesium weist dagegen keine Unterschiede zum umgebenden Material auf. Während die Löslichkeit von Magnesium in Aluminium bei der zum Homogenisieren verwendeten Temperatur (673 K) bei einigen Gewichtsprozent [62] und damit oberhalb des in der Legierung enthaltenen Anteils liegt (vgl. Tab. 3.1a), sind die ebenfalls enthaltenen Elemente Eisen und Mangan bei dieser Temperatur nahezu nicht löslich (Fe: 0,006 gew.%¹, Mn: 0,35 % [62]). Damit kommt es bereits bei der Herstellung der Proben zur Bildung eisen- und manganreicher Ausscheidungen (Zusammensetzung (Mn,Fe)Al₆ [131, 132]), die auch bei der Homogenisierung nicht aufgelöst werden.

In Abb. 4.2 sind Spannungs-Dehnungs-Kurven der Matrixlegierung im abgeschreckten Zustand (von 673 K auf Raumtemperatur) dargestellt. Sie zeigen für alle gemessenen Dehnraten das Auftreten des PLC-Effekts, auffällig ist jedoch der verzögerte Einsatz der Spannungsfuktuationen im Fall niedriger Dehnraten. Dies wird in Abschnitt 4.1.1 weiter behandelt werden.

Die Verfestigungsrate $\theta = d\sigma/d\varepsilon$ weist für alle Dehnraten Werte zwischen ca. 2300 MPa zu Beginn der plastischen Verformung und ca. 200 MPa kurz vor der Einschnürung der Proben auf. Da die Fließspannung und die Verfestigungsrate keine Abhängigkeit von der aufgeprägten Dehnraten zeigen, unterscheidet sich das Spannungsniveau der einzelnen Meßkurven kaum. Aus diesem Grund sind diese um 50 MPa gegenüber der jeweils vorhergehenden Kurve verschoben dargestellt.

Anhand der Form der Lasteinbrüche kann eine Aufteilung in die unterschiedlichen PLC-Typen vorgenommen werden. Bei den kleinen Dehnraten bis einschließlich etwa $\dot{\varepsilon} = 1 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ werden sägezahnartige Lastzacken stets unterhalb des Spannungsniveaus stabiler Verformung beobachtet (Typ C). Bei den nächsthöheren Dehnraten treten dann Lastzacken auf, die zwar ebenfalls

¹ Durch extrem hohe Abkühlraten kann eine übersättigte Lösung mit 0,17gew.% Fe erreicht werden. [62]

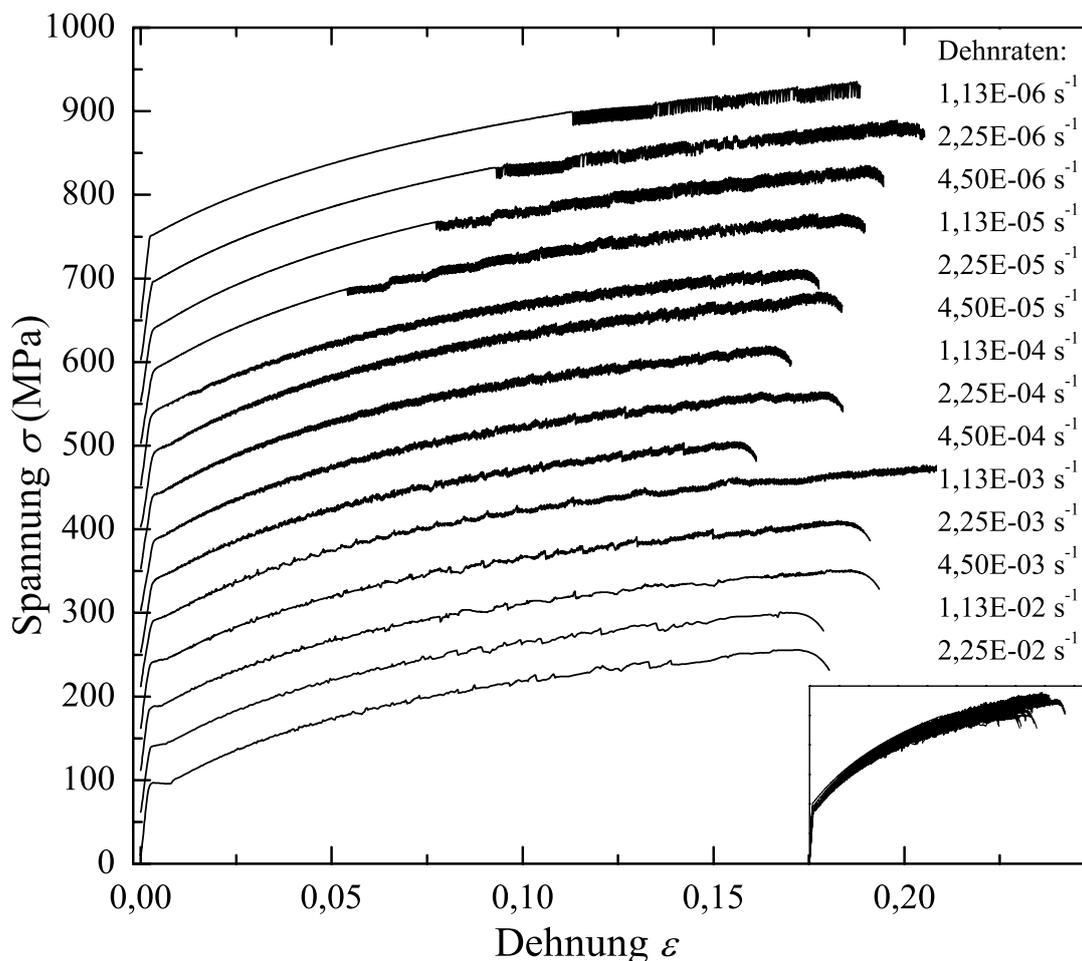


Abbildung 4.2: Spannungs-Dehnungs-Kurven für das Matrixmaterial AA5754 im abgeschreckten Zustand in einem Dehnratenspektrum von $1 \cdot 10^{-6}$ bis $4,5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Zur besseren Unterscheidbarkeit sind die Kurven jeweils um 50 MPa verschoben, der tatsächliche Verlauf ist unten rechts zu sehen.

sägezahnartig sind, jedoch um das allgemeine Spannungsniveau oszillieren (Typ B), bis bei Dehnraten größer als $\dot{\epsilon} = 1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ein Übergang zum Typ A erfolgt. Die beiden Kurven bei $\dot{\epsilon} = 1,13 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ bzw. $2,25 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ weisen dabei eine Kombination aus den beiden Typen A und B auf: Zu Beginn treten in annähernd gleichen Intervallen Spannungsfluktuationen des Typs A auf, bei höheren Dehnungen erfolgt ein Übergang zu sägezahnartigen Lastzacken des Typs B.

Fließgrenze

Als Fließgrenze wird der Übergang von der elastischen Verformung zu Beginn einer Messung zur plastischen Verformung bezeichnet. Dieser Wert wird durch Extrapolation der Verformungskurve im elastischen Bereich und zu Beginn der plastischen Verformung bestimmt. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen sind in Abb. 4.3 dargestellt. Eine Dehnratenabhängigkeit der Fließgrenze wird nicht festgestellt, daher zeigt die Abbildung die Abhängigkeit der mittleren

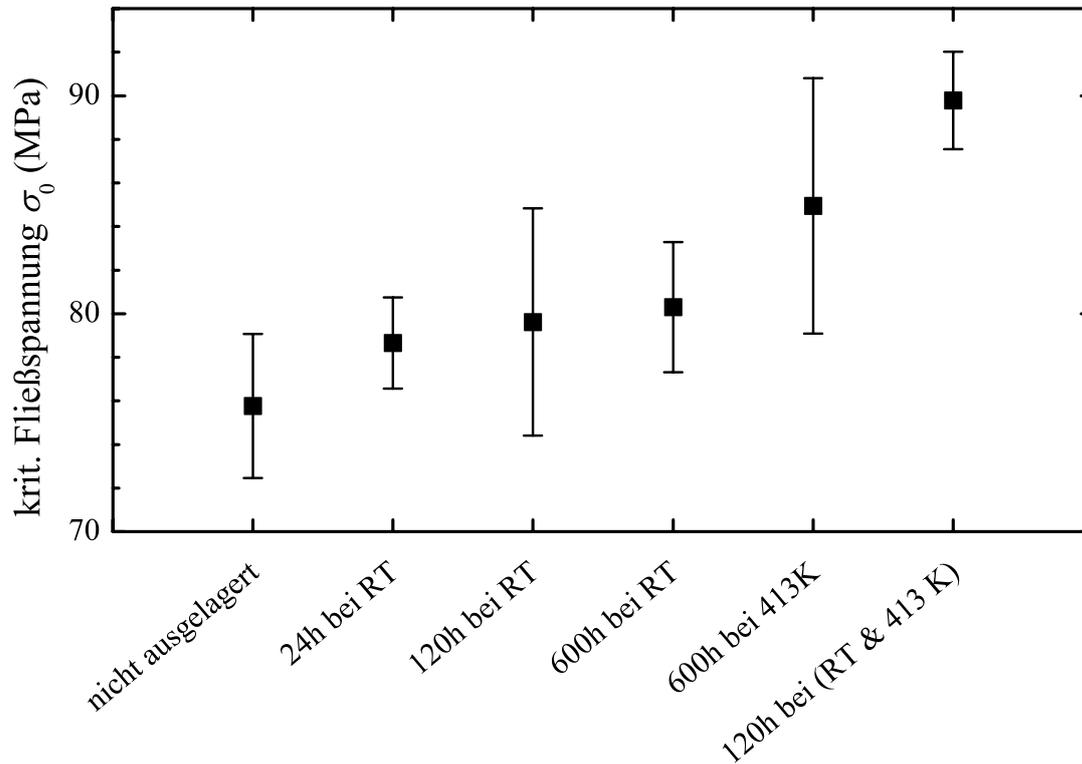


Abbildung 4.3: Vergleich der kritischen Fließspannungen der Matrixlegierung AA5754 für verschiedene Alterungsbehandlungen (Mittelwerte mit Standardabweichung).

kritischen Fließspannung σ_0 in Abhängigkeit von der Temperaturbehandlung. Erwartungsgemäß steigt die Fließspannung mit zunehmender Auslagerungszeit (mehr Gleithindernisse) und -temperatur (stärkere Hindernisse) leicht an. Die größte Auswirkung hat dabei die Wärmebehandlung, bei der durch Auslagerung bei Raumtemperatur (120 h) zunächst eine große Anzahl vom Keimen erzeugt wurde, die dann durch anschließende Warmauslagerung (120 h bei 413 K) anwuchsen.

Eine effektive Ausscheidungshärtung ist allerdings bei dieser Legierung nicht zu beobachten.

Mit zunehmender Auslagerungszeit und -temperatur weisen die Spannungs-Dehnungs-Kurven dieser Legierung zu Beginn des plastischen Fließens teils ausgeprägte Lüdersbandverformung auf (Abb. 4.4). Dieses Phänomen ist dem PLC-Effekt ähnlich, da es ebenfalls durch die Ablösung der Versetzungen von ihren Gleithindernissen und die daraus resultierende Konzentration der Dehnung in einem kleinen Bereich der Probe verursacht wird.

Zunächst kommt es durch Spannungs-konzentrationen an der Probenoberfläche oder in der Nähe der Probenfassungen zum Losreißen einzelner Versetzungen, die dann als Quelle für eine rasche Versetzungsmultiplikation dienen. Dadurch entsteht ein Bereich stark lokalisierter Dehnung, das sog. Lüdersband [59, 67, 137]. Ist dieses vollständig ausgebildet (begleitet von einem Spannungsabfall von der sog. oberen zur unteren Streckgrenze), bewegt es sich durch

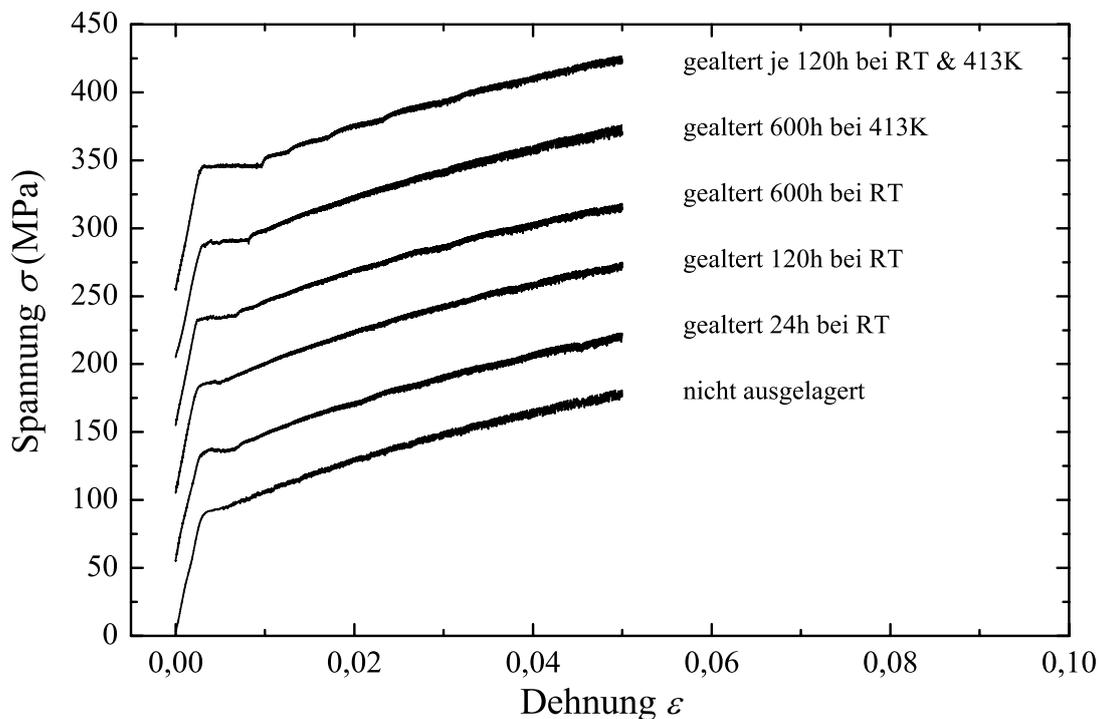


Abbildung 4.4: Lüdersbandverformung mit zunehmender Auslagerungsdauer bei einer Dehnrage von $\dot{\epsilon} = 1,13 \cdot 10^{-4} s^{-1}$. Zur besseren Unterscheidung sind die Kurven jeweils um 50 MPa gegenüber der vorhergehenden nach oben verschoben.

weitere Versetzungsmultiplikation an der Bandfront über die gesamte aktive Probenlänge. Die zum Losreißen der an den Gleithindernissen verankerten Versetzungen erforderliche Spannungsüberhöhung wird durch die Verringerung des Probenquerschnitts an der Front des Lüdersbands erreicht, so daß die makroskopisch beobachtete Fließspannung während der Lüdersbandverformung etwa konstant bleibt.

Da zu Beginn des Zugversuchs die Fremdatom-Diffusion wegen der geringen Zahl zur Verfügung stehender Diffusionspfade und damit die Alterung der Versetzungen noch nicht sehr effektiv ist, kann sich an die Lüdersdehnung stabile Verformung anschließen, insbesondere bei geringen Dehnraten (vgl. die Auswertung der Einsatzdehnung des PLC-Effekts im folgenden Abschnitt).

Wie aus Abb. 4.4 zu erkennen, weist die Lüdersdehnung in den Untersuchungen zu dieser Arbeit eine steigende Tendenz mit zunehmender Alterungsbehandlung auf. Analog zur Steigerung der kritischen Fließspannung ist dies ein Zeichen zunehmender Versetzungsverankerung durch die Fremdatome. Diese resultiert in einer stärkeren Spannungsüberhöhung zur Überwindung der Hindernisse, welche bei Auftreten eines Lüdersbands in eine größere Dehnung umgewandelt wird. Das Auftreten des Lüdersbands deutet jedoch auch darauf hin, daß die im Material vorhandenen Ausscheidungen von den Versetzungen geschnitten werden können und damit keine effektiven Hindernisse für die Versetzungsbewegung darstellen.

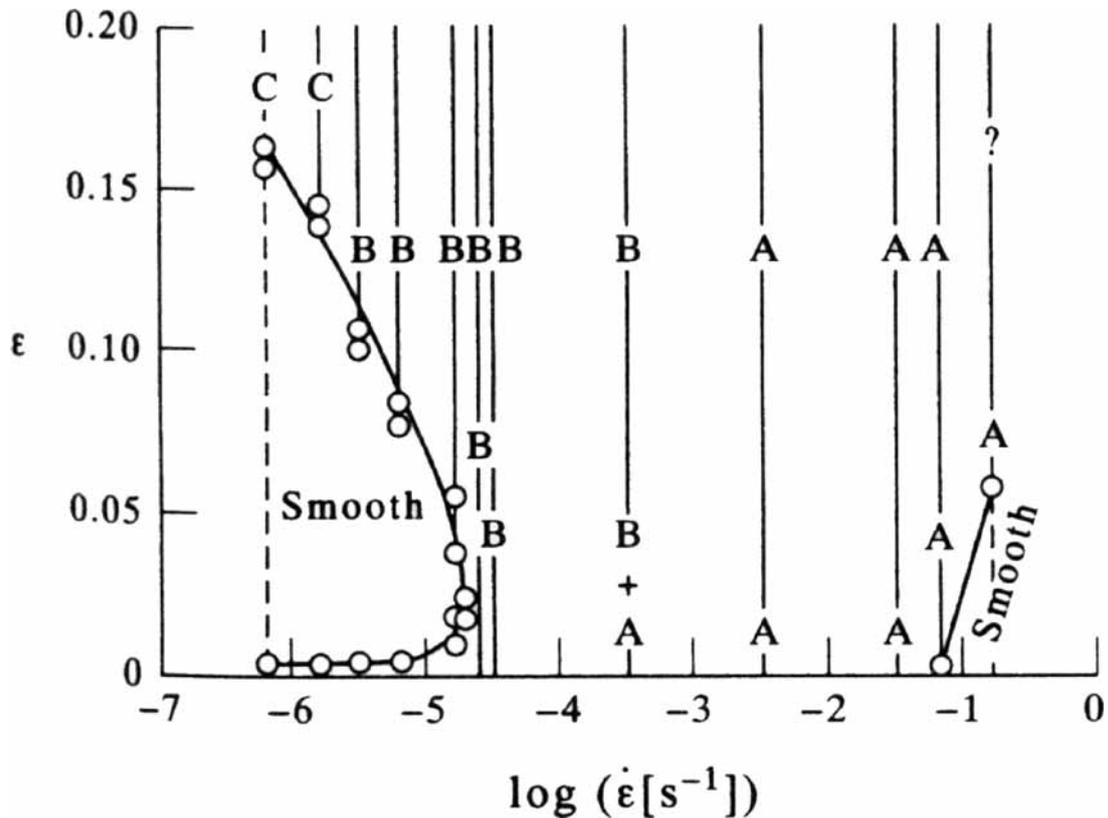


Abbildung 4.5: Dehnratenabhängigkeit der Einsatzdehnung des PLC-Effekts [13]. Weitere Erläuterung im Text.

Einsatzdehnung des PLC-Effekts

Als Einsatzdehnung des PLC-Effekts wird diejenige Dehnung bezeichnet, bei der zuerst Spannungsfluktuationen auftreten. Als Grundlage dieser Untersuchungen dient Abb. 4.5 [13]. Sie zeigt als senkrechte Linien die Dehnung aus Messungen bei konstanter Dehnrates, die Buchstaben stehen für den im Lauf der Verformung beobachteten PLC-Typ. Die Kreise kennzeichnen die Einsatzdehnung des PLC-Effekts, die sich bei den einzelnen Messungen ergab.

Für zunehmende Dehnrates wird zunächst eine Abnahme der Einsatzdehnung ϵ_c beobachtet (sog. „anomaler“ bzw. „inverser“ PLC-Effekt, s. u.), bis bei Dehnrates $\dot{\epsilon} \gtrsim 3 \cdot 10^{-5}$ Instabilitäten mit Beginn der plastischen Verformung auftreten. Für Dehnrates $\dot{\epsilon} \approx 1 \cdot 10^{-1} \text{s}^{-1}$ und größer steigt die Einsatzdehnung erneut an („normales Verhalten“).

Die untere Grenze des stabilen Bereichs für kleine Dehnrates (Abb. 4.5, „smooth“) wird durch das Auftreten von Lüdersbändern bestimmt, an welche sich zunächst stabile plastische Verformung anschließt (s. o.).

Die Ergebnisse dieser Arbeit sind in Abb. 4.6 dargestellt. Sie zeigen ebenfalls mit zunehmender Dehnrates zunächst eine Abnahme der Einsatzdehnung mit

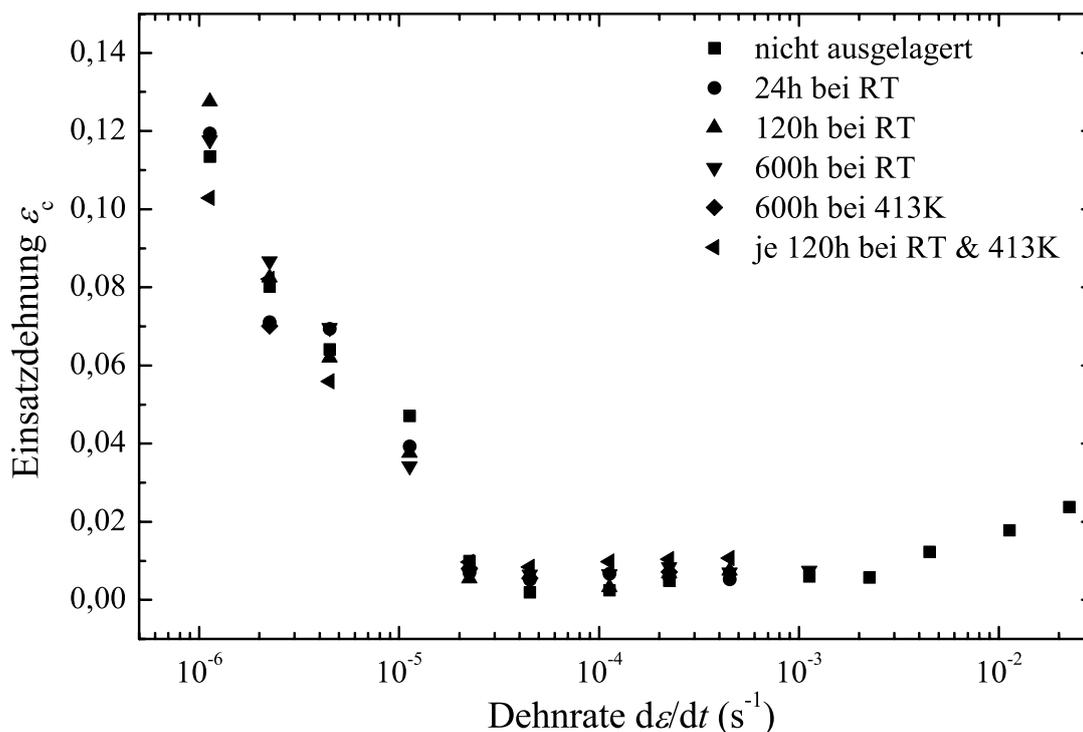


Abbildung 4.6: Einsatzdehnungen des PLC-Effekts für verschiedene Alterungsbehandlungen.

zunehmender Dehnrate², bis die Instabilitäten mit Beginn der plastischen Verformung auftreten.

Grund für die Abnahme der Einsatzdehnung ist sinkende Effektivität der dynamischen Reckalterung. Für kleine Dehnraten (das heißt lange Wartezeiten der Versetzungen an den Hindernissen, vgl. Glg. 2.3) sind die Versetzungen mit Fremdatomen gesättigt, die Zusatzenthalpie aufgrund dynamischer Reckalterung ΔG liegt nahe ihres Sättigungswertes ΔG_∞ (vgl. Glg. 2.2). Darüber hinaus sind bei diesen Dehnraten die Laufwege der Versetzungen zu gering, um den sie umgebenden Fremdatomwolken zu entkommen. Aus diesem Grund werden an Gleithindernissen aufgehaltene Versetzungen schnell wieder gealtert. Instabile Verformung ist dann erst möglich, wenn durch eine große Versetzungsdichte (das heißt hohe Dehnung) die Effektivität der dynamischen Reckalterung verringert wird.

Mit zunehmender Dehnrate (entspricht abnehmenden Wartezeiten) nimmt die Zusatzenthalpie ΔG ab, so daß geringere Dehnungen für eine instabile Verformung erforderlich sind.

Der erneute Anstieg der Einsatzdehnung wird bei der verwendeten Legierung bereits bei Dehnraten von $\dot{\varepsilon} \approx 3 - 4 \cdot 10^{-3} s^{-1}$ beobachtet und damit deutlich

² Bei einigen Proben traten aufgrund von Spannungskonzentrationen vereinzelte Instabilitäten bereits bei kleineren Dehnungen auf als hier angegeben. An diese Spannungsfuktuationen schloß sich dann weitere stabile Verformung an, so daß als Einsatzdehnung ε_c diejenige Dehnung verwendet wird, ab der die Verformung instabil blieb.

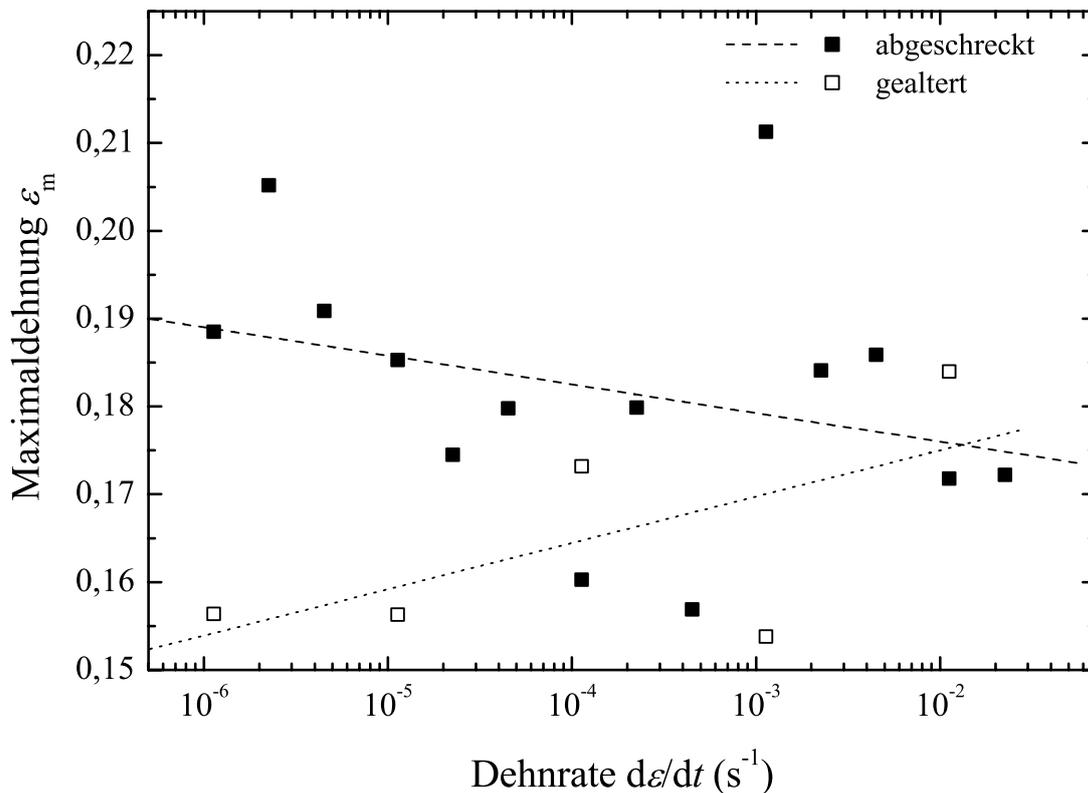


Abbildung 4.7: Maximaldehnung ε_m der Matrixlegierung AA5754 in Abhängigkeit von der Dehnrates und unterschiedlicher Temperaturbehandlung (abgeschreckt/gealtert je 120 h bei Raumtemperatur und 413K). Die Linien zeigen lediglich die Tendenz der Meßwerte.

früher als in [13]. Als Grund für das sog. normale Verhalten wird heute eine Erschöpfung der dynamischen Reckalterung angenommen (z. B. [83, 142]): Durch die relativ geringe Versetzungsdichte zu Beginn der Verformung stehen nicht genügend Diffusionswege für die Fremdatome zur Verfügung, so daß diese nicht ausreichend schnell zu den Versetzungen gelangen können und daher eine effektive Reckalterung nicht möglich ist.

Spannungskonzentrationen, beispielsweise bedingt durch Rauigkeiten der Probenoberfläche, die Probengeometrie oder die Fassungen der Proben in der Verformungsanlage, können zu einer frühen Multiplikation von Versetzungen und damit einem schnelleren Anstieg der Versetzungsdichte führen, so daß der beobachtete frühere Einsatz des PLC-Effekts damit begründet werden kann.

Wie weiter aus Abb. 4.6 zu erkennen, weisen die Einsatzdehnungen nahezu keine Abhängigkeit von der Temperaturbehandlung auf. Insbesondere die Alterung bei Raumtemperatur ist dabei zu beachten, da die Messungen bei kleiner Dehnrates bis zu etwa 50 Stunden dauern und ein Einfluß der Alterung während der Messung hier zu berücksichtigen wäre.

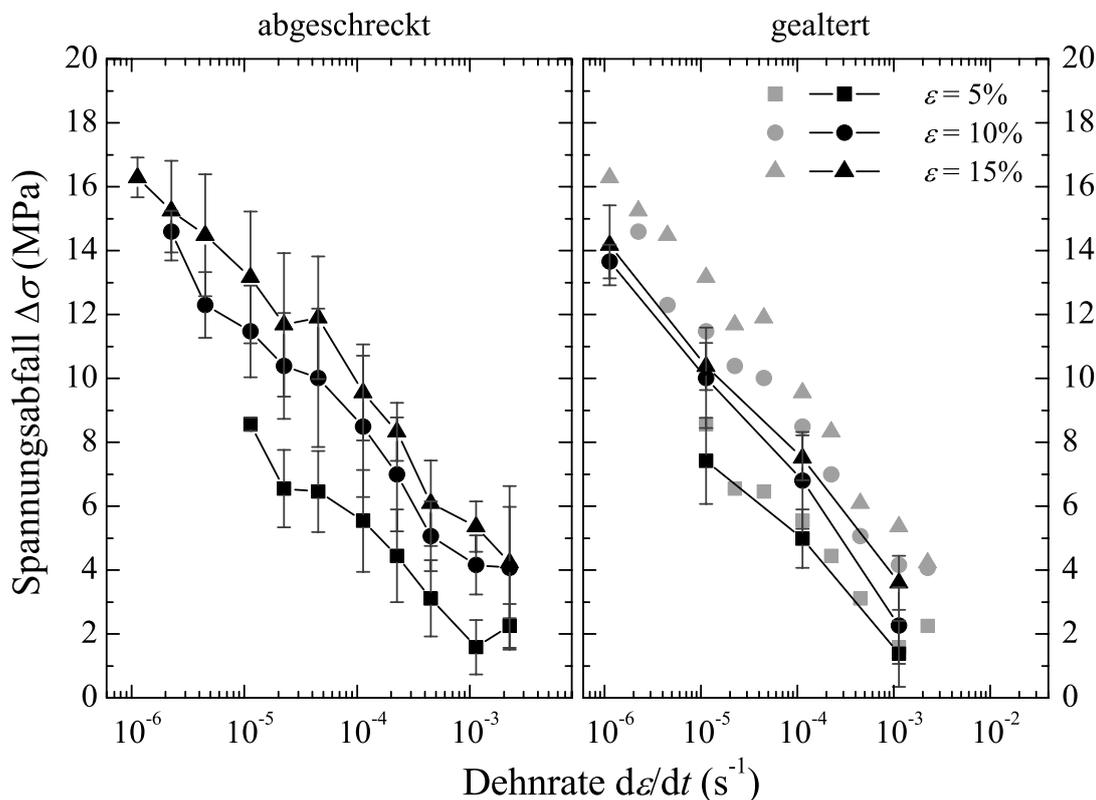


Abbildung 4.8: Tiefe der Spannungseinbrüche für das Matrixmaterial AA5754. Links im abgeschreckten Zustand, rechts nach Alterung 120 h bei Raumtemperatur und 120 h bei 413 K (in grau die Werte der abgeschreckten Legierung zum Vergleich). Die Punkte stellen den Mittelwert der Spannungsabfälle in den Intervallen $\varepsilon = 5 \pm 1$, 10 ± 1 bzw. $15 \pm 1\%$, die Fehlerbalken die Standardabweichung dar.

Maximaldehnung

In der Regel tritt am Ende einer Verformungsmessung an einer zufälligen Stelle im aktiven Teil der Zugprobe eine Einschnürung auf. Um die Ergebnisse dieser Untersuchungen vergleichen zu können, wird als Maximaldehnung der Zugproben diejenige Dehnung bestimmt, bei der die durch die Verformungsanlage aufgeprägte Kraft ihren Höchstwert erreicht.

Abb. 4.7 zeigt die Ergebnisse dieser Auswertungen. Aufgrund der Streuung der Meßwerte ist eine sichere Aussage über die Dehnratenempfindlichkeit der Maximaldehnung nicht möglich, die Linien in Abb. 4.7 zeigen daher lediglich die Tendenz der Ergebnisse in Abhängigkeit von der Dehnrates.

Spannungseinbrüche

Zur Untersuchung der Spannungseinbrüche wurde bei Auftreten des PLC-Effekts die Tiefe der Spannungsabfälle für jeweils drei verschiedene Werte der Dehnung ε bestimmt ($\varepsilon = 5 \pm 1\%$, $10 \pm 1\%$ bzw. $[15 \pm 1]\%$). Die Breite der Intervalle wurde dabei so gewählt, daß genügend Spannungsabfälle (für jede Dehnrates mindestens 30) ausgewertet werden können.

Die Auswertung wird auf die Dehnraten $\dot{\epsilon} \leq 2,25 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ beschränkt, da bei größeren Dehnraten der PLC-Typ A zu beobachten ist, der keine regelmäßigen und nur geringe Spannungsfluktuationen aufweist (vgl. Abb. 4.2).

Die Tiefe der Spannungsabfälle wächst im Lauf der Verformung (Abb. 4.8, ansteigende Werte $\Delta\sigma$ mit steigender Dehnung ϵ). Mit zunehmender Dehnung steigt die Versetzungsdichte und damit die Anzahl der Diffusionswege für Fremdatome. Zusätzlich erleichtert die größere Versetzungsdichte die Wechselwirkung der Versetzungen untereinander. Beide Effekte sorgen für eine stärkere dynamische Reckalterung [143, 144]. Zum Losreißen der Versetzungen ist somit eine höhere Spannung erforderlich, was bei Aktivierung einer Versetzungslawine in einem stärkeren Abfall der Spannung resultiert.

Mit zunehmender Dehnrates ist deutlich eine Abnahme der Tiefe der Spannungsabfälle zu beobachten. Bei höherer Verformungsgeschwindigkeit wird die Wartezeit der Versetzungen an den Hindernissen verringert, so daß den Fremdatomen weniger Zeit zur Verfügung steht, zu den blockierten Versetzungen zu diffundieren und diese zusätzlich zu verankern. Mit zunehmender Dehnrates sinkt daher die Effektivität der dynamischen Reckalterung und damit die zur Überwindung der Hindernisse erforderliche Aktivierungsenergie. Die Folge ist eine geringere Spannungsüberhöhung vor und ein geringerer Abfall der Spannung beim Losreißen der Versetzungen von ihren Hindernissen.

In Abb. 4.8 ist im rechten Teildiagramm der Einfluß der Temperaturbehandlung auf die Tiefe der Spannungseinbrüche dargestellt. Dort sind die Ergebnisse der 120 h bei Raumtemperatur und 120 h bei 413 K ausgelagerten Proben gezeigt, welche bei Untersuchung der kritischen Fließspannung (vgl. Abschn. 4.1.1) den größten Anstieg der Fließgrenze bewirkten. Für alle Dehnrates und untersuchten Dehnungsintervalle ergibt sich ein leichter Rückgang der Tiefe der Spannungsabfälle aufgrund der erhöhten Anzahl und Größe der Ausscheidungen. Diese dienen als zusätzliche Hindernisse für die Versetzungsbewegung. Wie auch die vorangegangenen Abschnitte gezeigt haben, sind die Ausscheidungen jedoch schneidbar, so daß eine effektive Reduktion oder Unterdrückung der Spannungseinbrüche bei dieser Legierung nicht erfolgt.

Klose et al. stellen in [84, 85] die Tiefe der Spannungsabfälle des PLC-Typs B in einen Zusammenhang mit dem Diffusionsexponenten n . Das dort verwendete „*pile-up*“-Modell basiert auf der Annahme einer lokalen Spannungsüberhöhung $\Delta\hat{\sigma}$ aufgrund einer Aufstauung von Versetzungen an den Gleithindernissen, die auch z. B. durch TEM-Aufnahmen *in situ* beobachtet wurde [146].

Das Losreißen einzelner Versetzungen führt dann durch rasche Multiplikation ungealterter und Aktivierung gealterter Versetzungen in der Umgebung zu Ausbildung einer neuen Versetzungslawine. Da diese Spannungsüberhöhung proportional zur Anzahl aufgestauter Versetzungen und diese wiederum

Temperaturbehandlung	Dehnung	Steigung	n (mit $q = 1/2$)
nicht ausgelagert	5%	-0,202	0,336
	10%	-0,239	0,386
	15%	-0,203	0,337
nicht ausgelagert	5%	-0,202	0,336
	10%	-0,239	0,386
	15%	-0,203	0,337
gealtert (120 h bei RT & 120 h bei 413 K)	5%	-0,173	0,295
	10%	-0,168	0,288
	15%	-0,14	0,246

Tabelle 4.1: Steigung der Ausgleichsgeraden durch die Werte der Spannungsabfälle des PLC-Typs B in Abhängigkeit von der Temperaturbehandlung. Diffusionsexponent n unter Annahme ideal aufgestauter Versetzungen (s. Text).

proportional zum resultierenden Spannungsabfall beim Losreißen ist, gilt

$$\Delta\hat{\sigma} \propto N \Delta\sigma \propto \Delta\sigma^2. \quad (4.1)$$

Die Zusatzenthalpie ΔG aufgrund der dynamischen Reckalterung in der Wartezeit Δt_σ wird als proportional zur Spannungsüberhöhung angenommen ($\Delta\hat{\sigma} \propto \Delta G^q$) mit $q = 1/2$ für ideale Aufstauungen (keine Gitterreibung, alle aufgestauten Versetzungen in einer Gleitebene) und $q = 1$ für einzelne Versetzungen.

Aufgrund der Abhängigkeit der Zusatzenthalpie von der Wartezeit am Hindernis ($\Delta G \propto (\eta\Delta t_\sigma)^n$, vgl. Glg. 2.2) und der Beziehung $\Delta\sigma = E_{\text{eff}}\dot{\epsilon}\Delta t_\sigma$ mit der effektiven Steifigkeit der Verformungsanlage E_{eff} folgt für Messungen mit konstanter Dehnrade [84] die Proportionalität

$$\Delta\sigma \propto \dot{\epsilon}^{nq/(1-nq)}. \quad (4.2)$$

Trägt man die Tiefe der Spannungsabfälle doppeltlogarithmisch gegen die Dehnrade auf, ergibt sich aus der Steigung der Ausgleichsgeraden der Diffusionsexponent n .

Da das Modell für Spannungseinbrüche des Typs B gültig ist, wird die Auswertung auf einen Bereich beschränkt, in dem die beobachteten Spannungsabfälle sicher diesem Typ zugeordnet werden können ($\dot{\epsilon} \approx 2 \cdot 10^{-5} \dots 2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$). Die resultierenden Diffusionsexponenten sind in Tab. 4.1 angegeben. Unter der Annahme idealer Aufstauung der Versetzungen ($q = 1/2$) liegen insbesondere die Ergebnisse der nicht ausgelagerten Proben nahe dem für Diffusion entlang der Versetzungslinien („*pipe diffusion*“) erwarteten Wert $n = 1/3$ [111, 143].

Die sich für 120 h bei Raumtemperatur sowie 120 h bei 413 K ausgelagerte Proben ergebenden Werte des Diffusionsexponenten sind leicht verringert. Bei diesem Auslagerungszustand sind die Fremdatome zum Teil in den beobachteten Ausscheidungen gebunden und stehen zur Alterung der Versetzungen nicht zur Verfügung. Daher sind insbesondere bei höheren Dehnraten und damit kürzeren Alterungszeiten die Spannungseinbrüche geringer, so daß insgesamt eine kleinere Steigung der Ausgleichsgeraden und daraus resultierend kleinere Werte für den Diffusionsexponenten bestimmt werden.

Dehnratenempfindlichkeit und Aktivierungsvolumen

Die Untersuchung der Dehnratenempfindlichkeit der Fließspannung dient der Charakterisierung des Einflusses der Gleithindernisse und der dynamischen Reckalterung auf die Verformung. Wie in Abschnitt 3.2.2 beschrieben, ergibt sich die instantane Dehnratenempfindlichkeit aus der Anfangssteigung des Spannungsabfalls in Relaxationsexperimenten (vgl. Glg. 3.6), die stationäre Dehnratenempfindlichkeit aus der auf einen Dehnratenwechsel folgenden Differenz der Fließspannung im Dehnratenwechselexperiment (vgl. Glg. 3.4).

Beide Verfahren zur Bestimmung der Dehnratenempfindlichkeit sind auf den stabilen Teil der Verformungskurve beschränkt. Bei Relaxationsmessungen im instabilen Teil der Spannungs-Dehnungs-Kurven erfolgt der Wechsel zwischen Verformung und Relaxation meist während eines Spannungseinbruchs, so daß die Anfangssteigung der Relaxationskurve nicht den Verformungszustand der Probe repräsentiert. Im Dehnratenwechselexperiment ist die zu beobachtende stationäre Spannungsdifferenz deutlich geringer als typische Spannungsabfälle bei Auftreten des PLC-Effekts, so daß sie im instabilen Teil der Kurve nicht ausgewertet werden kann. Da der stabile Teil der Meßkurven für alle Alterungszustände bei den kleinen Dehnraten am größten ist und viele Wechsel über den Verlauf einer Messung präzise durchgeführt werden können, stammen die im folgenden dargestellten Ergebnisse aus Relaxations- und Dehnratenwechselexperimenten mit den Dehnraten $\dot{\epsilon} \approx 1 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ bzw. $\dot{\epsilon} \approx 2 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

Zur Auswertung der Dehnratenempfindlichkeit wird diese im sogenannten *Haasen-Plot* gegen die reduzierte Spannung $(\sigma - \sigma_0)$ (σ_0 : kritische Fließspannung) aufgetragen, welche den Verformungszustand der Probe charakterisiert. Die Ergebnisse der abgeschreckten sowie 120 h bei Raumtemperatur und 120 h bei 413 K ausgelagerten Proben sind in Abb. 4.9 dargestellt. Infolge der steigenden Versetzungsdichte im Lauf der Verformung und damit der stärkeren gegenseitigen Blockade der Versetzungen nimmt die instantane Dehnratenempfindlichkeit mit wachsender Spannung kontinuierlich zu. Durch Rückextrapolation auf $(\sigma - \sigma_0) = 0$ läßt sich ein Wert für $S_{1,0}$ bestimmen, welcher den Zustand

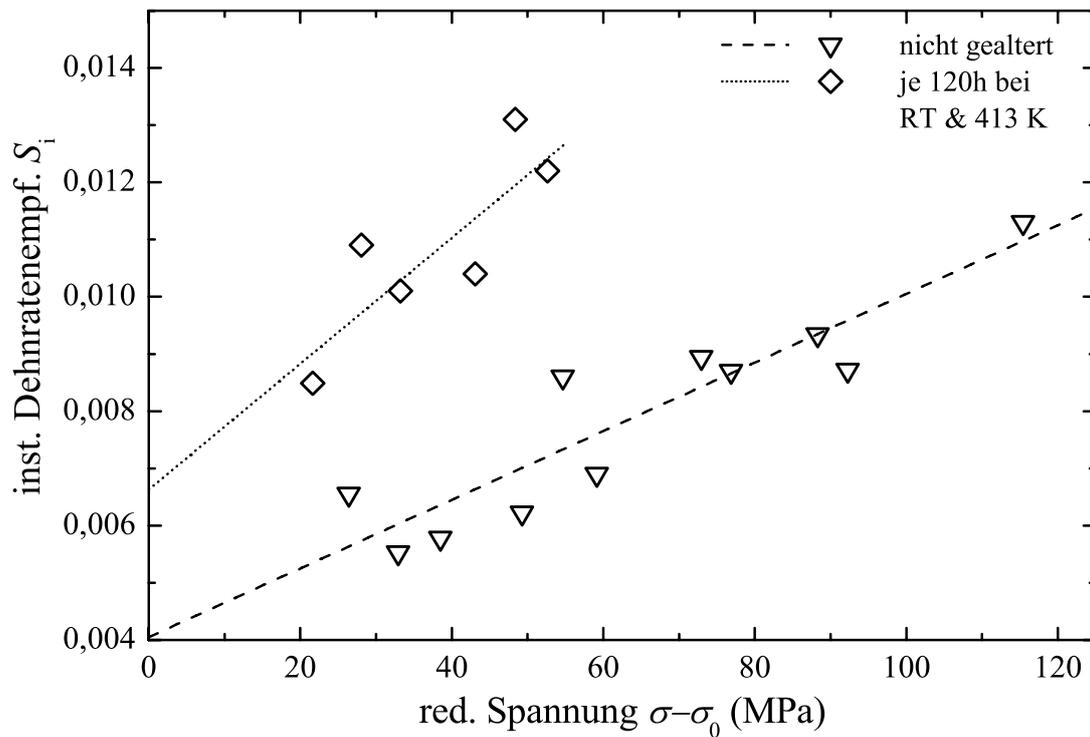


Abbildung 4.9: Instantane Dehnratenempfindlichkeit S_i der Legierung AA5754 in Abhängigkeit von der Temperaturbehandlung.

	$S_{i,0}$	V_a (nm ³)	L (nm)
abgeschreckt	0,0041	5,78	105,1
gealtert	0,0066	3,59	65,3

Tabelle 4.2: Extrapolierte instantane Dehnratenempfindlichkeit $S_{i,0}$, Aktivierungsvolumen V_a und effektiver Hindernisabstand L der Matrixlegierung AA5754 zu Beginn der plastischen Verformung in Abhängigkeit vom Alterungszustand (abgeschreckt, 120 h bei Raumtemperatur und 120 h bei 413 K gealtert).

der Probe zu Beginn der plastischen Verformung repräsentiert, in dem nur die anfangs im Material vorhandenen Versetzungen und Fremdatomcluster als Gleithindernisse wirken. Die Ergebnisse der Auswertung sind in Tab. 4.2 angegeben.

Die instantane Dehnratenempfindlichkeit ist über die Beziehung $V_a = b^3/S_i$ (vgl. Glg. 3.6) mit dem Aktivierungsvolumen V_a verbunden, welches sich geometrisch veranschaulicht [138] aus dem Betrag des Burgersvektors b , der Hindernisdicke d und dem effektiven Hindernisabstand L zu

$$V_a = \frac{2}{3}bdL, \quad (4.3)$$

ergibt. Durch den Vorfaktor $2/3$ wird die Ausbauchung der Versetzungssegmente unter Einwirkung einer externen Spannung berücksichtigt [48]. Unter der

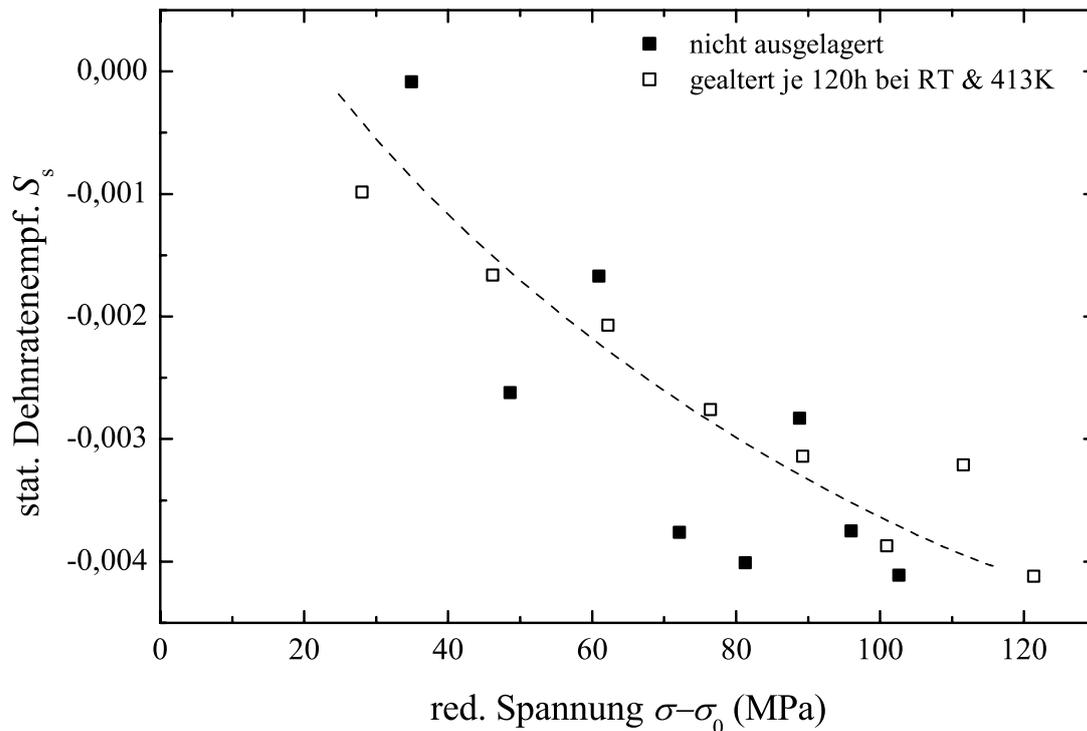


Abbildung 4.10: Stationäre Dehnratenempfindlichkeit S_s der Legierung AA5754 in Abhängigkeit von der Temperaturbehandlung.

Annahme einer Hindernisdicke in der Größenordnung des Burgersvektors (d. h. $b \approx d$, [138]) folgt für den effektiven Hindernisabstand

$$L = \frac{3}{2} \frac{b}{S_i}. \quad (4.4)$$

Mit dem Betrag des Burgersvektors $b = 0,2872 \text{ nm}$ nach Glg. 3.5 und den genannten Werten der instantanen Dehnratenempfindlichkeit ergeben sich die in Tab. 4.2 angegebenen Aktivierungsvolumen und effektiven Abstände der Gleithindernisse.

Ein Vergleich mit den Abständen der Ausscheidungen in den TEM-Aufnahmen (vgl. Abb. 4.1) zeigt eine ungefähre Übereinstimmung. Zu berücksichtigen ist dabei, daß TEM-Aufnahmen eine Projektion des Probenvolumens auf die Bildfläche sind und einige Ausscheidungen nicht im Beugungscontrast liegen und daher nicht abgebildet werden.

Die stationäre Dehnratenempfindlichkeit enthält neben einem Beitrag des Aktivierungsvolumens zusätzlich einen Beitrag der dynamischen Reckalterung (vgl. Glg. 2.6). Diese führt neben dem instantanen Spannungssprung $\Delta\sigma_i$ durch Anpassung der Alterungszeiten an die neue Verformungsrate zu einem asymptotischen Übergang zu einer um den Betrag $\Delta\sigma_s$ veränderten Fließspannung. Diese stationäre Spannungsdifferenz ergibt sich durch lineare Extrapolation der Spannungs-Dehnungs-Kurve vor dem Dehnratenwechsel. Durch die Krümmung

der Spannungs-Dehnungs-Kurven kommt es dabei zu systematischen Fehlern (die Spannungsdifferenz wird bei Wechseln zu höherer Geschwindigkeit etwas zu groß, bei Wechseln zu geringerer Geschwindigkeit etwas zu klein bestimmt): Um diese Fehler zu vermeiden, wird in der Auswertung jeweils der Mittelwert aus einem Aufwärts- und einem Abwärtswechsel verwendet.

Die Ergebnisse für die nicht ausgelagerte sowie die 120 h bei Raumtemperatur und 120 h bei 413 K gealterte Matrixlegierung sind in Abb. 4.10 dargestellt. Sie zeigt für beide Alterungszustände eine Abnahme der stationären Dehnratenempfindlichkeit mit zunehmender Spannung. Zu erkennen ist außerdem, daß bereits bei geringen Werten der reduzierten Spannung $\sigma - \sigma_0$ die stationäre Dehnratenempfindlichkeit negative Werte annimmt. Bei der untersuchten Dehnratenempfindlichkeit trat jedoch erst am Ende des abgebildeten Spannungsintervalls auf. Damit wird bestätigt, daß das Kriterium $S_s < 0$ lediglich eine hinreichende Bedingung für das Auftreten des PLC-Effekts ist (vgl. Abschn. 2.2.2), die Instabilitäten jedoch erst bei Unterschreiten eines kritischen Wertes (für beide Alterungszustände: $S_{s,krit} \approx -0,004$) beobachtet werden. Die gestrichelte Linie in der Abbildung deutet dabei für beide Temperaturbehandlungen den Verlauf der stationären Dehnratenempfindlichkeit an. Wie in Abb. 2.3(b) zu sehen, wird für $\sigma = \sigma_0$ derselbe Wert für S_i und S_s erwartet, da zu Beginn des plastischen Fließens die Dehnratenempfindlichkeit noch unbeeinflusst von der dynamischen Reckalterung bzw. der im Lauf der Verformung zunehmenden Versetzungsdichte ist. Für Spannungen $(\sigma - \sigma_0) < 20$ MPa ist daher eine größere Steigung der gestrichelten Linie anzunehmen, damit für $\sigma \rightarrow \sigma_0$ der aus der instantanen Dehnratenempfindlichkeit bestimmte Wert $S_{i,0} \approx 0,004$ (nicht ausgelagert)..0,0066 (gealtert) (vgl. Abb. 4.9) erreicht wird.

Untersuchungen mit dem optischen Extensometer

An Proben des Matrixmaterials AA5754 wurden im Rahmen der DFG-Forschergruppe 258 zusammen mit *L. Casarotto* (IPROM, TU Braunschweig, [27]) Messungen zum PLC-Effekt durchgeführt. Dabei wurde das in Abschn. 3.3 beschriebene optische Extensometer benutzt, um die PLC-Bänder räumlich und zeitlich hochaufgelöst zu beobachten.

Ein Teil der Ergebnisse aus [27] werden in diesem Abschnitt vorgestellt. Die hier gezeigten Beispiele sollen eine anschauliche Vorstellung der Entstehung und Ausbreitung der PLC-Bänder vermitteln, für die detaillierte Darstellung sei auf die Originalarbeit verwiesen.

Die Untersuchungen *Casarottos* wurden bei zwei unterschiedlichen Dehnraten durchgeführt. Die Dehnraten $\dot{\epsilon} = 1,13 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ repräsentiert dabei PLC-Bänder des Typs B, während bei der Dehnraten $\dot{\epsilon} = 1,13 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ zumindest zu Beginn

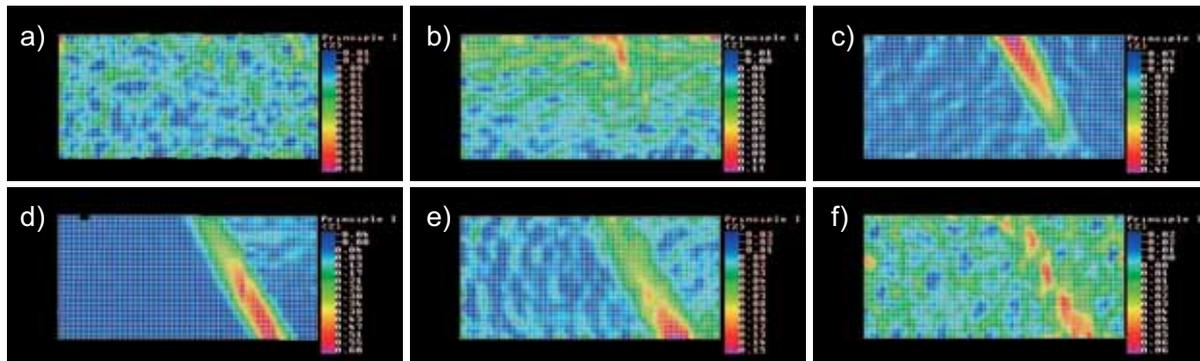


Abbildung 4.11: Bildsequenz (Dauer ca. 7 ms) der Entstehung eines PLC-Bandes des Typs B. Die Farbskala repräsentiert die Dehnung in Richtung der Probenachse, Dehnrates $\dot{\epsilon} = 1,13 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, Abmessung des beobachteten Bereichs der Zugprobe 8 mm (in Zugrichtung) $\times 4 \text{ mm}$ (Probenbreite). (Optisches Extensometer, [27])

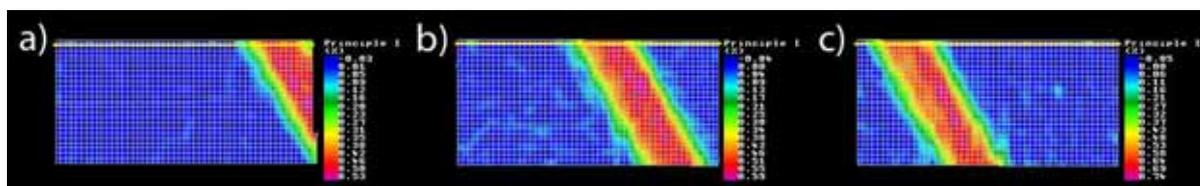
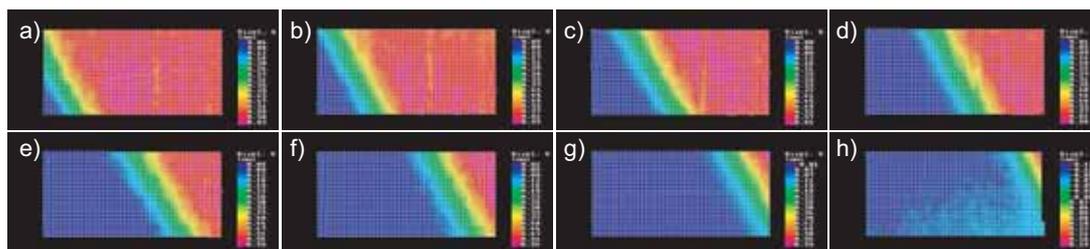


Abbildung 4.12: Bildsequenz der diskontinuierlichen Bandausbreitung des PLC-Typs B, Dehnrates $\dot{\epsilon} = 1,13 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, Probenausschnitt $8 \times 4 \text{ mm}^2$, Dauer der Sequenz 2,3 s. Die Farbskala repräsentiert die Dehnung in Richtung der Probenachse. (Optisches Extensometer, [27])

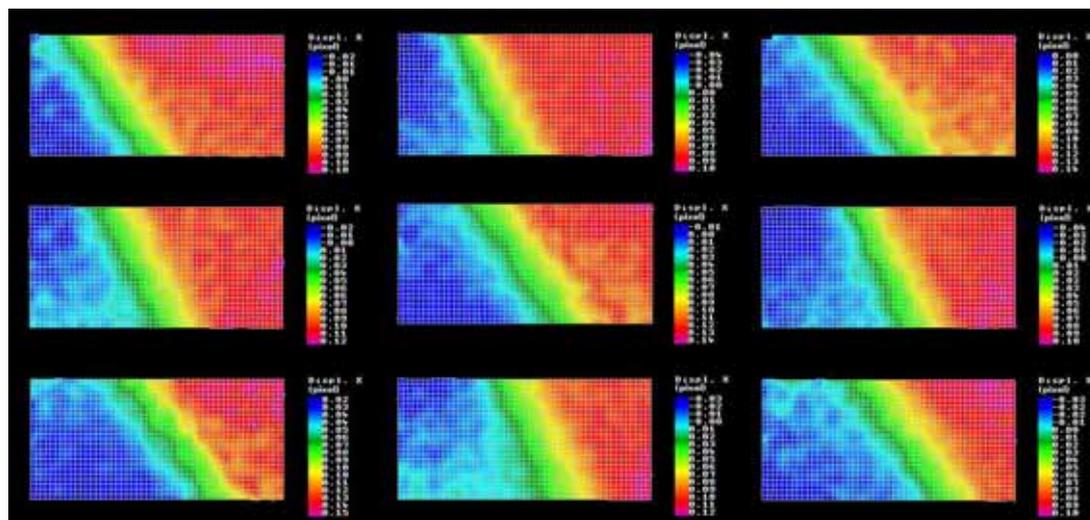
der Messungen Bänder des Typs A auftreten. Die Schwerpunkte lagen zum einen auf der Beobachtung der Bandentstehung, zum anderen auf der Charakterisierung der typischen PLC-Parameter (Bandweite, Dehnungskonzentration im Band sowie die Propagationsgeschwindigkeit der PLC-Bänder).

Wie Abb. 4.11 zeigt, kann aufgrund der hohen zeitlichen und räumlichen Auflösung der Flächenkamera die Entstehung eines PLC-Bands nachgewiesen werden. Dabei durchläuft ein Bereich hoher Dehnungskonzentration die Probenbreite (Teilabbildungen (b)-(e)) und hinterläßt ein Band, in dem die Dehnung in Zugrichtung gegenüber dem umgebenden Probenbereich erhöht ist (Teilabbildung (f)). Diese Art der Bandentstehung wird bei beiden untersuchten Dehnraten und damit für die beiden entsprechenden PLC-Typen A und B beobachtet.

Die Propagation der Bänder weist wie erwartet Unterschiede auf. Abb. 4.12 zeigt die Verschiebungen auf der Probenoberfläche, die bei der Propagation eines PLC-Bands des Typs B beobachtet werden. Während der Aufnahmedauer von 2,3 s entsteht an den in den Teilabbildungen gezeigten Stellen ein Band hoher Dehnungskonzentration. Aufgrund der räumlichen Korrelation bewegt sich das Band sprunghaft über den beobachteten Probenbereich.

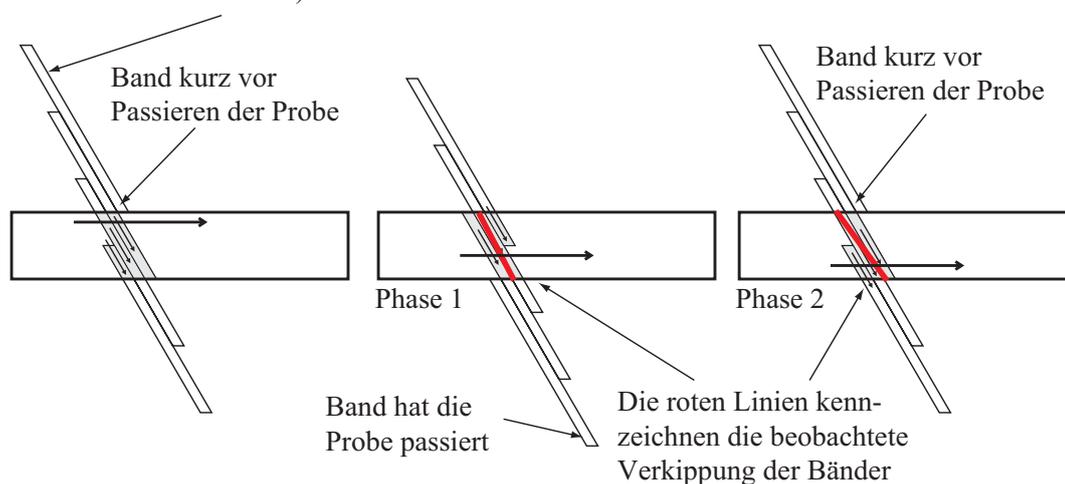


(a)



(b)

schmale Bänder passieren die Probe in derselben Richtung, aber mit zeitlichem Abstand (die Länge der Bänder entspricht der Zeitdauer der Aktivität)



(c)

Abbildung 4.13: Propagation eines Bands des PLC-Typs A: (a) Ausschnitt der Probe $8 \times 4 \text{ mm}^2$, Dehnrates $\dot{\epsilon} = 1,13 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ Zeitdauer der Sequenz 385 ms, die Farbskala repräsentiert die an der Probenoberfläche gemessenen Verschiebungen, (b) Teilsequenz von (a) mit einer Aufnahmedauer 88 ms, (c) schematische Darstellung der Bandpropagation zur Erläuterung der in (b) sichtbaren Verkipfung des Bands. (Optisches Extensometer, [27])

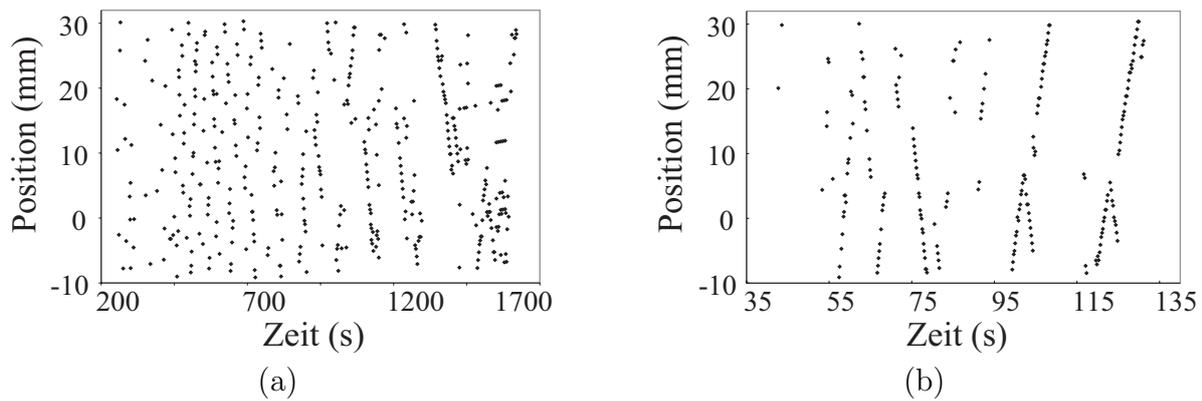


Abbildung 4.14: Korrelationsdiagramme zu Zugversuchen, (a) $\dot{\epsilon} = 1,13 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (PLC-Typ B), (b) $\dot{\epsilon} = 1,13 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (PLC-Typ A und B). (Optisches Extensometer, [27])

Für den PLC-Typ A zeigen die Aufnahmen hingegen eine kontinuierliche Propagation der Bänder (Abb. 4.13(a)). Bei Betrachtung eines Teils dieser Sequenz fällt eine Verkippung des beobachteten Bands auf. Der Winkel des Bands relativ zur Zugachse variiert zwischen 54° und 66° . Casarotto erläutert dies schematisch unter Berücksichtigung der in Abb. 4.11 dargestellten Bandentstehung. Wie Abb. 4.13(c) zeigt, erfolgt die Propagation des PLC-Bandes durch wiederholte Nukleation von schmalen Dehnungszonen, welche die Proben entlang der bevorzugten Gleitrichtung überqueren. Aufgrund der hohen Dehnrate geschieht dies so schnell, daß mehrere dieser Zonen zeitgleich beobachtet werden. Die unterschiedliche Anzahl aktiver Zonen an den Rändern der Probe zum Zeitpunkt der Aufnahme führt scheinbar zu einer Verkippung des PLC-Bands.

Die typischen PLC-Parameter können aus den Daten der beiden eingesetzten Kameras gewonnen werden. Während die Flächenkamera durch die Bildanalyse im betrachteten Ausschnitt der Probe die Dehnungskonzentration und die Bandweite sichtbar macht, dienen zur Auswertung der Bandgeschwindigkeit die Daten der Zeilenkamera. Diese registriert über die gesamte Probenlänge bei Auftreten eines Dehnungsereignisses dessen Position und Zeitpunkt im Verlauf der Messung durch Detektion von Verschiebungen im auf der Probe aufgebrauchten Streifenmuster. Wie bereits in der Beschreibung des Aufbaus genannt, dient dies zur Auslösung der Flächenkamera, wenn das Dehnungsereignis im beobachteten Ausschnitt auftritt.

Trägt man die Position des Dehnungssprungs über der Zeit auf, ergeben sich sog. Korrelationsdiagramme. Mit Hilfe dieser Diagramme läßt sich zum einen der PLC-Typ anhand der Art der Propagation (vgl. Abschn. 2.1) eindeutig zuordnen. Zum anderen kann durch eine Ausgleichsgerade an die zu einem einzelnen Band zugehörigen Dehnungsereignisse eine mittlere Geschwindigkeit für propagierende Bänder des Typs A und B bestimmt werden. Als Beispiel

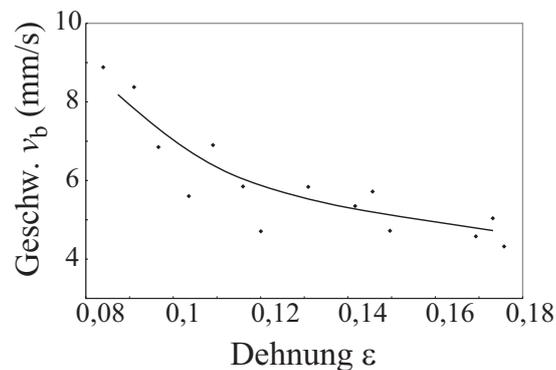


Abbildung 4.15: Mittlere Geschwindigkeit v_b von PLC-Bändern des Typs B bei einer Dehnrate von $\dot{\epsilon} = 1,13 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. (Optisches Extensometer, [27])

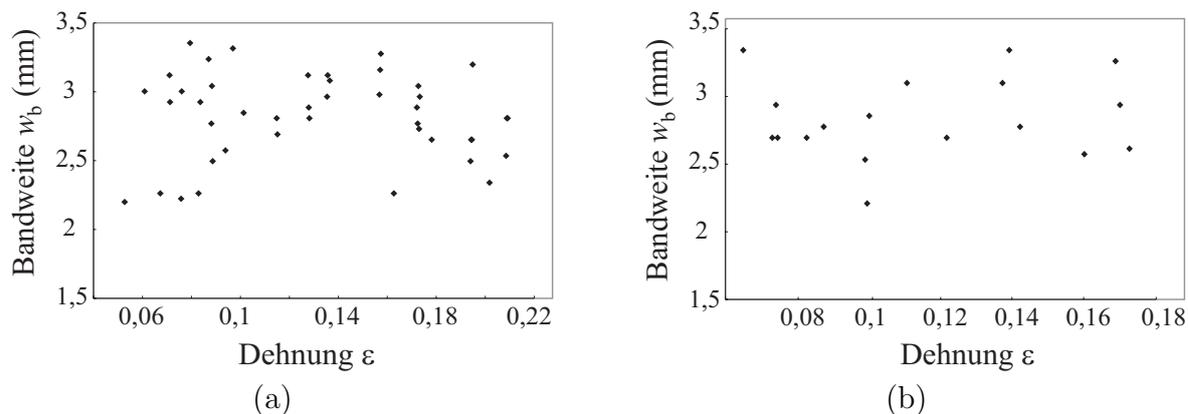


Abbildung 4.16: Bandweite w_b von PLC-Bändern des Typs B bei einer Dehnrate von (a) $\dot{\epsilon} = 1,13 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, (b) $\dot{\epsilon} = 1,13 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Die Probenstärke ist in beiden Fällen 1,5 mm. (Optisches Extensometer, [27]).

sind in Abb. 4.14 Positions-Zeit-Diagramme von Messungen bei einer Dehnrate von $\dot{\epsilon} = 1,13 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ bzw. $\dot{\epsilon} = 1,13 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ gezeigt. Die gemessenen Bandgeschwindigkeiten betragen für Typ-B-Bänder 10 - 4 mm/s in Abhängigkeit von der Dehnung (vgl. Abb. 4.15). Die Abnahme der Bandgeschwindigkeit mit zunehmender Dehnung wird verursacht durch die zunehmende gegenseitige Blockierung der Versetzungen aufgrund der mit der Dehnung steigenden Versetzungsdichte. Für Typ-A-Bänder bestimmt Casarotto Bandgeschwindigkeiten von etwa 20 mm/s aus der Bildanalyse. Beide Werte stimmen ungefähr überein mit Ergebnissen, die an derselben Legierung von Klose mittels Laserextensometrie erzielt wurden [83].

Aus den beobachteten Verschiebungen auf der Probenoberfläche können die Bandweite w_b und die Dehnungskonzentration im Band $\Delta\epsilon_b$ bestimmt werden. Für die Bandweite ergeben sich typischerweise die in Abb. 4.16 dargestellten Werte. Diese weisen eine starke Streuung auf, zudem wurde in den Messungen lediglich ein kleiner Teil des verwendbaren Dehnratenspektrums untersucht. Die von Klose [83] beobachtete Abhängigkeit von der Dehnrate ist daher nicht

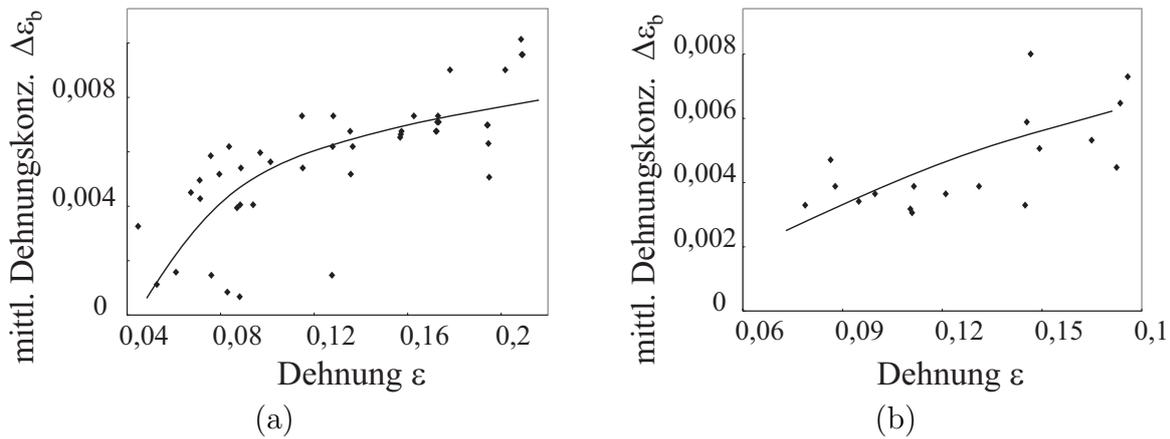


Abbildung 4.17: Mittlere Dehnungskonzentration $\Delta\varepsilon_b$ in PLC-Bändern des Typs B bei einer Dehnrates von (a) $\dot{\varepsilon} = 1,13 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, (b) $\dot{\varepsilon} = 1,13 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Die Linien dienen lediglich der Blickführung. (Optisches Extensometer, [27])

zu erkennen. Die hier gezeigten Ergebnisse stammen wie auch die anderen in diesem Kapitel vorgestellten Ergebnisse von Messungen an Proben mit einer Dicke von 1,5 mm. Bei zusätzlichen Messungen mit einer Probendicke von 0,5 bzw. 1,0 mm konnte Casarotto eine deutliche Abhängigkeit der Bandweite von der Probendicke nachweisen [27]. Durch die Probengeometrie wird daher offensichtlich die Reichweite der Versetzungswechselwirkungen begrenzt (Korrelationslänge, vgl. Abschn. 2.2.4). Dies bestätigt Ergebnisse früherer Arbeiten (z. B. [152]).

Die Dehnungskonzentration im PLC-Band $\Delta\varepsilon_b$ zeigt Abb. 4.17. Unter Annahme eines einzelnen Bands ist die Banddehnung über die Beziehung $v = v_b \Delta\varepsilon_b$ (v : Querhauptgeschwindigkeit der Verformungsanlage, vgl. Glg. 2.29) mit der Bandgeschwindigkeit verknüpft (z. B. [73]). Durch die zunehmende Blockierung der Versetzungen bei steigender Versetzungsdichte resultiert eine stärkere Spannungsüberhöhung, die analog zur zunehmenden Tiefe der Spannungsabfälle zu einer steigenden Dehnungskonzentration im PLC-Band führt. Dies erklärt den beobachteten Anstieg der Dehnungskonzentration mit zunehmender Dehnung. Auch diese Ergebnisse stimmen recht gut überein mit jenen in [83] an der hier verwendeten Legierung.

4.1.2 Verbundwerkstoff AA5754+Al₂O₃

Wie bei der Untersuchung des Matrixmaterials wird auch hier zunächst die Mikrostruktur des Verbundwerkstoffs behandelt. In Abb. 4.18 ist eine lichtmikroskopische Aufnahme des Verbundwerkstoffs mit 5 vol.% Al₂O₃-Teilchen (mittlerer Durchmesser 3 μm) gezeigt. Im Gegensatz zum zuerst verwendeten Verbundwerkstoff (AA5754 mit 5 vol.% Al₂O₃-Partikeln (mittlerer Durchmesser

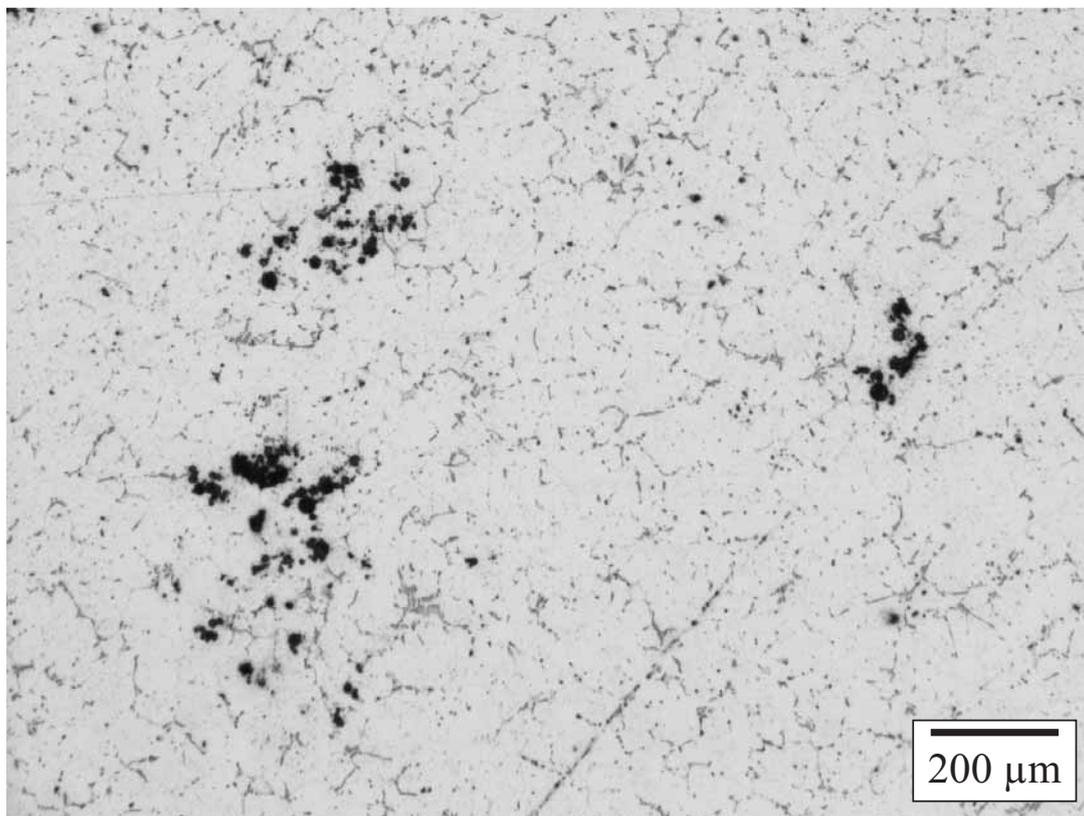


Abbildung 4.18: Partikelverteilung im Verbundwerkstoff AA5754+5 vol.%Al₂O₃ (lichtmikroskopische Aufnahme des Herstellers (LK Ranshofen))

20 μm), Abb. 3.1 auf Seite 29) wurde bei diesem Werkstoff das in Abschn. 3.1 angesprochene Verfahren angewandt, zunächst eine verdünnte Legierung zum Einrühren der Partikel zu verwenden und im Anschluß die Mg-Konzentration auf den Sollwert zu erhöhen. Wie in der Abbildung zu erkennen ist, sind die Partikel durch dieses Verfahren etwas gleichmäßiger in der Matrix verteilt, es kommt jedoch noch immer zur Agglomeration mehrerer Partikel.

Bei der Untersuchung der Mikrostruktur des Verbundwerkstoffs im TEM liegt das Hauptaugenmerk auf den Auswirkungen der eingebrachten Al₂O₃-Partikel. Die Aufnahmen in Abb. 4.19 zeigen zum einen die Bildung des Spinells (MgAl₂O₄) an der Grenzfläche zwischen AlMg-Matrix und Al₂O₃-Partikeln. Dieses Material wurde bereits von Mingler und Karnthaler [108] bei Untersuchungen der durch Al₂O₃-Partikel verstärkten Legierung AA6061 beobachtet. Durch diese Verbindung des Partikelmaterials mit der umgebenden Matrix wurde eine besonders feste Verankerung der Partikel in der Matrix erwartet. Eine Schwächung des Werkstoffs durch Losreißen der Matrix vom Partikel während der Verformung sollte so vermieden werden.

Zum anderen zeigt Abb. 4.19(b) Versetzungen nahe der Partikeloberfläche. Die hier untersuchte Probe wurde aus dem unverformten Teil einer Zugprobe hergestellt. Daher kann die beobachtete Anhäufung der Versetzungen an der

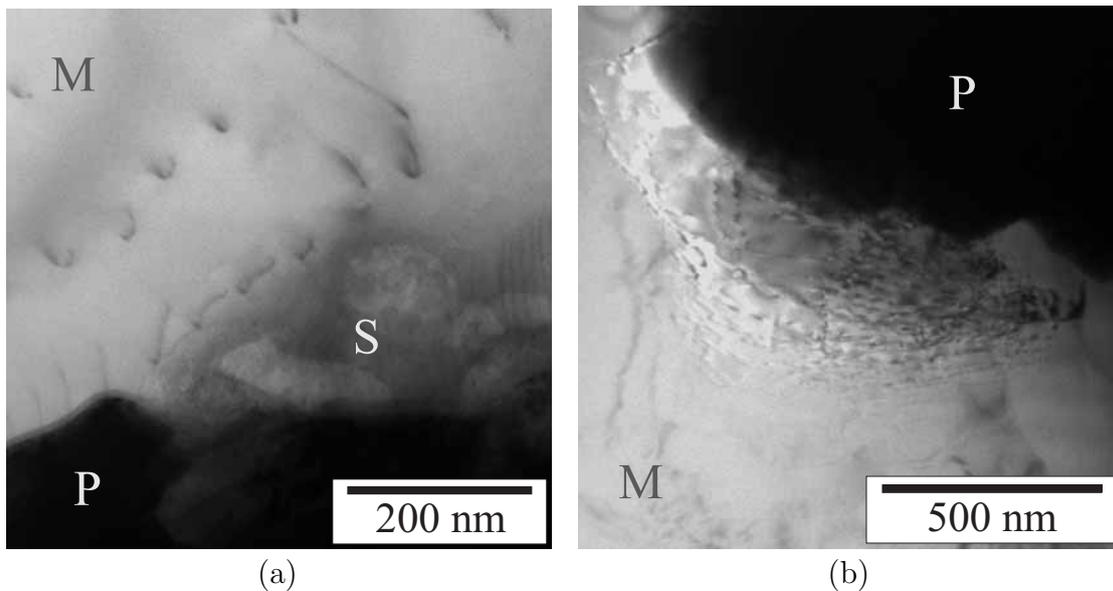


Abbildung 4.19: TEM-Aufnahmen des Verbundwerkstoffs AA5754 mit Al_2O_3 -Partikeln (Beschriftung in den Abbildungen: **M**atrix, **S**pinell, Al_2O_3 -**P**artikel): (a) Spinell-Bildung an der Grenze zwischen Partikel und Matrix, (b) Versetzungen aufgrund der Spannungskonzentration an den Al_2O_3 -Partikeln.

Partikelgrenze mit einer Spannungskonzentration begründet werden, die durch unterschiedliche thermische Ausdehnungskoeffizienten der beiden Materialien beim Abschrecken der Proben im Eisbad hervorgerufen wurde.

Die Spannungs-Dehnungs-Kurven von nicht ausgelagerten Proben des Verbundwerkstoffs mit 2 vol.% bzw. 5 vol.% Al_2O_3 -Teilchen sind in Abb. 4.20 dargestellt. Sie weisen etwas höhere Dehnraten im Vergleich zu den bislang vorgestellten Ergebnissen des Matrixmaterials auf. Beim Verbundwerkstoff ist die Ausrichtung der Proben relativ zur Walzrichtung von entscheidender Bedeutung. Bei Proben, deren Längsachse senkrecht zur Walzrichtung ausgerichtet war, wurden die Partikelansammlungen durch das Walzen senkrecht zur Probenachse verteilt, zum Teil über die gesamte Probenbreite. Dies führt durch Aufbrechen der Partikelcluster zu einem deutlich verfrühten Bruch der Proben.

Die Längsachse der in diesem Abschnitt betrachteten Verbundwerkstoffproben war parallel zur Walzrichtung ausgerichtet. Hierbei liegen die durch das Walzen verteilten Partikelcluster parallel zur Probenlängsachse, so daß auch bei Reißbildung in den Partikelclustern genügend Matrixmaterial in der Umgebung zur Verfügung steht, um weitere plastische Verformung zu ermöglichen. Aufgrund der Geometrie des Ausgangsmaterials hatten diese Verbundwerkstoffproben eine aktive Anfangslänge (vgl. Abb. 3.4) von 34 mm (im Gegensatz zu 54 bzw. 74 mm bei den oben genannten Proben und solchen aus dem Matrixmaterial) und wurden daher (vgl. Glg. 3.2) mit einer etwas höheren Dehnraten verformt.

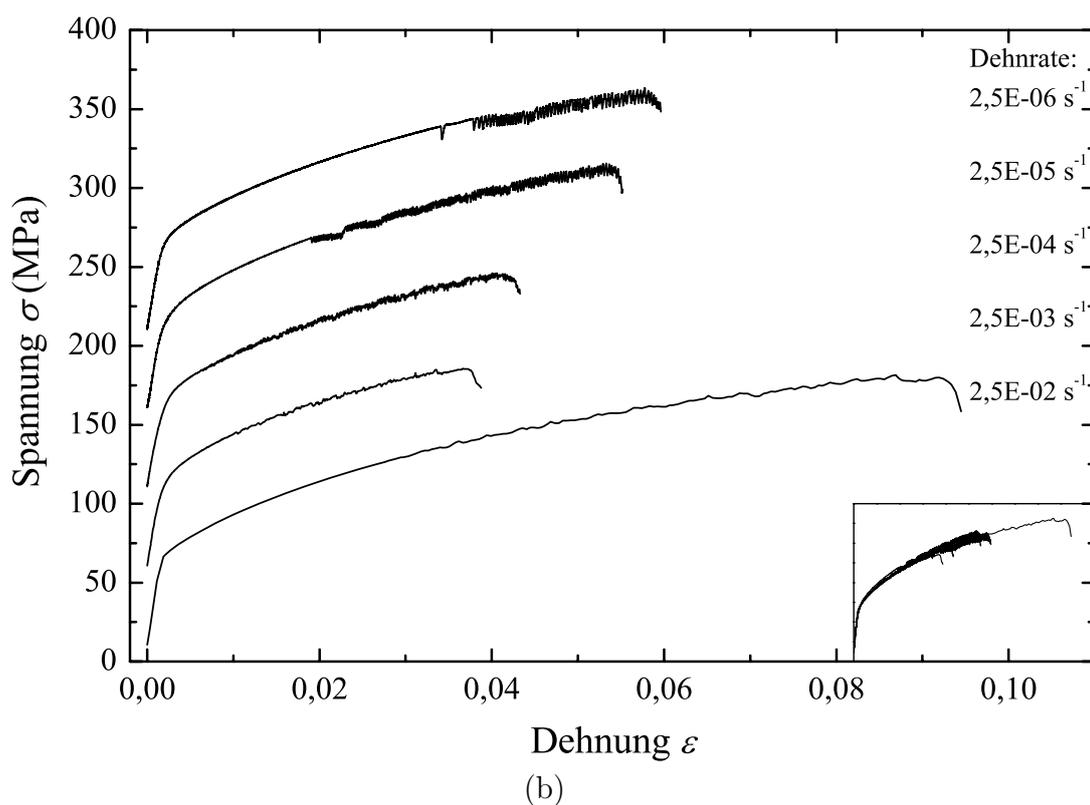
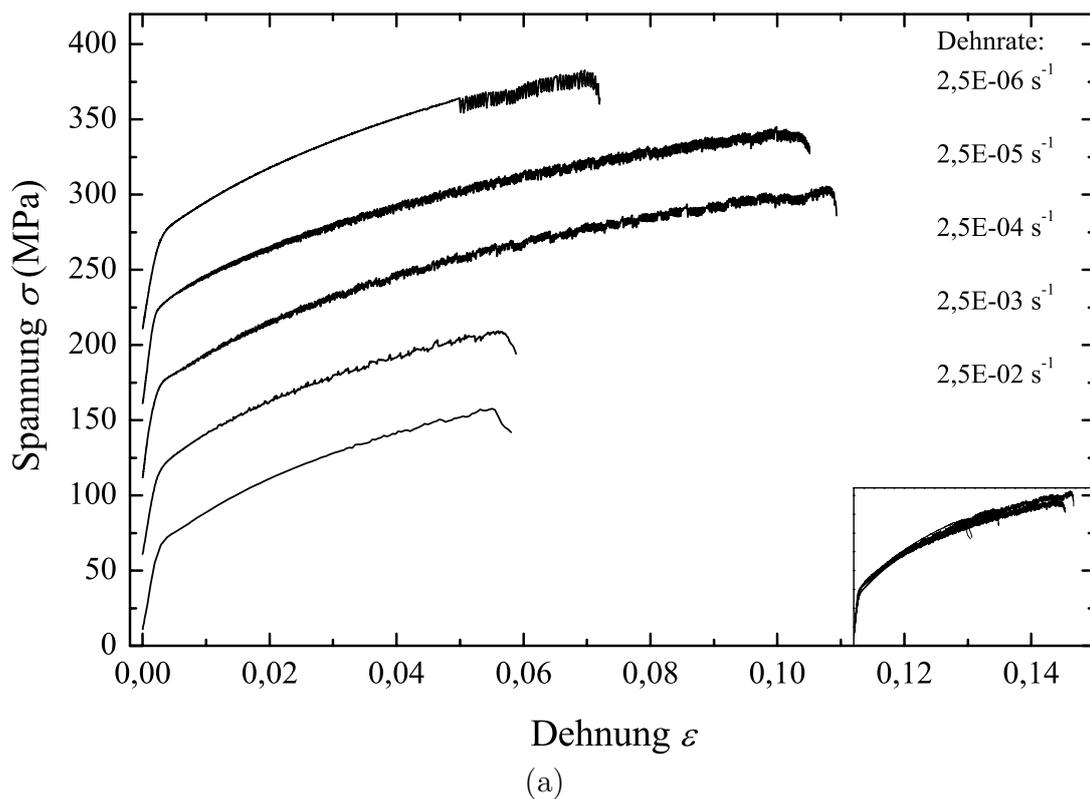


Abbildung 4.20: Spannungs-Dehnungs-Kurven von Proben des Verbundwerkstoffs AA5754 mit (a) 2 vol.% bzw. (b) 5 vol.% Al₂O₃ im abgeschreckten Zustand für verschiedene Dehnrates. Zur besseren Unterscheidbarkeit sind die Kurven jeweils um 50 MPa verschoben, der tatsächliche Verlauf ist in beiden Abbildungen unten rechts zu sehen.

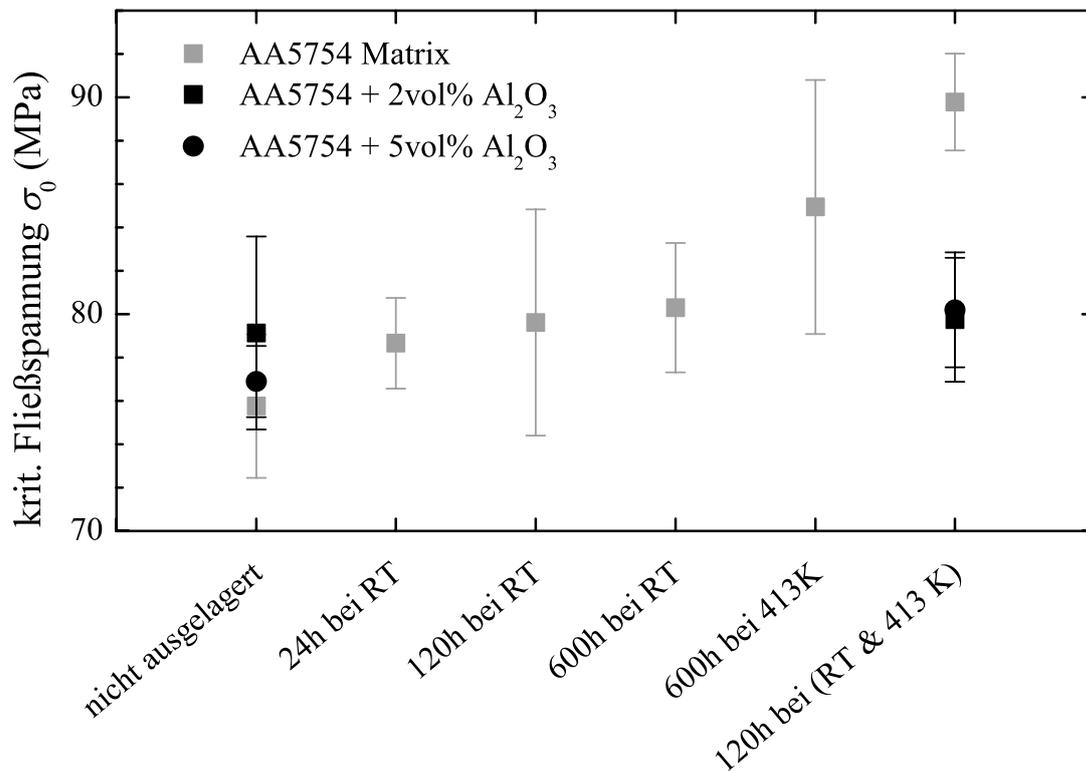


Abbildung 4.21: Kritische Fließspannungen des Verbundwerkstoffs AA5754 + Al₂O₃ für verschiedene Alterungsbehandlungen (Mittelwerte mit Standardabweichung). In grau sind zum Vergleich die mittleren kritischen Fließspannungen des Matrixmaterials angegeben (vgl. Abb. 4.3).

Wie Abbildung 4.20 zeigt, ist der PLC-Effekt auch beim Verbundwerkstoff deutlich zu beobachten. Bei Versuchen mit dem optischen Extensometer [27] werden ebenfalls PLC-Bänder beobachtet. Bezüglich des inversen Effekts für kleine Dehnraten sowie die in Abhängigkeit von der Dehnraten auftretenden PLC-Typen ähneln die Ergebnisse jenen der reinen Matrixlegierung. Angelehnt an die Untersuchungen zum Matrixmaterial sollen auch hier die charakteristischen Merkmale der Verformungskurven eingehender betrachtet werden.

Fließgrenze

Bei der Matrixlegierung ergab die kombinierte Auslagerung bei Raumtemperatur und 413 K für jeweils 120 h die größte Erhöhung der kritischen Fließspannung σ_0 . Zur Untersuchung der Fließgrenze des Verbundwerkstoffs, der Auswirkung der Temperaturbehandlung und zum Vergleich mit den Daten der Matrixlegierung werden daher ebenfalls Proben mit dieser Temperaturbehandlung sowie nicht ausgelagerte Proben betrachtet.

Wie Abb. 4.21 zeigt, wird durch die eingebrachten Al₂O₃-Partikel im nicht ausgelagerten Zustand die Fließgrenze leicht erhöht. Die Fließgrenze des ausgelagerten Verbundwerkstoffs liegt jedoch etwa auf dem Niveau der nicht ausgelagerten Proben. Da die Partikel als nicht schneidbare Hindernisse für

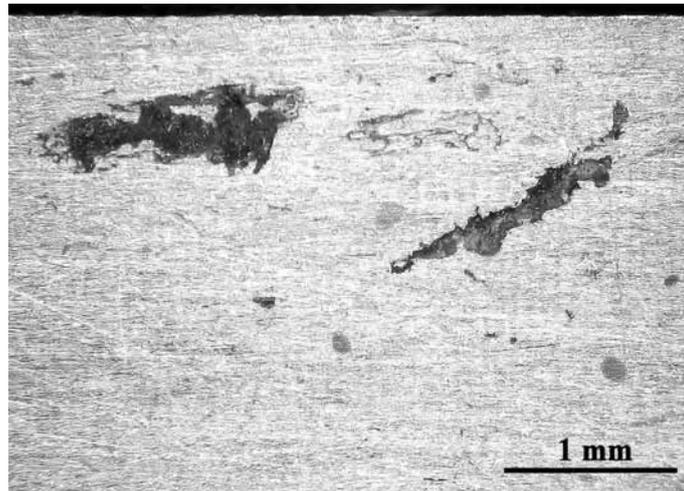


Abbildung 4.22: Lichtmikroskopische Aufnahme der durch das Walzen aufgebrochenen Partikelcluster im Verbundwerkstoff.

die Versetzungsbewegung dienen sollten und damit zu einer deutlichen Erhöhung der Fließgrenze hätten führen müssen, liegen beide Ergebnisse unter der erwarteten Auswirkung der Materialverstärkung durch die Al_2O_3 -Partikel.

Zur Erklärung dienen die folgenden Beobachtungen. Zum einen fällt insbesondere im direkten Vergleich der Spannungs-Dehnungs-Kurven von Matrix und Verbundwerkstoff (z. B. Abb. 4.23) die kleinere Steigung der elastischen Geraden des partikelverstärkten Materials auf. Bei homogener Verteilung der Partikel (mit einem etwa um den Faktor 5 größeren Elastizitätsmodul E) und fester Ankopplung an die Matrix wäre ein höherer mittlerer Elastizitätsmodul für den Werkstoff und damit eine größere Steigung der elastischen Geraden zu erwarten gewesen.

Abb. 4.22 zeigt eine lichtmikroskopische Aufnahme des Verbundwerkstoffs im unverformten Zustand. Durch das Walzen bei der Präparation der Proben wurden die Partikelcluster aufgebrochen und längs der Walzrichtung verteilt. Dadurch kam es zur Ausbildung von Bereichen innerhalb der Proben, in denen kein Zusammenhalt zwischen Matrixlegierung und Partikeln bestand, so daß der tatsächliche Probenquerschnitt geringer war als der äußerlich gemessene. Aus den zur Bestimmung der Dehnung ε und der Spannung σ verwendeten Gln. 3.1 und 3.3 und dem Hookeschen Gesetz ($\sigma = \varepsilon E$) folgt, daß durch die lokale Reduktion des Querschnitts bei gleicher externer Last eine größere elastische Dehnung erreicht wird. Dies äußert sich in der kleineren Steigung des elastischen Teils der Spannungs-Dehnungs-Kurven.

Zum anderen deutet das ebenfalls im direkten Vergleich gut erkennbare Mikrofließen („weicher“ Übergang zwischen elastischer und plastischer Verformung) auf ein weites Spektrum von Spannungskonzentrationen hin, die in den TEM-Untersuchungen nahe den Partikeln nachgewiesen werden können (Abb. 4.19b). Diese führen zu einer von Ort zu Ort variierenden Spannung, so

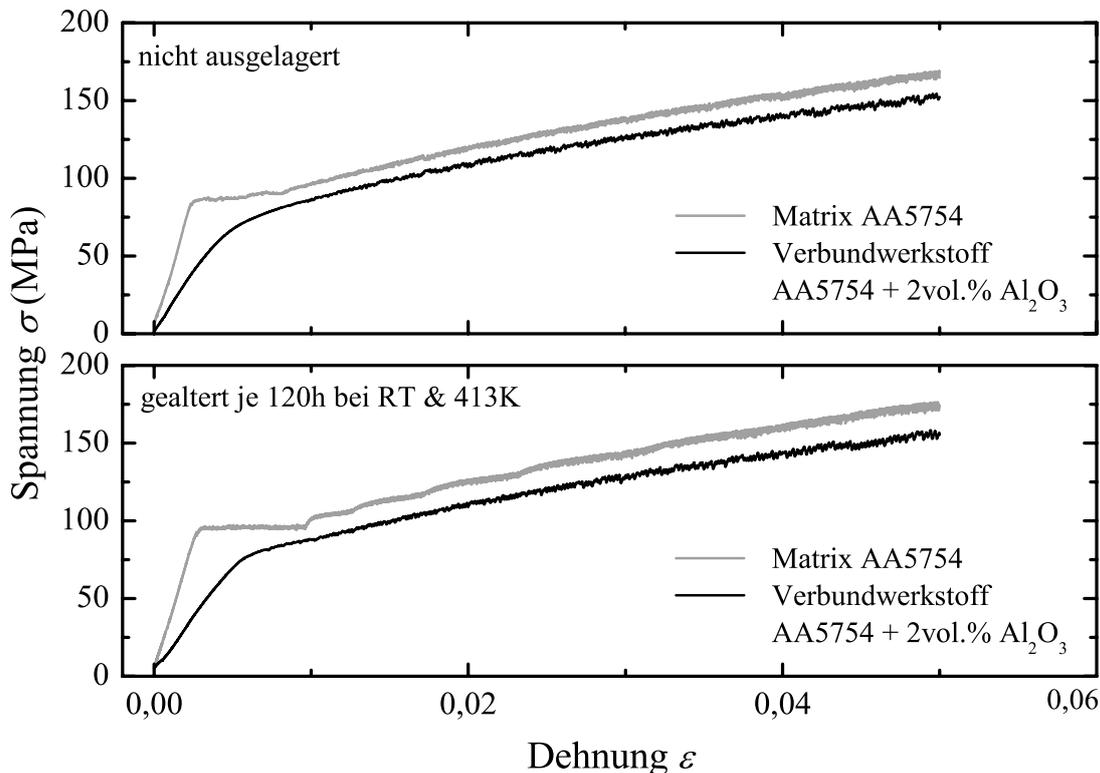


Abbildung 4.23: Unterdrückung der Lüdersverformung durch die Al_2O_3 -Partikel. Spannungs-Dehnung-Kurven des Verbundwerkstoffs AA5754+2 vol.% Al_2O_3 bei einer Dehnrage von $\dot{\epsilon} = 1,13 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ für zwei verschiedene Temperaturbehandlungen. In grau zum Vergleich die entsprechenden Spannungs-Dehnungs-Kurven des Matrixmaterials AA5754.

daß die kritische Fließspannung σ_0 lokal bereits bei global geringerer Spannung erreicht wird und lokale plastische Verformung bereits im nominell elastischen Bereich der Spannungs-Dehnungs-Kurve einsetzt.

Die Verringerung des effektiven Probenquerschnitts aufgrund der inhomogenen Verteilung der Partikel reduziert also global die meßbare externe Spannung. Die Spannungskonzentrationen in der Umgebung der Partikel bewirken zusätzlich, daß der bei den Untersuchungen des Matrixmaterials beobachtete Einfluß der Temperaturbehandlung kompensiert wird.

Die beim Matrixmaterial sowohl bei gealterten als auch teilweise bei nicht ausgelagerten Proben beobachteten Lüdersbänder treten beim Verbundwerkstoff nicht auf. Abb. 4.23 zeigt Spannungs-Dehnungs-Kurven bei einer Dehnrage von $\dot{\epsilon} = 1,13 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ im Vergleich mit Ergebnissen des Matrixmaterials (vgl. Abb. 4.4) für den nicht ausgelagerten und den stark gealterten Zustand. In beiden Fällen ist das bei der Matrixlegierung deutlich zu erkennende Lüdersband beim Verbundwerkstoff unterdrückt, anstelle dessen ist ein ausgeprägter Mikrofließbereich erkennbar.

Für die Unterdrückung des Lüdersbands sind zwei Erklärungen denkbar. Zum einen können die eingebrachten Al_2O_3 -Partikel trotz der vorliegenden inho-

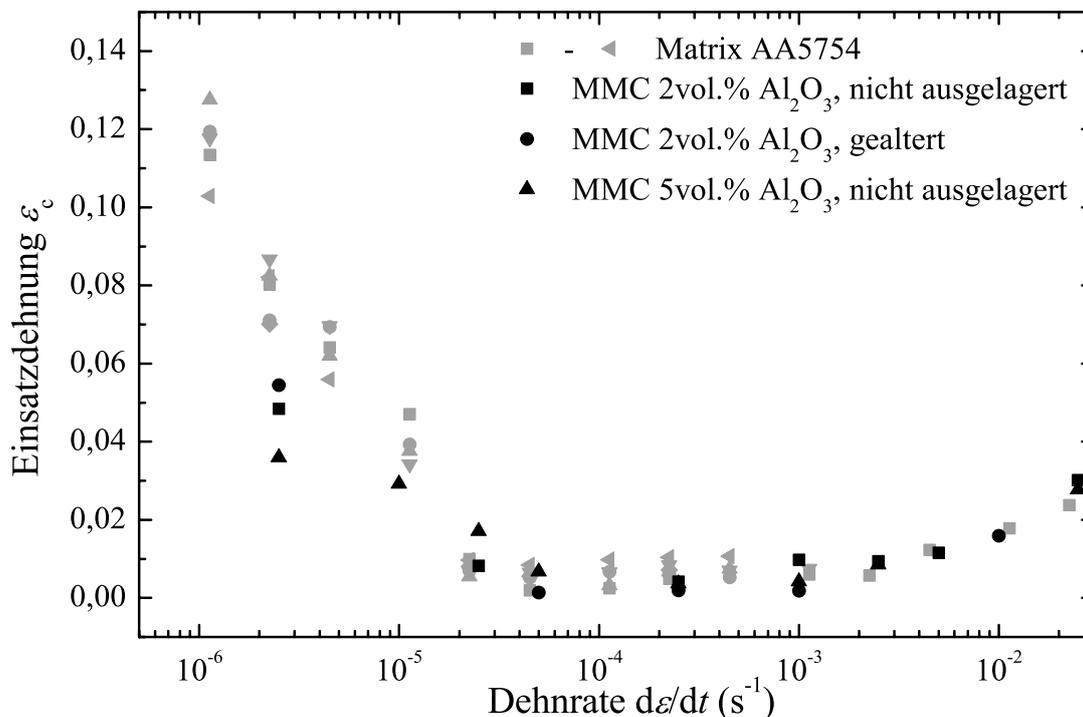


Abbildung 4.24: Einsatzdehnungen des PLC-Effekts in Abhängigkeit von der Dehnrate für verschiedene Volumenanteile der Al_2O_3 -Partikel und Alterungsbehandlungen. In grauer Farbe zum Vergleich die Werte der Matrixlegierung AA5754 (vgl. Abb. 4.6).

mogenen Verteilung im Material als ausreichend starke Hindernisse dienen, um die rasche Multiplikation von Versetzungen im unverformten Material zu verhindern. Zum anderen ist durch die in Abb. 4.19(b) gezeigten, durch das Abschrecken der Probe im Eiswasser eingebrachten Versetzungen in der Umgebung der Partikel die Anfangs-Versetzungsdichte bereits erhöht, so daß nicht mehr von einer unverformten Probe ausgegangen werden kann.

Einsatzdehnung des PLC-Effekts

Den Einfluß der Al_2O_3 -Partikel auf die Einsatzdehnung des PLC-Effekts zeigt Abb. 4.24 für verschiedene Temperaturbehandlungen und Volumenanteile der Partikel. Im Vergleich zu den in grau dargestellten Werten der Matrixlegierung setzt der PLC-Effekt bei Proben des Verbundwerkstoffs bei geringeren Dehnungen ein. Grund hierfür sind sowohl die in Abb. 4.19(b) dargestellten Spannungskonzentrationen an den Partikeln als auch die bereits genannte Reduktion des effektiven Probenquerschnitts. Durch diese beiden Effekte ist die Spannung lokal höher als global gemessen, so daß geeignete Bedingungen für das Auftreten der Instabilitäten bereits bei geringerer Dehnung als bei der Matrixlegierung erfüllt werden.

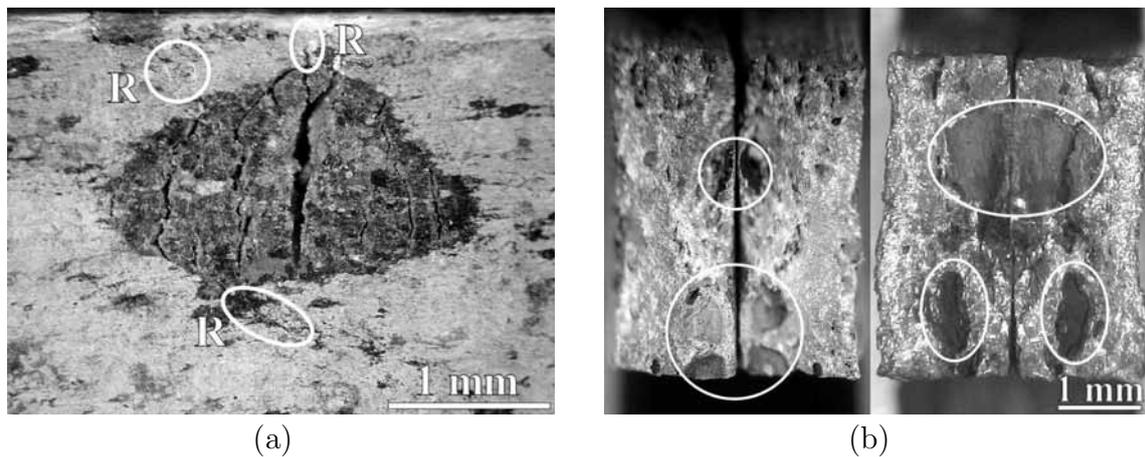


Abbildung 4.25: Lichtmikroskopische Aufnahmen des Verbundwerkstoffs AA5754 mit Al_2O_3 -Teilchen. (a) Brüche innerhalb des Partikelclusters. Die mit „R“ markierten Stellen zeigen aus den Brüchen resultierende Risse im Matrixmaterial. (b) Beispiele für Bruchflächen. Teile der aufgebrochenen oder abgescherten Partikelcluster sind auf beiden Bruchflächen zu erkennen (Markierungen).

Maximaldehnung

Wie bereits aus Abb. 4.20 ersichtlich, weisen die Spannungs-Dehnungs-Kurven des Verbundwerkstoffs keine eindeutige Dehnratenempfindlichkeit der Maximaldehnung auf. Der Grund hierfür ist im wesentlichen, daß das Versagen der Proben durch Aufbrechen von Al_2O_3 -Partikelclustern initiiert wird und daher stark von der Größe zufällig vorhandener Cluster sowie der Festigkeit der Ansammlungen abhängt.

In Abb. 4.25(a) ist eine lichtmikroskopische Aufnahme eines Partikelclusters dargestellt. Die Zugachse liegt horizontal im Bild, der Rand der Probe fällt mit dem oberen Bildrand zusammen. Die (spröden) Brüche innerhalb der Partikelansammlung bewirkten eine instantane Verteilung der anliegenden externen Last auf eine kleinere Querschnittsfläche. Aufgrund der Brüche im Partikelcluster wurden Risse an den mit „R“ gekennzeichneten Stellen induziert. Der Riß in der Mitte des oberen Bildrands breitete sich zum Rand der Probe und über die gesamte Probendicke aus und führte zum Versagen der Probe.

Die Bruchfläche enthält in allen Fällen einen oder mehrere Partikelcluster (Abb. 4.25(b)), die abgeschert oder etwa senkrecht zur Zugachse gebrochen sind. Stets finden sich dabei Reste der Cluster auf beiden Bruchflächen. Eine Ablösung der Partikelansammlungen vom Matrixmaterial wird dagegen nur in sehr wenigen Fällen beobachtet. Die erwartete feste Verbindung der Al_2O_3 -Partikel mit dem Matrixmaterial durch die Bildung von Spinell-Kristallen am Übergang von Partikel zur Matrix kann daher bestätigt werden.

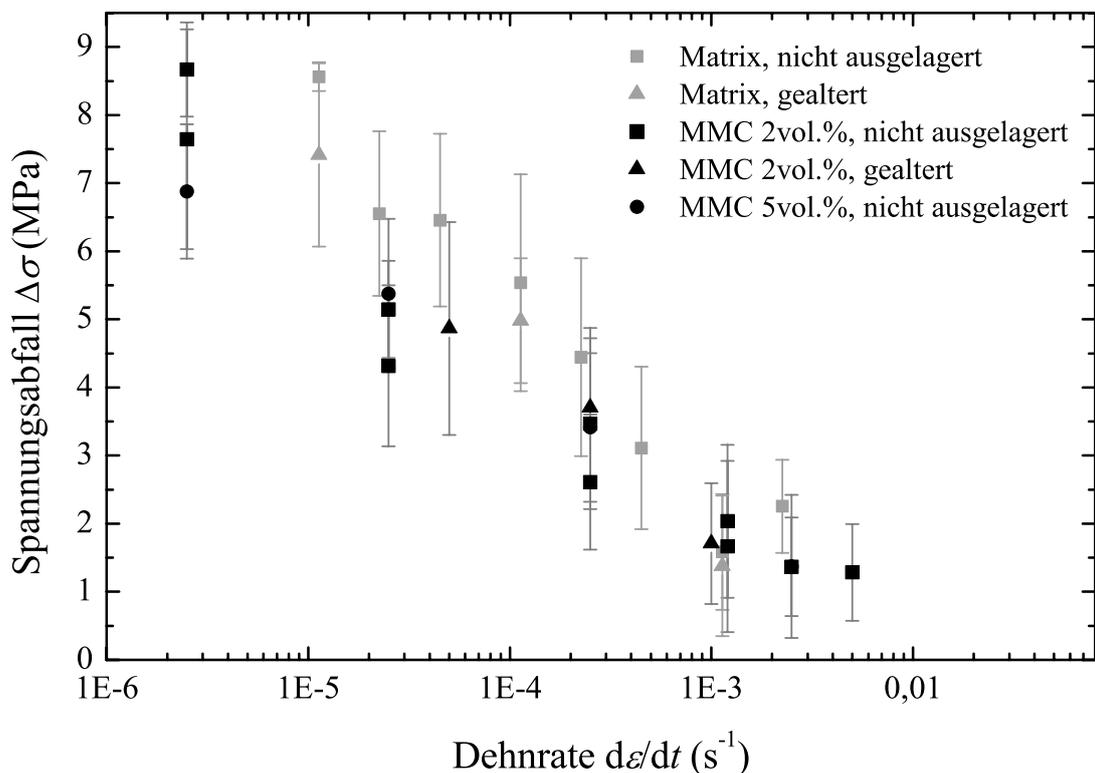


Abbildung 4.26: Tiefe der Spannungsabfälle $\Delta\sigma$ des Verbundwerkstoffs (2 bzw. 5 vol.% Al_2O_3 -Partikel) im abgeschreckten Zustand sowie nach Alterung (120 h bei Raumtemperatur und 120 h bei 413 K) bei einer Dehnung von $5 \pm 1\%$ in Abhängigkeit von der Dehnrates. Zum Vergleich sind in grau die entsprechenden Werte der Matrixlegierung AA5754 dargestellt (Dehnungsintervall $\varepsilon = 5 \pm 1\%$).

Spannungseinbrüche

Wie die Spannungs-Dehnungs-Kurven bereits zeigten, tritt auch beim Verbundwerkstoff der PLC-Effekt in einem weiten Dehnratespektrum auf. Da er offenbar durch die eingebrachten Partikel nicht gänzlich unterdrückt wird, sollten die Versetzungslawinen durch die nicht schneidbaren Hindernisse früher gestoppt werden. Dies hätte eine reduzierte Tiefe der Spannungseinbrüche zur Folge.

Abb. 4.26 zeigt die Ergebnisse des Verbundwerkstoffs mit 2 bzw. 5 vol.% Al_2O_3 -Partikeln. Aufgrund der deutlich geringeren Bruchdehnung des Verbundwerkstoffs können nur die Spannungseinbrüche im Intervall $\varepsilon = 5 \pm 1\%$ für alle Dehnrates ausgewertet werden. Die Spannungs-Dehnungs-Kurven zeigen jedoch auch beim Verbundwerkstoff die bereits bei der Matrix beobachtete Zunahme der Tiefe der Spannungsabfälle aufgrund der mit der Dehnung steigenden Versetzungsdichte.

Der Vergleich mit den Daten des Matrixmaterials AA5754 zeigt, daß durch die Partikel die Tiefe der Spannungseinbrüche stärker reduziert wird, als dies durch die Temperaturbehandlung erreicht wurde. Auch wenn damit eine Tendenz

Werkstoff	Temperaturbehandlung	Steigung	n (mit $q = 1/2$)
MMC 2 vol.% Al ₂ O ₃	nicht ausgelagert	-0,238	0,385
	gealtert	-0,169	0,289
MMC 5 vol.% Al ₂ O ₃	nicht ausgelagert	-0,198	0,331

Tabelle 4.3: Steigung der Ausgleichsgeraden durch die Werte der Spannungsabfälle des PLC-Typs B in Abhängigkeit von der Temperaturbehandlung. Diffusionsexponent n unter Annahme ideal aufgestauter Versetzungen.

zur Behinderung der Versetzungslawinen durch die eingebrachten Partikel erkennbar ist, bleibt die erwartete Unterdrückung des PLC-Effekts aufgrund der inhomogenen Verteilung der Partikel in der Matrix aus.

Die aus der Steigung der Ausgleichsgeraden bestimmten Diffusionsexponenten zeigt Tab. 4.3. Für den nicht ausgelagerten Verbundwerkstoff ergeben sich Werte, die wiederum nahe dem erwarteten Diffusionsexponenten $n = 1/3$ für Fremdatomdiffusion entlang der Versetzungslinien liegen. Die Abweichungen können mit der starken Streuung der Materialqualität erklärt werden. Denkbar ist, daß bei manchen Proben die Tiefe der Spannungseinbrüche durch die Partikel stärker reduziert wird als bei anderen, die durch eine ungünstigere Verteilung der Partikel weite Bereiche reinen Matrixmaterials aufweisen. Dies resultiert in einer Probenabhängigkeit der Mittelwerte der Spannungsabfälle und damit einer verfälschten Steigung der Ausgleichsgeraden.

Anzumerken ist, daß die Auswertung im Fall der gealterten Proben lediglich für den Verbundwerkstoff mit 2 vol% Al₂O₃ durchgeführt werden konnte, da beim Material mit 5 vol.% Al₂O₃ alle ausgelagerten Proben bei Dehnungen versagten, die unterhalb des ausgewerteten Intervalls $\varepsilon = 5 \pm 1\%$ lagen.

Dehnratenempfindlichkeit und Aktivierungsvolumen

Aufgrund der großen Streuung in der Qualität der Verbundwerkstoffproben werden die instantane und die stationäre Dehnratenempfindlichkeit anstelle aus einzelnen Relaxations- und Dehnratenwechsel-Experimenten aus Messungen bestimmt, die beide Verfahren kombinieren. Dabei wird die Probe zunächst mit einer Dehnrates $\dot{\varepsilon}_1$ verformt, das Querhaupt zur Durchführung der Relaxationsmessung angehalten und nach Ablauf einer bestimmten Zeit (hier 300 s) die Verformung mit einer von $\dot{\varepsilon}_1$ verschiedenen Dehnrates $\dot{\varepsilon}_2$ fortgesetzt. Wie bei den Einzelmessungen läßt sich die instantane Dehnratenempfindlichkeit aus der Anfangssteigung der Spannungs-Dehnungs-Kurve während der Relaxation und die stationäre Dehnratenempfindlichkeit aus der stationären Spannungsdifferenz $\Delta\sigma_s$ nach dem Dehnratenwechsel bestimmen. Da die Untersuchung der

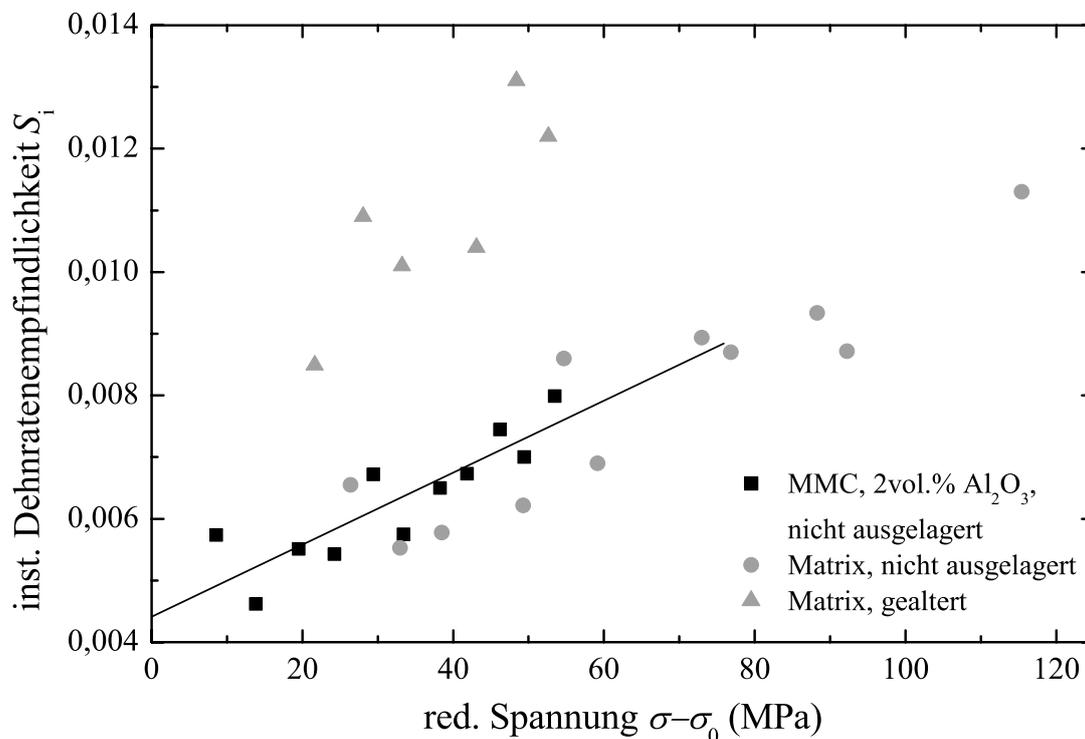


Abbildung 4.27: Instantane Dehnratenempfindlichkeit S_i des Verbundwerkstoffs AA5754 mit 2 vol.% Al_2O_3 im nicht ausgelagerten Zustand. In grau zum Vergleich die Werte der Matrixlegierung.

Dehnratenempfindlichkeit nur im stabilen Teil der Verformungskurven möglich ist, werden auch beim Verbundwerkstoff die beiden kleinsten einstellbaren Dehnraten ($2,5 \cdot 10^{-6}$ bzw. $5 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$) verwendet, da hier die Verformung am längsten stabil bleibt und dies die größte Anzahl von Relaxationen bzw. Dehnratenwechseln erlaubt. Beim Verbundwerkstoff mit 5 vol.% Al_2O_3 ist der stabile Bereich dennoch so kurz (bis max. $\varepsilon \approx 3\%$), daß nur wenige Relaxationen und Dehnratenwechsel durchgeführt werden können. Des weiteren treten nach allen Relaxationen zunächst einige Spannungseinbrüche auf, welche die Bestimmung der stationären Dehnratenempfindlichkeit verfälschen. Die Dehnratenempfindlichkeiten werden daher nur für den Verbundwerkstoff mit 2 vol.% Al_2O_3 ausgewertet.

Für den nicht ausgelagerten Verbundwerkstoff ist in Abb. 4.27 der Verlauf der instantanen Dehnratenempfindlichkeit in Abhängigkeit von der reduzierten Spannung $\sigma - \sigma_0$ dargestellt, Tab. 4.4 enthält die wie bei der Matrixlegierung bestimmten Werte für die instantane Dehnratenempfindlichkeit an der Fließgrenze ($S_{i,0}$) und daraus folgend den effektiven Hindernisabstand L .

Der Verlauf der Kurve in der Abbildung sowie der Werte der instantanen Dehnratenempfindlichkeit und damit des effektiven Abstands der Hindernisse unterscheiden sich kaum von jenen der Matrixlegierung. Das Einbringen der Partikel zeigt daher aufgrund der inhomogenen Verteilung im Matrixmaterial

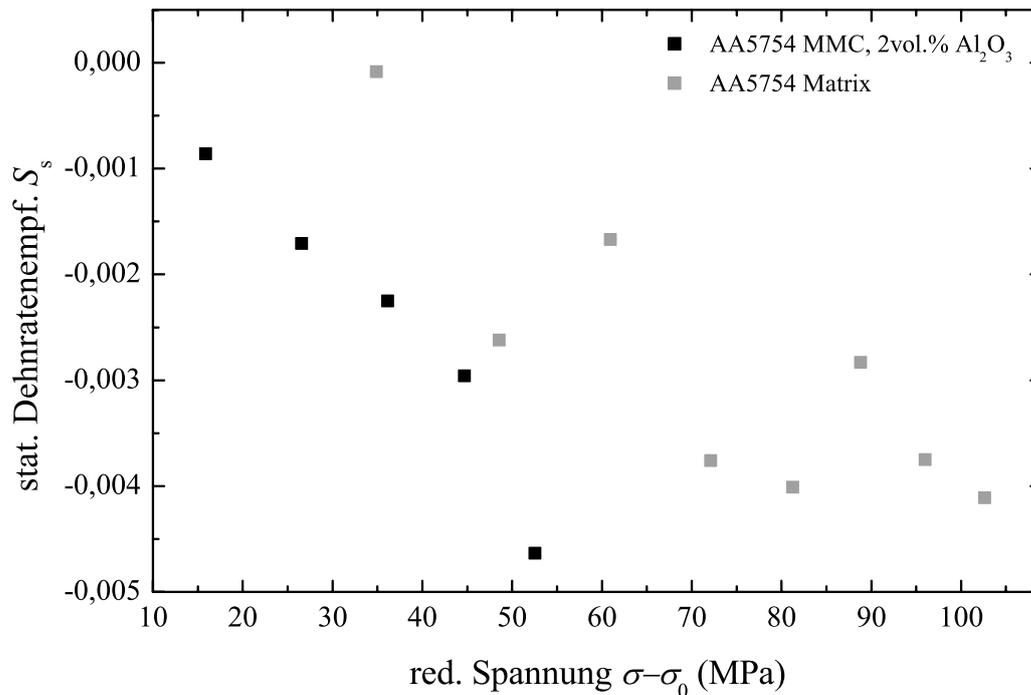


Abbildung 4.28: Stationäre Dehnratenempfindlichkeit S_s des Verbundwerkstoffs AA5754 mit 2 vol.% Al₂O₃ im nicht ausgelagerten Zustand. Die grau dargestellten Werte repräsentieren die Ergebnisse der nicht ausgelagerten Matrixlegierung (vgl. Abb. 4.10).

kaum Einfluß auf die instantane Dehnratenempfindlichkeit, insbesondere im Vergleich mit der Temperaturbehandlung der nicht aushärtbaren Legierung.

Die Ergebnisse der stationären Dehnratenempfindlichkeit (Abb. 4.28) sind lediglich zu kleineren Werten der reduzierten Spannung verschoben. Dies kann mit der etwas höheren Fließgrenze des Verbundwerkstoffs und der Verringerung des effektiven Probenquerschnitts erklärt werden.

Eine Veränderung des kritischen Werts für das Einsetzen der Instabilitäten im Vergleich zu den Daten des Matrixmaterials läßt sich auch hier nicht beobachten.

	$S_{i,0}$	V_a (nm ³)	L (nm)
Matrixlegierung AA5754			
abgeschreckt	0,0041	5,78	105,1
gealtert	0,0066	3,59	65,3
Verbundwerkstoff AA5754 mit 2 vol.% Al ₂ O ₃			
abgeschreckt	0,0044	5,36	97,5

Tabelle 4.4: Extrapolierte instantane Dehnratenempfindlichkeit S_i , Aktivierungsvolumen V_a und effektiver Hindernisabstand L des Verbundwerkstoffs AA5754 mit 2 vol.% Al₂O₃ zu Beginn der plastischen Verformung im Vergleich mit den Daten der Matrixlegierung. Länge des Burgersvektors b nach Glg. 3.5.

4.2 AlMg1SiCu (AA6061)

4.2.1 Matrix

Da die in diesem Abschnitt behandelte Legierung in die Materialklasse aushärtbarer Al-Legierungen einzuordnen ist, liegt der Schwerpunkt der Mikrostrukturuntersuchungen auf der Bestimmung der Ausscheidungsbildung bei unterschiedlicher Temperaturbehandlung.

In der Literatur (z. B. [101]) wird für die Legierung AA061 eine Auslagerungszeit von 18 Stunden bei 433 K angegeben, um den ausgehärteten Zustand (auch: „peak aged“, T6-Zustand) zu erreichen. Bei längerer Auslagerungsdauer kommt es durch *Ostwald*-Reifung zum Wachstum größerer Ausscheidungen auf Kosten der kleineren und damit zu einer Abnahme der Effektivität der Ausscheidungshärtung. Die Untersuchungen zum Einfluß der Auslagerungszeit behandeln daher nicht ausgelagerte, kurz ausgelagerte (30 min und 1 h), ausgehärtete (18 h ausgelagerte) und überalterte (72 h ausgelagerte) Proben.

Im Gegensatz zu den 18 bzw. 72 h ausgelagerten Proben ist bei kurzer Auslagerungsdauer die Bildung von Ausscheidungen noch nicht abgeschlossen. Letztere Proben zeigten daher nach dem Ionendünnen Ausscheidungen, die aufgrund der längeren Präparationsdauer sowie der Erwärmung des Materials durch den Ionenstrahl entstanden waren. Um die Präparationsdauer der nicht bzw. kurz ausgelagerten Proben daher möglichst kurz zu halten, wurden diese TEM-Proben durch Elektrolytpolieren hergestellt. Zusätzlich wurden bei dieser Präparationsart die Proben durch den -30 °C kalten Elektrolyten gekühlt.

Allgemein ist anzumerken, daß alle Proben der Legierung AA6061 in den gegebenenfalls auftretenden Wartezeiten zwischen Präparation (Homogenisieren, Auslagerung, Herstellung der TEM-Proben) und Messung (Zugversuche, TEM-Untersuchungen) in flüssigem Stickstoff ($T_{LN} = 77\text{ K}$) gelagert wurden, um eine unkontrollierte Bildung von Ausscheidungen zu unterdrücken.

Abb. 4.29 zeigt TEM-Aufnahmen der genannten Auslagerungszustände. Bereits bei nicht ausgelagerten Proben werden zum Teil größere Ausscheidungen beobachtet. Eine Auswertung der Röntgenspektren ergibt wie bereits bei der Legierung AA5754, daß diese Ausscheidungen einen hohen Anteil an Eisen und Mangan enthalten, während im umgebenden Material diese Elemente nicht nachgewiesen werden können.

Auch bei der hier verwendeten Legierung ist die Löslichkeit der hauptsächlichen Legierungselemente Magnesium, Silizium und Kupfer bei der Homogenisierungstemperatur (803 K) größer als der in der Legierung enthaltene Anteil ([62], Tab. 3.1b). Wie bereits bei der Legierung AA5754 angegeben, sind die ebenfalls zulässigen Elemente Eisen und Mangan jedoch nahezu unlöslich [62].

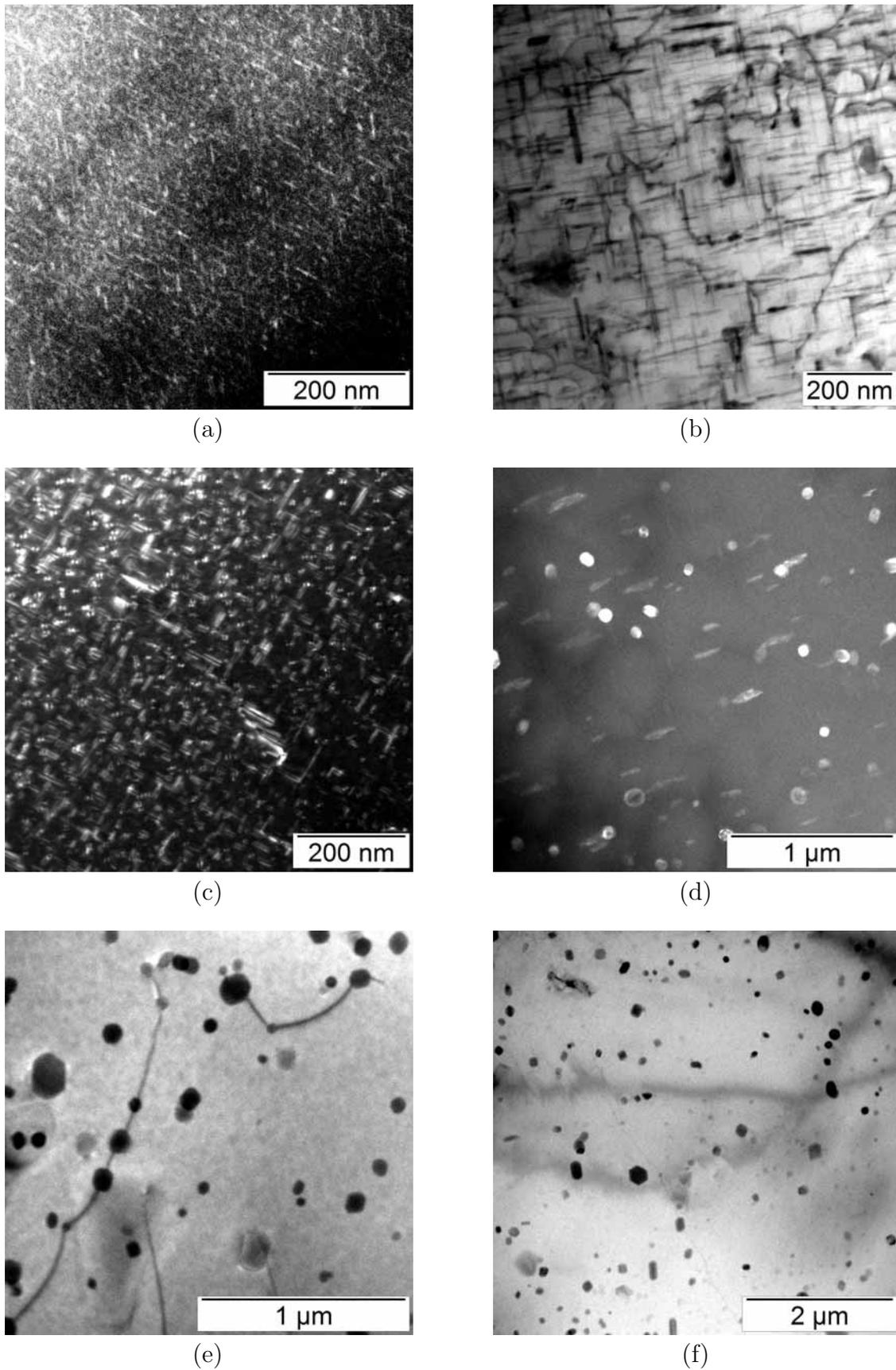


Abbildung 4.29: TEM-Aufnahmen unverformter Proben der Legierung AA6061 mit unterschiedlicher Auslagerungsdauer bei 433 K: (a) 30 min, (b) 30 min bei 433 K sowie 24 h bei Raumtemperatur, (c,d) 1 h, (e) 18 h (ausgehärtet), (f) 72 h. (a,c,d: Dunkelfeldaufnahmen; b,e,f: Hellfeldaufnahmen)

Daher kommt es auch bei der Legierung AA6061 zur Bildung eisen- und manganreicher Ausscheidungen während der Herstellung des Materials, welche bei der Homogenisierung nicht aufgelöst werden. Durch die Warmauslagerung bei 433 K bewirkt lediglich ein geringes Wachstum der eisen- und manganreichen Ausscheidungen. Die Abstände der eisen- und manganhaltigen Ausscheidungen liegen in der Größenordnung einiger hundert Nanometer, so daß diese wenig Einfluß auf die Plastizität haben. Ursache der Härtung der Legierung AA6061 ist die feinskalige Bildung von Mg_2Si -Ausscheidungen durch natürliche oder künstliche Alterung [63, 82]. Im Folgenden wird daher die Untersuchung der Mikrostruktur auf diese Ausscheidungen beschränkt.

Die TEM-Proben des nicht ausgelagerten Materials zeigen lediglich die genannten eisen- und manganreichen Ausscheidungen, eine Bildung von Mg_2Si -Ausscheidungen wird hier noch nicht beobachtet. In Abb. 4.29 sind daher nur Aufnahmen nach Warmauslagerung unterschiedlicher Dauer dargestellt.

Nach 30 min Auslagerung bei 433 K sind in der Legierung bereits kleine nadelförmige Ausscheidungen zu sehen (Abb. 4.29(a)). Die Ausscheidungen sind entlang den Hauptachsen des Kristallgitters ausgerichtet. Nach dieser Auslagerungsdauer ist die Bildung von Ausscheidungen jedoch noch nicht abgeschlossen, wie Abb. 4.29(b) zeigt. Dieses Bild wurde nach etwa 24 h zusätzlicher Alterung bei Raumtemperatur aufgenommen und zeigt neben etwas dickeren nadelförmigen Ausscheidungen auch sehr feine Nadeln, die deutlich gleichmäßiger verteilt sind. Des weiteren ist in dieser Aufnahme zu erkennen, daß die Versetzungen durch die Ausscheidungen aufgehalten werden (z. B. links unten) und zum Teil deren Verlauf folgen (Bildmitte).

TEM-Proben nach einer Warmauslagerung von 1 h bei 433 K zeigen zum Teil noch nadelförmige Ausscheidungen (Abb. 4.29(c)), diese jedoch in größerer Anzahl und Stärke als nach 30 min. Zum Teil werden auch plättchenförmige Ausscheidungen beobachtet (Abb. 4.29(d)), die jedoch aufgrund der bereits genannten Erwärmung der Probe während des Ionendünnens entstanden sein können.

In Abb. 4.29(e) ist die Aufnahme eine Probe nach 18 h Warmauslagerung gezeigt. Die beobachteten Ausscheidungen sind annähernd kugelförmig und fein im Material verteilt. Die Abbildung zeigt außerdem die Behinderung der Versetzungsbewegung durch die Ausscheidungen.

Überalterte Proben (nach 72 h bei 433 K) weisen insbesondere in der Umgebung größerer Ausscheidungen Bereiche mit einer geringen Ausscheidungsichte auf. Wie erwartet wachsen bei dieser Auslagerungsdauer größere Ausscheidungen auf Kosten der kleineren (*Ostwald-Reifung*), so daß es global zu einer Verringerung der Ausscheidungsichte kommt.

Für Proben des nicht gealterten Materials sind in Abb. 4.30 die Spannungs-Dehnungs-Kurven für Dehnraten von $\dot{\epsilon} = 1,13 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ bis $1,13 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$

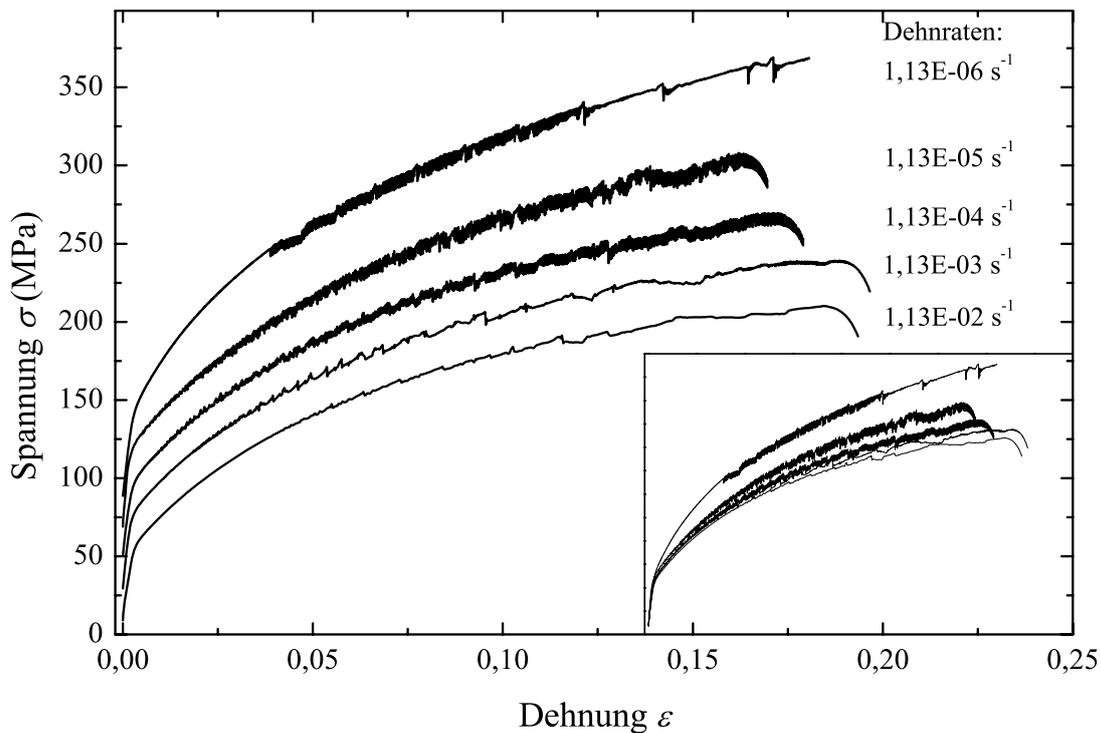


Abbildung 4.30: Spannungs-Dehnungs-Kurven für das Matrixmaterial AA6061 in einem Dehnratenpektrum von $1 \cdot 10^{-6}$ bis $1 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Zur besseren Unterscheidbarkeit sind die Kurven jeweils um 20 MPa verschoben, der tatsächliche Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Kurven ist im Diagramm unten rechts dargestellt.

dargestellt. Auch bei dieser Legierung tritt der PLC-Effekt bei Raumtemperatur über einen weiten Dehnratenbereich auf.

Gegenüber der bereits untersuchten Legierung AA5754 zeigt das Diagramm jedoch zwei wichtige Unterschiede. Zum einen weisen die Spannungs-Dehnungs-Kurven mit abnehmender Dehnrates eine Zunahme der Verfestigungsrate auf, wie in der Abbildung unten rechts gezeigt. Dabei ist zu beachten, daß eine Messung bei kleinster Dehnrates ($\dot{\epsilon} = 1,13 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$) bis zu 48 Stunden dauert. Durch Alterung bei Raumtemperatur erfolgt währenddessen bereits die Bildung von Ausscheidungen, welche die Versetzungsbewegung behindert. Darüber hinaus zeigt die Spannungs-Dehnungs-Kurve dieser Dehnrates bei einer Dehnung von etwa 12% (entsprechend einer Meßdauer von etwa 30 Stunden) eine deutliche Veränderung. Wie die Untersuchungen der Mikrostruktur zeigten, bilden sich in der Legierung durch Alterung bei Raumtemperatur nadelförmige Ausscheidungen. Deren Größe und Anzahl ist also nach einer Alterungsdauer von 30 Stunden bereits als ausreichend groß für die effektive Behinderung der Versetzungsbewegung anzunehmen.

Die bei Raumtemperatur auftretende Ausscheidungshärtung wird bei erhöhter Temperatur aufgrund der leichteren Fremdatomdiffusion beschleunigt. In Abb. 4.31 ist der Einfluß der künstlichen Alterung zu sehen. Hier sind für die Dehnrates $\dot{\epsilon} = 1,13 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ Spannungs-Dehnungs-Kurven für unterschiedlich

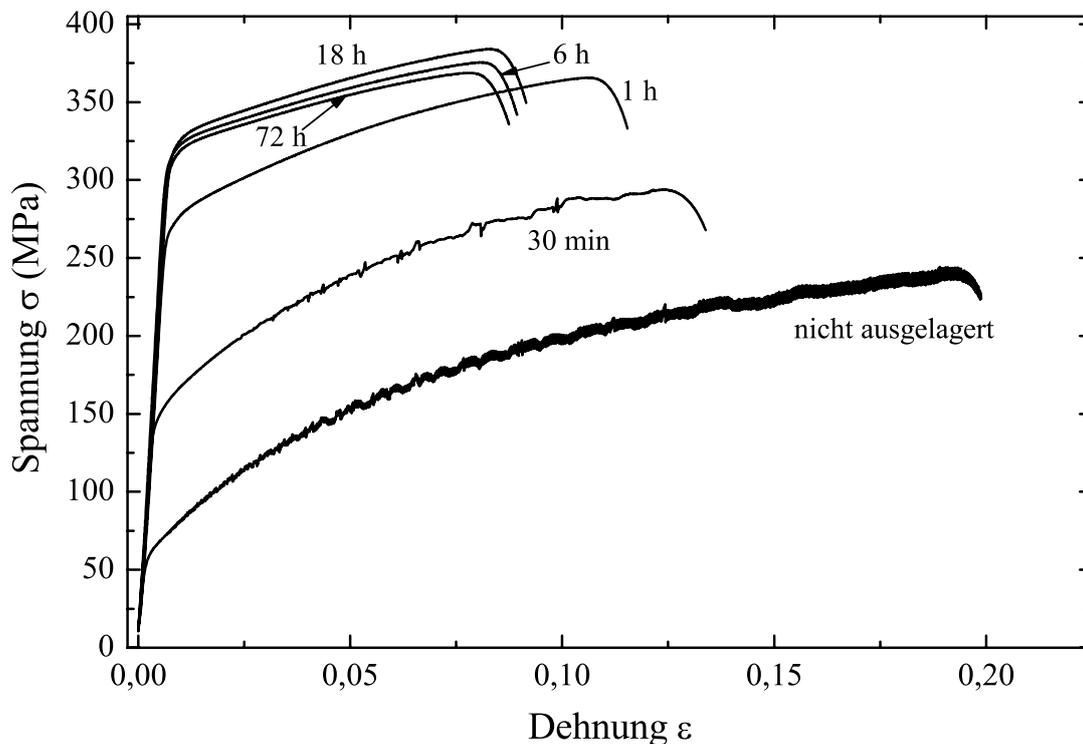


Abbildung 4.31: Vergleich der Spannungs-Dehnungs-Kurven in Abhängigkeit von der Auslagerungsdauer bei 433 K für eine feste Dehnrates ($\dot{\epsilon} = 1,13 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$).

lange Auslagerungszeiten bei einer Temperatur von 433 K dargestellt. Die bei Raumtemperatur deutlich sichtbaren Spannungseinbrüche werden bereits nach 30 Minuten Auslagerung stark reduziert, nach einer Stunde sogar vollständig unterdrückt. Wie auf den TEM-Aufnahmen zu sehen, haben sich nach dieser Auslagerungsdauer fein im Material verteilt nadelförmige Ausscheidungen gebildet. Diese behindern durch die homogene Verteilung und die Ausrichtung der Nadeln parallel zu den Gleitebenen sehr effektiv die Ausbreitung von Versetzungslawinen.

Mit zunehmender Auslagerungszeit wachsen die Ausscheidungen gemäß der in Abschn. 2.3.2 angegebenen Sequenz an. Da sie weiterhin sehr gleichmäßig im Material verteilt sind, dienen sie mit zunehmender Größe noch effektiver als Hindernisse für die Versetzungsbewegung.

Die Spannungs-Dehnungs-Kurven der überalterten Proben (Auslagerungsdauer 72 h) liegen schließlich wieder unterhalb der Kurven der ausgehärteten Legierung, da hier durch *Ostwald*-Reifung die Dichte der Ausscheidungen und damit deren Effektivität als Gleithindernisse abnimmt.

Fließgrenze

Im vorangehenden Abschnitt wurde der Zusammenhang der Fließspannung mit der Auslagerungsdauer erläutert. Analog dazu ergeben sich die in Abb. 4.32 angegebenen kritischen Fließspannungen. Diese sind bei jeweils gleicher Tem-

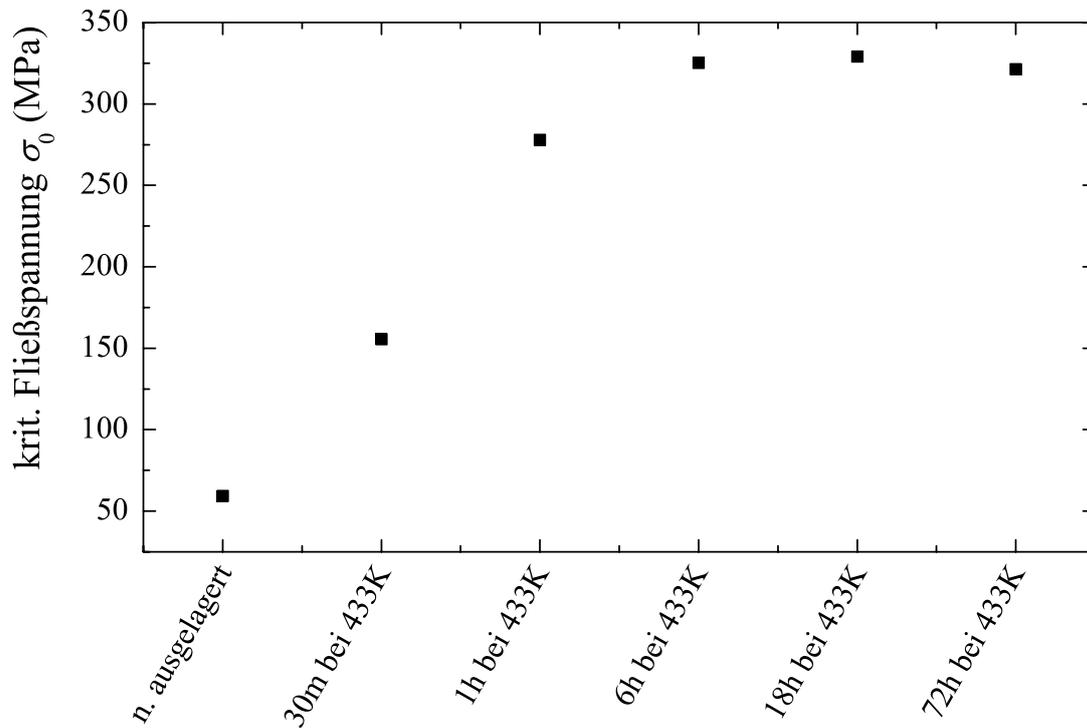


Abbildung 4.32: Kritische Fließspannung der Zugproben der Legierung AA6061 in Abhängigkeit von der Temperaturbehandlung.

peraturbehandlung unabhängig von der angewandten Dehnrates, so daß ein Mittelwert für die einzelnen Auslagerungszeiten verwendet werden kann. Wie bereits im Vergleich der Spannungs-Dehnungs-Kurven im letzten Abschnitt zu erkennen, wird das Maximum der Fließgrenze und damit die größte Festigkeit der Proben bei einer Auslagerungsdauer von 18 h bei 433 K erzielt.

Einsatzdehnung des PLC-Effekts

Die Bestimmung der Einsatzdehnung der Legierung AA6061 wurde nur anhand von Messungen der nicht ausgelagerten sowie 30 Minuten bei 433 K ausgelagerten Proben durchgeführt, da eine längere Auslagerungsdauer zur Unterdrückung des PLC-Effekts führte, wie in Abb. 4.31 gezeigt wurde. Die beobachteten Werte für das erstmalige Auftreten der Instabilitäten sind in Abb. 4.33 aufgetragen. Es ergibt sich für die nicht ausgelagerten Proben ein Verlauf, der ähnlich auch bei der Matrixlegierung AA5754 beobachtet wurde (vgl. Abb. 4.6).

Beginnend mit der kleinsten Dehnrates nimmt die Einsatzdehnung mit steigender Dehnrates zunächst aufgrund der sinkenden Effektivität der dynamischen Reckalterung ab (inverser PLC-Effekt), bis die Instabilitäten mit Beginn der plastischen Verformung einsetzen. Der erneute Anstieg der Einsatzdehnung mit wachsender Dehnrates aufgrund der Erschöpfung der Alterung setzt bei deutlich geringeren Dehnrates ein als bei der Legierung AA5754 beobachtet.

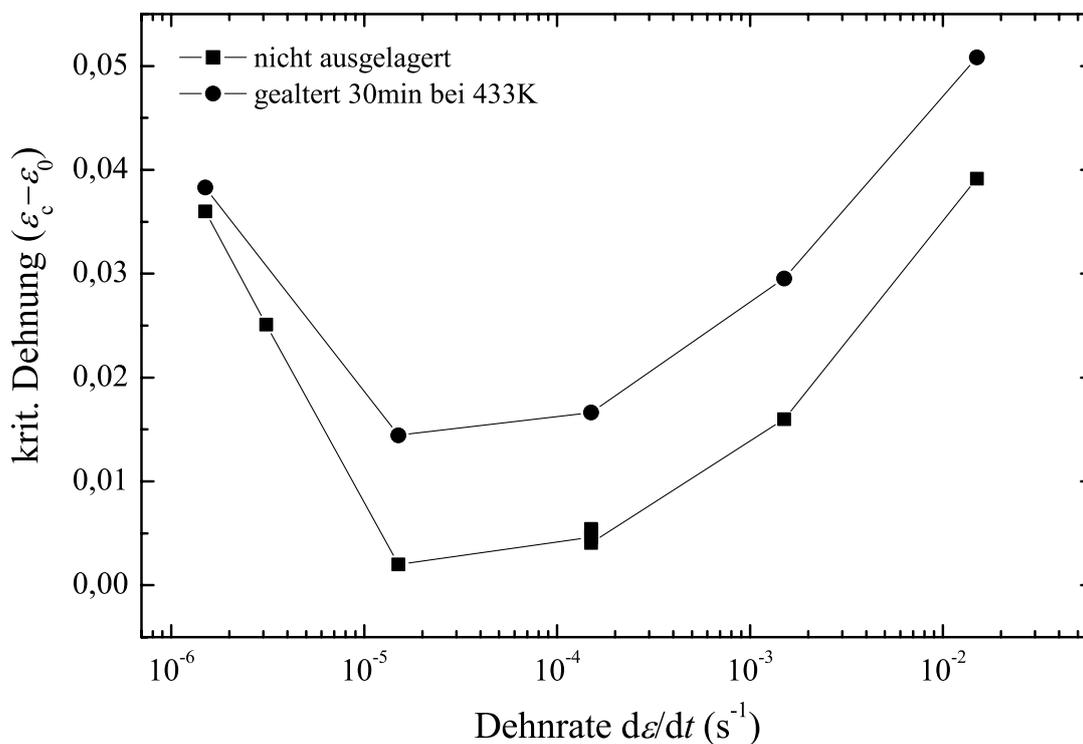


Abbildung 4.33: Einsatzdehnung des PLC-Effekts für die Legierung AA6061 in Abhängigkeit von der Dehnrate für verschiedene Wärmebehandlungen.

Dies kann mit den unterschiedlichen Materialeigenschaften der beiden Werkstoffe begründet werden. Zum einen ist in der Legierung AA6061 der Mg-Anteil geringer, so daß eine erhöhte Anzahl von Diffusionswegen erforderlich ist, um bei nachlassender Effektivität der Reckalterung ausreichend Fremdatome zu den Versetzungen zu bringen. Verstärkt wird dieser Effekt dadurch, daß bereits während der Verformung ein Teil der im Material vorhandenen Fremdatome durch die Bildung von Ausscheidungen gebunden werden.

Bei den ausgelagerten Proben ist über das gesamte gemessene Dehnratenspektrum eine Anhebung der Einsatzdehnung festzustellen. Lediglich bei der kleinsten Dehnrate setzen die Instabilitäten bei annähernd den gleichen Dehnungen ein wie im nicht ausgelagerten Zustand. Durch die Bindung der Fremdatome in den Ausscheidungen ist die zusätzliche Aktivierungsenthalpie aufgrund der Alterung der Versetzungen stets kleiner als ihr Sättigungswert, so daß die Effektivität der dynamischen Reckalterung bereits bei kleineren Dehnungen ausreichend gering für das Auftreten von Instabilitäten ist (vgl. Abschn. 4.1.1). Außerdem dienen die Ausscheidungen als zusätzliche Gleithindernisse. Somit werden für die gleiche Effektivität der Verankerung weniger Knotenpunkte zwischen Versetzungen benötigt, also eine kleinere Versetzungsdichte und eine kleinere Einsatzdehnung.

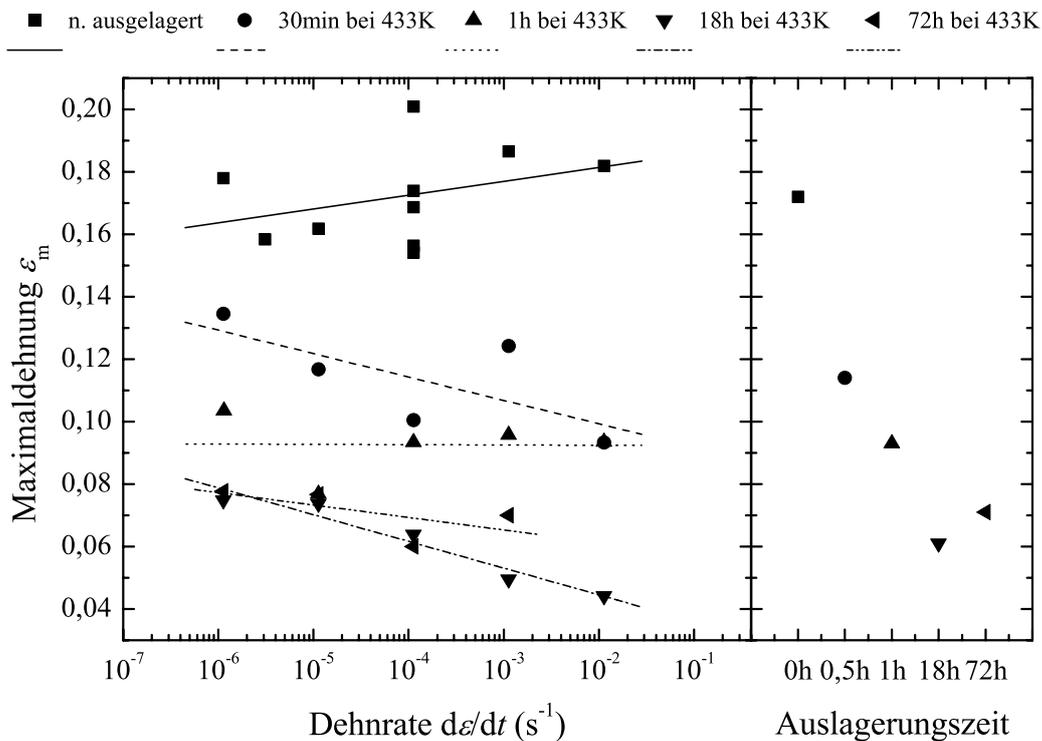


Abbildung 4.34: Maximaldehnung der Legierung AA6061 in Abhängigkeit von der Dehnrates (links) und Temperaturbehandlung (rechts, Mittelwerte aller gemessener Dehnrates).

Maximaldehnung

Die in Abb. 4.34 dargestellte Abhängigkeit der Maximaldehnung von der Dehnrates weist wie bei der Legierung AA5754 eine starke Streuung auf. Diese läßt auch hier keinen eindeutigen Schluß auf die Dehnratesempfindlichkeit der Maximaldehnung zu.

In Abhängigkeit von der Temperaturbehandlung ließ sich jedoch bereits in Abb. 4.31 ein deutlicher Rückgang der Maximaldehnung mit zunehmender Auslagerungszeit erkennen. Dieser Zusammenhang ist im rechten Teil der Abb. 4.34 für die Dehnrates $\dot{\varepsilon} = 1,13 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ verdeutlicht. Der Rückgang der Maximaldehnung ist das Ergebnis der Behinderung der Versetzungen durch die Ausscheidungen im Material. Da die Verformung der Probe durch die Bewegung der Versetzungen getragen wird, steigt durch die Blockierung der Versetzungen die Festigkeit der Probe auf Kosten der Duktilität.

Tiefe der Spannungseinbrüche

Der Vergleich mit den Spannungsabfällen der Legierung AA5754 zeigt, daß jene der hier untersuchten Legierung nur etwa halb so groß sind. Durch die schnelle Bildung von Ausscheidungskeimen wird bereits in der kurzen Zeit zwischen Homogenisieren und Messung eine Vielzahl von Gleithindernissen bereitgestellt, welche die Versetzungslawinen effektiver behindern, als dies bei der nicht aushärtbaren Legierung AA5754 der Fall ist.

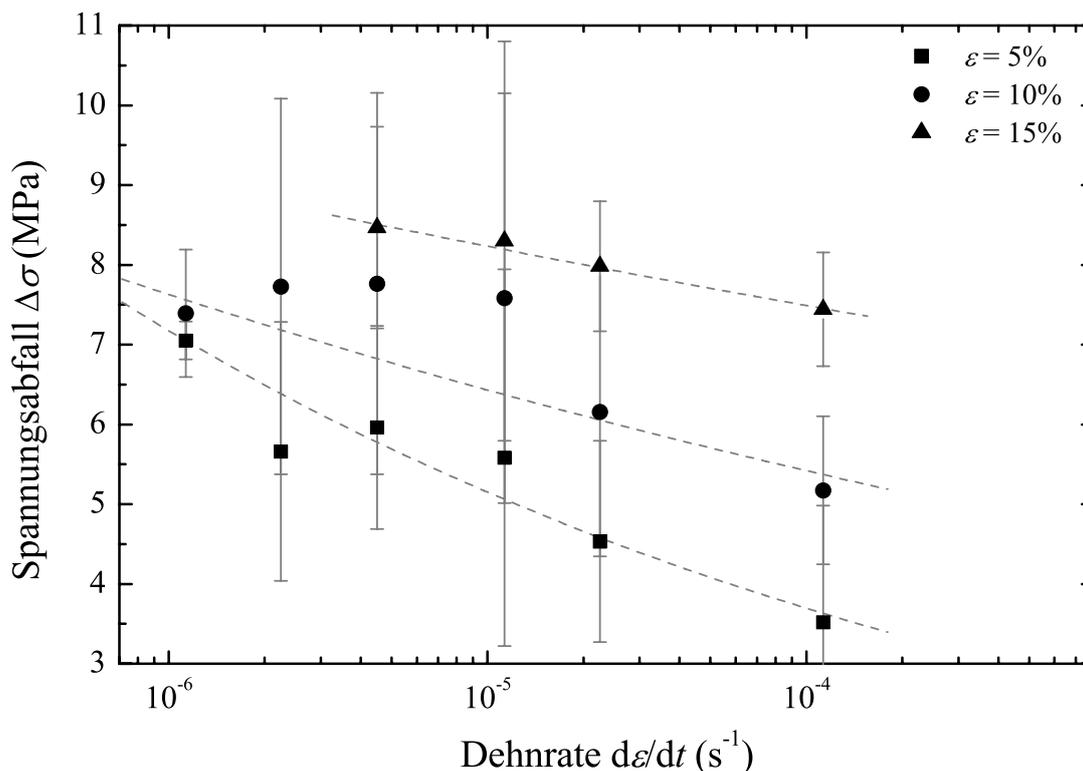


Abbildung 4.35: Tiefe der Spannungseinbrüche für das Matrixmaterial AA6061 im nicht ausgelagerten Zustand (Mittelwerte mit Standardabweichung). Die Linien dienen lediglich der Blickführung.

Im Lauf der Verformung ist auch bei der Legierung AA6061 eine Zunahme der Tiefe der Spannungseinbrüche aufgrund der zunehmenden Effektivität der dynamischen Reckalterung (Zunahme der Versetzungsdichte und damit der Knotenpunkte und Diffusionswege, vgl. Abschn. 4.1.1) zu verzeichnen. Wie Abb. 4.35 außerdem zeigt, nimmt auch hier die Tiefe der Spannungsabfälle mit zunehmender Dehnrates aufgrund kürzerer Wartezeiten an den Hindernissen und damit einer schwächer ausgeprägten Alterung ab.

Da die Instabilitäten bei kurzer Auslagerungsdauer bereits weitgehend reduziert sind, werden in diesem Abschnitt nur Messungen an den nicht ausgelagerten Proben behandelt. Wie zuvor werden die Spannungseinbrüche in den Dehnungsintervallen $\varepsilon = 5 \pm 1, 10 \pm 1$ und $15 \pm 1\%$ ausgewertet. Die in Abb. 4.35 nicht dargestellten Werte im 15 %-Intervall für die beiden kleinsten gemessenen Dehnrates fehlen aufgrund der starken Alterung des Materials bei Raumtemperatur. Bei der Dehnrates $\dot{\varepsilon} \approx 1 \cdot 10^{-6} s^{-1}$ tritt nach etwa 30 Stunden (das entspricht etwa einer Dehnung von 12 %) eine deutliche Reduzierung der Spannungseinbrüche auf (vgl. Abb. 4.30), da die Ausscheidungen die Ausbreitung der Versetzungslawinen effektiv behindern. Bei Messungen mit der Dehnrates $\dot{\varepsilon} \approx 2 \cdot 10^{-6} s^{-1}$ wurde das Dehnungsintervall $15 \pm 1\%$ bei keiner Messung erreicht.

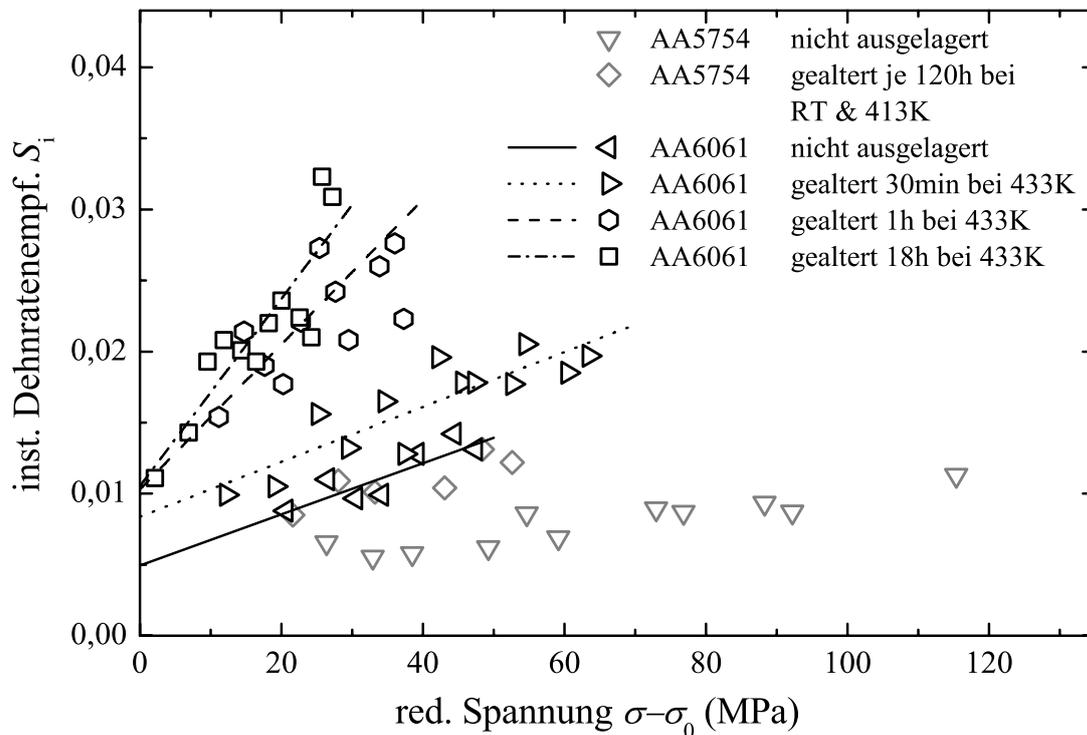


Abbildung 4.36: Instantane Dehnratenempfindlichkeit S_i der Legierung AA6061 in Abhängigkeit von der Temperaturbehandlung. Zum Vergleich in grau Ergebnisse der Legierung AA5754.

Eine quantitative Auswertung der Diffusionsexponenten nach [84, 85] ist nur anhand von Spannungseinbrüchen des Typs B möglich. Da zu diesem PLC-Typ nur Messungen bei zwei unterschiedlichen Dehnraten vorliegen und deren Ergebnisse eine starke Streuung aufweisen, kann der Diffusionsexponent im Rahmen dieser Arbeit nicht ausreichend zuverlässig bestimmt werden.

Dehnratenempfindlichkeit und Aktivierungsvolumen

Wegen der Unterdrückung des PLC-Effekts durch künstliche Alterung ist die Bestimmung der Dehnratenempfindlichkeit bei Proben der Legierung AA6061 im gesamten untersuchten Dehnratenspektrum möglich. Um die Ergebnisse mit jenen der Legierung AA5754 vergleichen zu können, wurden auch hier die Relaxations- und Dehnratenwechsel-Experimente bei den kleinsten einstellbaren Dehnraten ($1 \cdot 10^{-6}$ bzw. $2 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$) durchgeführt. Dies führt jedoch aufgrund der ausgeprägten Alterung bei Raumtemperatur zu Schwierigkeiten in der Auswertung für nicht ausgelagertes Material. Die zur Untersuchung der stationären Dehnratenempfindlichkeit benötigten stationären Spannungsdifferenzen $\Delta\sigma_s$ können aufgrund der Alterung während der Verformung und der daraus resultierenden unterschiedlichen Verfestigungsraten (vgl. Abb. 4.30) nicht bestimmt werden. Bei ausgelagerten Proben ist die Bildung von Ausscheidungen aufgrund der künstlichen Alterung bereits fortgeschritten, so daß

	$S_{i,0}$	V_a (nm ³)	L (nm)
abgeschreckt	0,0049	4,76	87,0
gealtert 30 min bei 433 K	0,0084	2,81	51,3
gealtert 1 h bei 433 K	0,0103	2,28	41,7
gealtert 18 h bei 433 K	0,0105	2,24	40,9

Tabelle 4.5: Extrapolierte instantane Dehnratenempfindlichkeit $S_{i,0}$, Aktivierungsvolumen V_a und effektiver Hindernisabstand L der Legierung AA6061 zu Beginn der plastischen Verformung in Abhängigkeit vom Alterungszustand (abgeschreckt, 30 min, 1 h bzw. 18 h bei 433 K gealtert). Länge des Burgersvektors b nach Glg. 3.5.

der Einfluß der Raumtemperatur-Alterung vernachlässigbar ist. Die stationäre Dehnratenempfindlichkeit wird daher nur für ausgelagerte Proben bestimmt.

In Abb. 4.36 ist zunächst die aus Relaxationsmessungen bestimmte instantane Dehnratenempfindlichkeit gegen die reduzierte Spannung ($\sigma - \sigma_0$) für verschiedene Alterungszustände aufgetragen. Bereits die Werte der nicht ausgelagerten Proben der Legierung AA6061 liegen oberhalb der Ergebnisse der Legierung AA5754 (graue Symbole).

Die Rückextrapolation der Ausgleichsgeraden auf $(\sigma - \sigma_0) = 0$ ergibt für die Dehnratenempfindlichkeit $S_{i,0}$ ohne Einfluß der Alterung einen ähnlichen Wert wie bei der Legierung AA5754. Die Ergebnisse der gealterten Proben sind dagegen deutlich erhöht und führen zu einer Dehnratenempfindlichkeit $S_{i,0}$, die etwa doppelt so groß ist wie die des nicht ausgelagerten Materials.

Wie in Abschn. 4.1.1 beschrieben, kann aus der Dehnratenempfindlichkeit $S_{i,0}$ das Aktivierungsvolumen V_a und der effektive Hindernisabstand L bestimmt werden. Für die Legierung AA6061 ergeben sich die in Tab. 4.5 aufgeführten Werte. Dort ist die Auswirkung der Ausscheidungsbildung durch die Abnahme des Aktivierungsvolumens und damit auch des effektiven Hindernisabstands klar zu erkennen.

Da nach einer Warmauslagerung von 30 min bei 433 K die Spannungsfluktuationen stark reduziert werden, jedoch erst bei Messungen nach einstündiger künstlicher Alterung vollständig unterdrückt sind, kann als Grenzwert zur Unterdrückung des PLC-Effekts ein Hindernisabstand im Bereich von $L \approx 40..50$ nm angenommen werden.

Die aus Dehnratenwechsel-Experimenten bestimmte stationäre Dehnratenempfindlichkeit ist für die gealterten Proben in Abb. 4.37 angegeben. Da sich der Verlauf der Kurven für kurz (30 min bzw. 1 h) und lang (18 h bzw. 72 h) ausgelagerte Proben unterscheidet, sind aus Gründen der Übersichtlichkeit diese beiden Gruppen in jeweils einem Teildiagramm dargestellt.

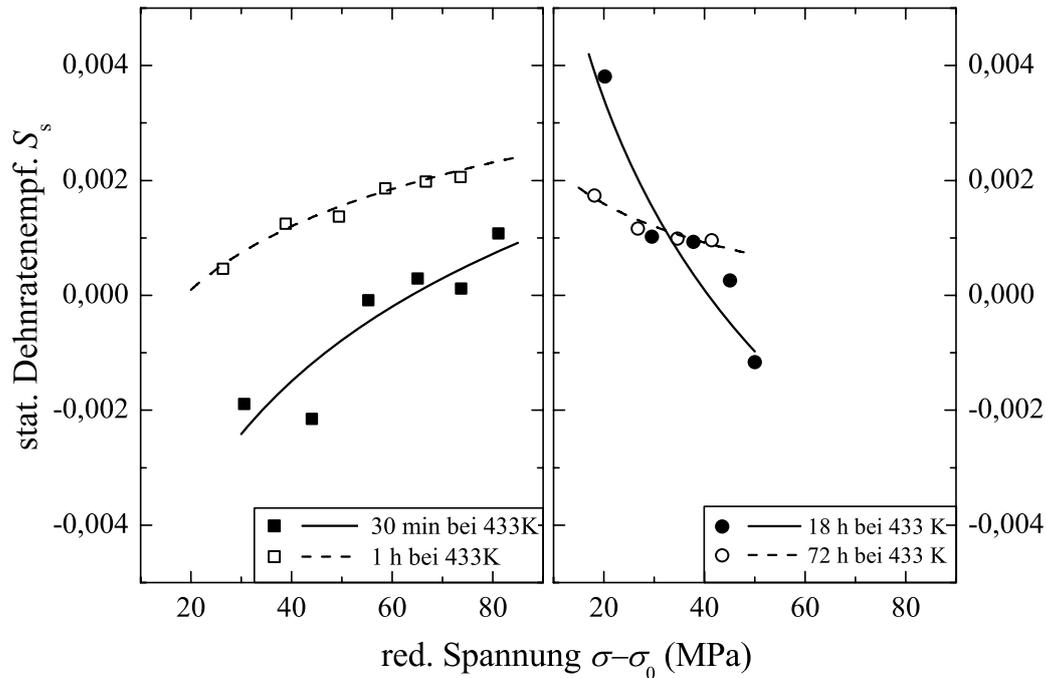


Abbildung 4.37: Stationäre Dehnratenempfindlichkeit S_s in Abhängigkeit von der reduzierten Spannung $\sigma - \sigma_0$ für verschiedene Alterungsbehandlungen. Zur besseren Sichtbarkeit wird zwischen kurzen (links) und längeren (rechts) Auslagerungszeiten unterschieden.

Zur Interpretation dienen die schematischen Verläufe (vgl. Abb. 2.3b) der stationären Dehnratenempfindlichkeit S_s für die unterschiedlichen Auslagerungszeiten (Abb. 4.38(a)-(d)). Die in Abb. 4.37 dargestellten Ergebnisse der Zugversuche repräsentieren dabei jeweils einen Ausschnitt der Gesamtkurve. Dies ist in der schematischen Darstellung durch die durchgezogene Linie veranschaulicht.

Die aufgrund der Warmauslagerung unterbundene Alterung der Proben bei Raumtemperatur während der Messung sowie die Verringerung der Maximaldehnung mit zunehmender Auslagerungsdauer führen dazu, daß die Maxi-

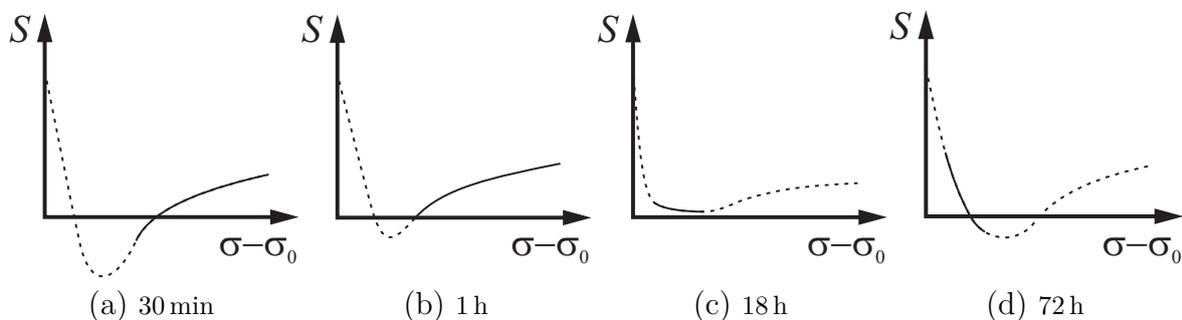


Abbildung 4.38: Schematische Darstellung des Verlaufs der stationären Dehnratenempfindlichkeit S_s in Abhängigkeit von der reduzierten Spannung $\sigma - \sigma_0$ und der Auslagerungszeit bei 433 K (gestrichelte Linien). Der in Abb. 4.37 für die unterschiedlichen Alterungszeiten beobachtete Verlauf ist jeweils durchgezogen dargestellt.

malspannung σ_m geringer ansteigt als die kritische Fließspannung σ_0 (vgl. Abb. 4.31). Daher wird bei längerer Warmauslagerung das verfügbare Intervall ($\sigma_m - \sigma_0$) verkürzt und der Kurvenausschnitt wandert im Diagramm nach links. Der für kurze Alterungszeiten (30 min bzw. 1 h) beobachtete Anstieg der stationären Dehnratenempfindlichkeit S_s mit zunehmender reduzierter Spannung ($\sigma - \sigma_0$) liegt daher rechts des Minimums der Dehnratenempfindlichkeit, während die für lange Alterungszeiten (18 bzw. 72 h) gemessene Abnahme der Dehnratenempfindlichkeit mit zunehmender reduzierter Spannung jeweils durch einen Ausschnitt links des Minimums dargestellt werden kann.

Zusätzlich zur Verschiebung des Ausschnitts auf der Dehnratenempfindlichkeitskurve ist eine vertikale Bewegung dieser Kurve aufgrund der Alterung des Materials zu beobachten. Mit zunehmender Härtung des Materials durch die Bildung von Ausscheidungen steigt das Gesamtniveau der Dehnratenempfindlichkeit, so daß ein kritischer Wert nicht mehr unterschritten wird. Die erneute Abnahme für lange Alterungszeiten ist auf die reduzierte Ausscheidungsdichte aufgrund der *Ostwald*-Reifung und damit auf die nachlassende Effektivität der Ausscheidungshärtung zurückzuführen. Die Schwelle für das Einsetzen der Instabilitäten wird jedoch nicht unterschritten, daher bleibt die Verformung stabil. Für längere Auslagerungszeiten ist eine weitere Verschiebung des relevanten Ausschnitts nach links zu erwarten. Ein erneuter Anstieg der Dehnratenempfindlichkeit S_s wird dabei möglicherweise durch das Absinken der Gesamtkurve kompensiert.

4.2.2 Verbundwerkstoff AA6061+Al₂O₃

Aufgrund der beim Verbundwerkstoff AA5754+Al₂O₃ beobachteten Spannungskonzentrationen an den Partikeln sind diese auch beim auf der Legierung AA6061 basierenden Verbundwerkstoff ein Schwerpunkt der Untersuchungen der Mikrostruktur. Wie in Abb. 4.39(a) gezeigt wird, kommt es auch bei diesem Verbundwerkstoff zur Aufstauung von Versetzungen an den Partikeln. Innerhalb einer Ansammlung von Partikeln wird häufig beobachtet, daß die Spannungskonzentrationen durch Kleinwinkelkorngrenzen abgebaut werden, was zu einer Verfeinerung der Körner in diesen Bereich führt (Abb. 4.39(b)). Das Auftreten von Kleinwinkelkorngrenzen deutet wegen der zu ihrer Bildung erforderlichen erhöhten Temperatur darauf hin, daß die Spannungskonzentrationen bereits vor der Wärmebehandlung der Proben vorhanden waren und somit bei der Herstellung des Verbundwerkstoffs (Strangpreßverfahren) erzeugt wurden.

Bei den in Abb. 4.40 dargestellten Spannungs-Dehnungs-Kurven des nicht ausgelagerten Verbundwerkstoffs ist ähnlich wie im entsprechenden Diagramm

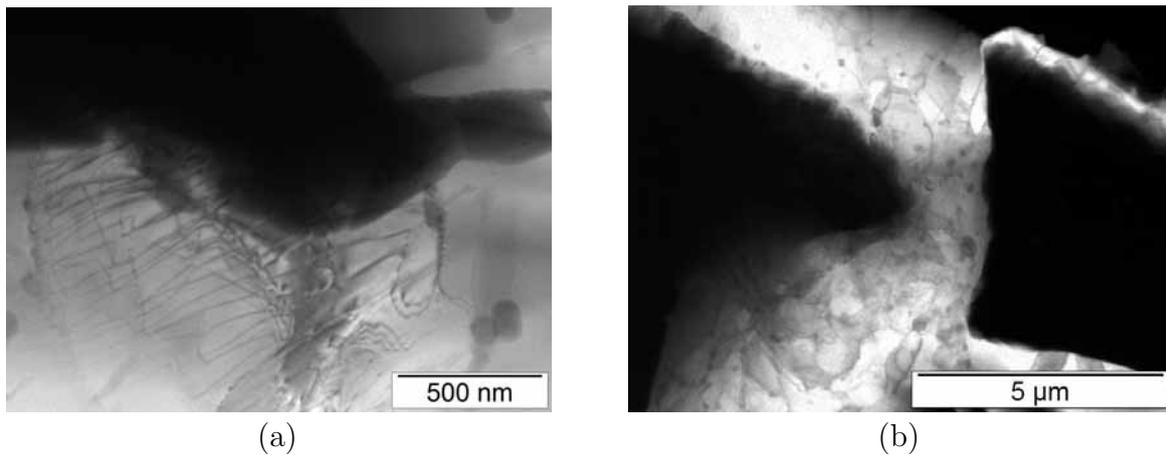


Abbildung 4.39: TEM-Aufnahmen des Verbundwerkstoffs AA6061 mit 20 vol.% Al_2O_3 .

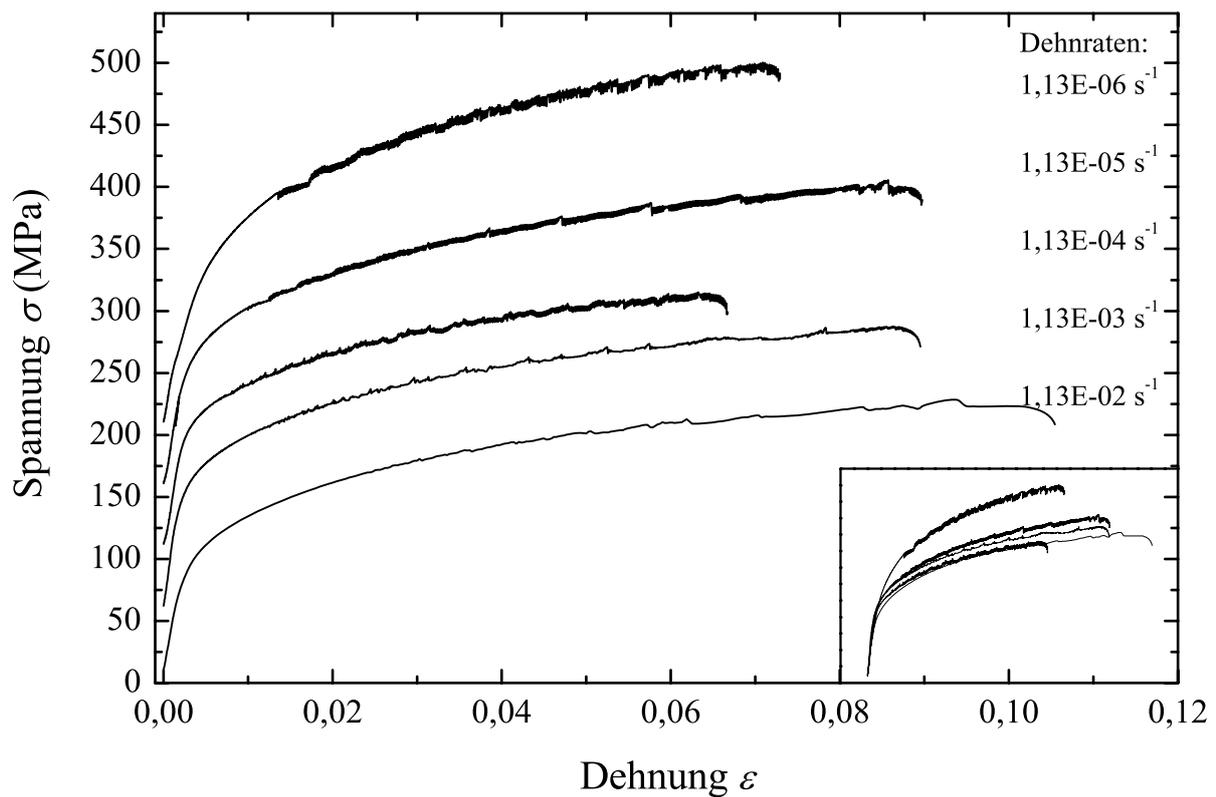


Abbildung 4.40: Spannungs-Dehnungs-Kurven des Verbundwerkstoffs AA6061 mit 20 vol.% Al_2O_3 im nicht ausgelagerten Zustand. Die einzelnen Kurven sind zur besseren Unterscheidung um jeweils 50 MPa nach oben verschoben, der tatsächliche Verlauf der Kurven ist unten rechts dargestellt.

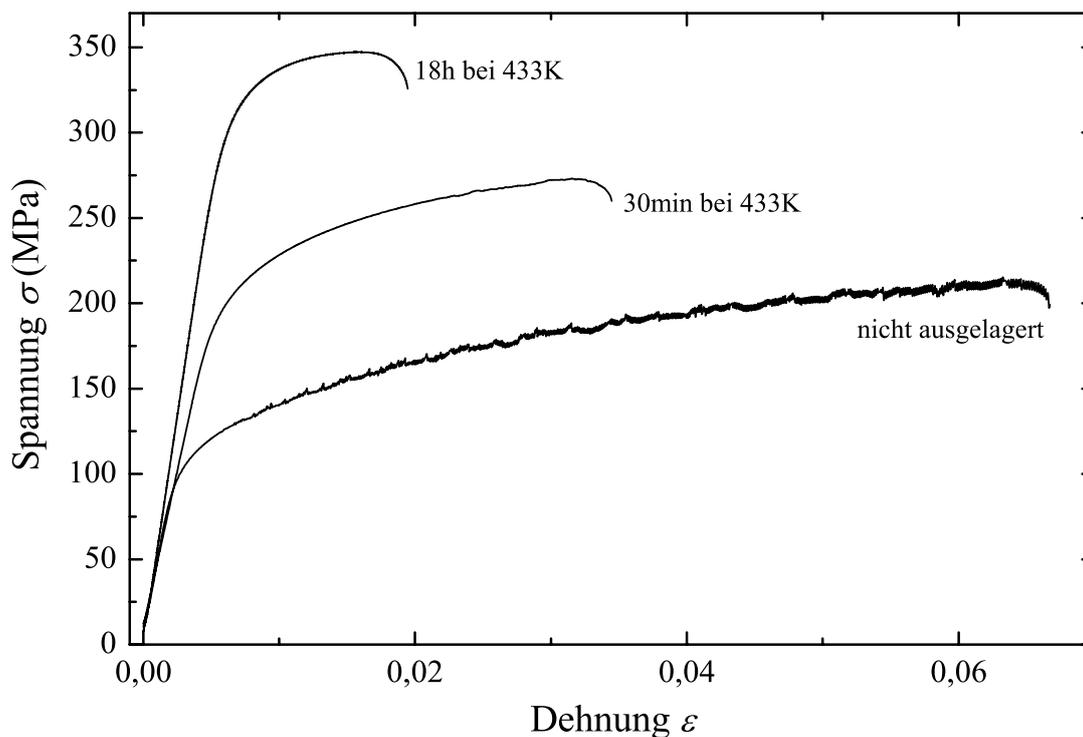


Abbildung 4.41: Vergleich der Spannungs-Dehnungs-Kurven des Verbundwerkstoffs AA6061 mit 20 vol.% Al₂O₃-Partikeln in Abhängigkeit von der Temperaturbehandlung für eine feste Dehnrates ($\dot{\epsilon} = 1,13 \cdot 10^{-4} s^{-1}$).

der zugrundeliegenden Matrixlegierung AA6061 (vgl. Abb. 4.30) die unterschiedliche Verfestigungsrate in Abhängigkeit von der Dehnrates zu erkennen. Wie die Abbildung weiter zeigt, ist dem Zuwachs der Verfestigungsrate durch Ausscheidungsbildung während der Verformung die Auswirkung der eingebrachten Al₂O₃-Partikel überlagert. Durch eine unterschiedliche Verteilung der Partikel in den einzelnen Zugproben und damit verschiedener Effektivität der Partikelhärtung ist beim Spannungsniveau der Verformungskurven keine Abhängigkeit von der Dehnrates festzustellen.

Zu Beginn der Spannungs-Dehnungs-Kurven ist ein weicher Übergang von elastischer und plastischer Verformung sichtbar. Wie beim Verbundwerkstoff AA5754 mit Al₂O₃ ist das lokale Überschreiten der Fließgrenze durch Spannungskonzentrationen an den Al₂O₃-Partikeln (Mikrofließen) die Ursache.

Den Einfluß der Temperaturbehandlung zeigt Abb. 4.41 für die feste Dehnrates $\dot{\epsilon} = 1,13 \cdot 10^{-4} s^{-1}$. Die Kurven zeigen mit zunehmender Auslagerungszeit ein ähnliches Verhalten wie die zugrundeliegende Matrixlegierung AA6061. Bei genauerer Betrachtung fallen jedoch Unterschiede wie unterschiedliche Fließgrenzen, eine kleinere Verfestigungsrate, Verkürzung der Maximaldehnung und die Reduzierung der Instabilitäten bereits nach 30 min Auslagerungszeit bei 433K auf. Diese Besonderheiten des Verbundwerkstoffs AA6061 mit 20 vol.% Al₂O₃ sollen in den nächsten Abschnitten genauer untersucht werden.

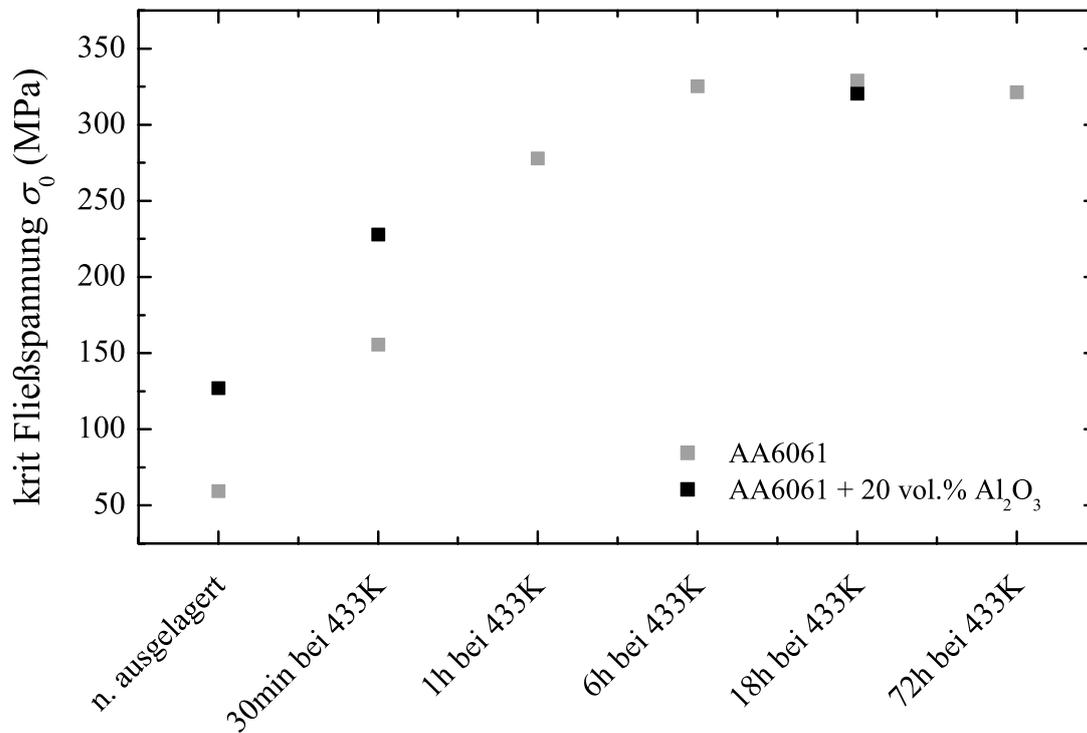


Abbildung 4.42: Kritische Fließspannung σ_0 des Verbundwerkstoffs AA6061 mit 20 vol.% Al_2O_3 -Partikeln in Abhängigkeit von der Temperaturbehandlung. In grau zum Vergleich die Daten der Matrixlegierung AA6061 (vgl. Abb. 4.32).

Fließgrenze

Die exakte Bestimmung der Fließgrenze ist wegen des allmählichen Übergangs von elastischer zu plastischer Verformung schwierig. Da in der Auswertung keine eindeutige Dehnratenabhängigkeit der kritischen Fließspannung zu erkennen ist, wird für jede Auslagerungsdauer der Mittelwert aller Messungen verwendet. Bei den längere Zeit ausgelagerten Proben (18 bzw. 72 h) wurde aufgrund der begrenzten Anzahl insgesamt verfügbarer Proben lediglich die Messung bei der genannten Dehnrates $\dot{\epsilon} = 1,13 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$ durchgeführt.

Die Fließgrenzen des Verbundwerkstoffs in Abhängigkeit von der Alterung zeigt Abb. 4.42, zum Vergleich sind dort auch die Ergebnisse der Matrixlegierung AA6061 dargestellt. Die in Abhängigkeit von der Temperaturbehandlung beobachteten Fließgrenzen zeigen bei diesem Verbundwerkstoff Auswirkungen sowohl der Partikelverstärkung als auch der Ausscheidungshärtung. Für geringe Auslagerungszeiten (nicht ausgelagert, 30 min bei 433 K ausgelagert) sind die Fließgrenzen der Verbundwerkstoffproben gegenüber jenen der Matrixlegierung deutlich erhöht (jeweils etwa um 75 MPa) aufgrund der Behinderung der Versetzungsbewegung durch die recht homogen verteilten Al_2O_3 -Partikel. Mit längerer Auslagerungsdauer bewirkt das Wachstum der Ausscheidungen eine zunehmende Härtung des Materials. Im ausgehärteten Zustand (18 h bei 433 K) wird daher wegen der feineren Verteilung der Ausscheidungen die

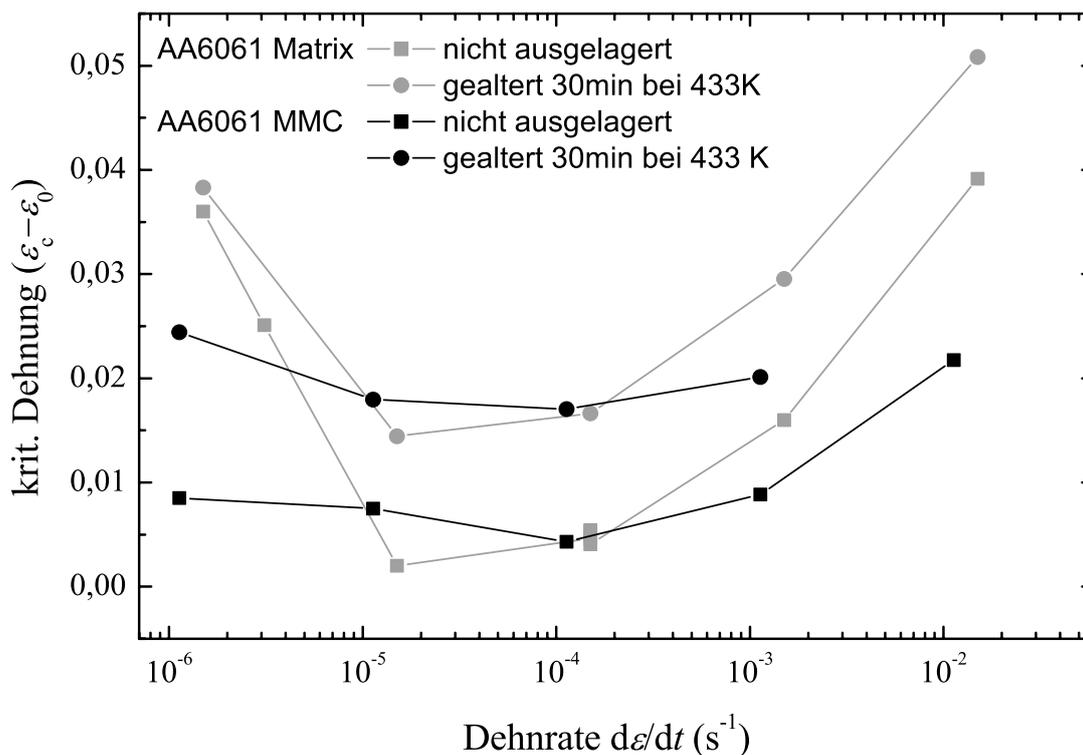


Abbildung 4.43: Einsatzdehnung ϵ_c des PLC-Effekts beim Verbundwerkstoff AA6061 mit 20 vol.% Al_2O_3

Versetzungsbewegung so effektiv behindert, daß eine weitere Erhöhung durch die eingebrachten Partikel nicht zu beobachten ist.

Einsatzdehnung des PLC-Effekts

Wie in den Spannungs-Dehnungs-Kurven zu sehen, tritt vor allem beim nicht ausgelagerten Verbundwerkstoff AA6061 mit 20 vol.% Al_2O_3 der PLC-Effekt im untersuchten Dehnratenspektrum auf. Wenngleich die Instabilitäten nach einer Warmauslagerung von 30 min bei 433 K weitgehend unterdrückt werden, lassen sich auch bei diesen Messungen leichte Spannungsfluktuationen erkennen. Abb. 4.43 zeigt daher für diese beiden Temperaturbehandlungen die Einsatzdehnung des PLC-Effekts.

Auch bei diesem Verbundwerkstoff zeigt sich in der Kurve mit steigender Dehnrage zunächst der inverse PLC-Effekt (Abnahme der Einsatzdehnung mit zunehmender Dehnrage) aufgrund der abnehmenden Effektivität der dynamischen Reckalterung. Im Bereich mittlerer Dehnraten setzt der PLC-Effekt (bei nicht ausgelagerten Proben) etwa mit Beginn der plastischen Verformung ein. Wie auch bei der Matrixlegierung ist die leicht erhöhte Einsatzdehnung auf das Mikrofließen zu Beginn der Verformung zurückzuführen. Bei größeren Dehnraten steigt die Einsatzdehnung wieder an, da die dynamische Reckalterung weiter an Effektivität verliert und eine höhere Versetzungsdichte erforder-

lich ist, um die Fremdatome hinreichend schnell zu den an den Hindernissen blockierten Versetzungen zu bringen.

Die Auslagerung bei 433 K bewirkt bei allen untersuchten Dehnraten eine gleichmäßige Anhebung der Einsatzdehnung.³

Im Vergleich mit den Ergebnissen der Matrixlegierung (graue Symbole in Abb. 4.43) fallen vor allem die deutlich reduzierten Einsatzdehnungen an den Rändern des Dehnratenspektrums auf. Die Zugabe der Partikel bewirkt also auch bei diesem Verbundwerkstoff ein früheres Auftreten der Instabilitäten aufgrund von Spannungskonzentrationen an den Partikeln und der lokalen Verringerung des verformbaren Querschnitts.

Maximaldehnung

Die erreichte Dehnung ist bei den Verbundwerkstoffproben im Vergleich mit jenen der Matrixlegierung AA6061 deutlich reduziert. Da das Spannungsniveau der Verformungskurven trotz der relativ homogenen Verteilung der Al₂O₃-Partikel nicht signifikant höher liegt als bei der Matrixlegierung, ist wie beim Verbundwerkstoff AA5754 mit Al₂O₃ eine Reduktion des effektiven Querschnitts aufgrund des Versagens der Partikel bzw. Partikelcluster anzunehmen. Bei Untersuchungen des Verbundwerkstoffs im TEM konnte vereinzelt ein Bruch der Partikel beobachtet werden. Wegen der homogeneren Verteilung kleinerer Partikelansammlungen im Verbundwerkstoff AA6061 mit Al₂O₃, des höheren Volumenanteils der Partikel und der geringeren Magnesiumkonzentration in der Legierung AA6061 ist darüberhinaus die Ablösung der Partikel von der Matrix aufgrund der schwächeren Bindung durch die Spinellschicht als weitere Ursache des früheren Versagens der Probe in Betracht zu ziehen.

Mit zunehmender Auslagerungszeit ist eine weitere Abnahme der Maximaldehnung zu beobachten (s. rechtes Teildiagramm in Abb. 4.44). Zusätzlich zu den eingebrachten Partikeln behindern die Ausscheidungen die Bewegung der Versetzungen im Material. Wie bereits beim Matrixmaterial AA6061 beobachtet, erfolgt die Zunahme der Festigkeit durch Ausscheidungshärtung auf Kosten der Verformbarkeit.

Tiefe der Spannungseinbrüche

Die Auswertung der Tiefe der Spannungsabfälle ergibt die in Abb. 4.45 dargestellten Werte. Wie bei den bereits untersuchten Werkstoffen steigt die Tiefe mit zunehmender Verformung aufgrund der größeren Versetzungsdichte und damit effektiveren Blockierung der Versetzungen. Beim Verbundwerkstoff

³ Bei der höchsten angewandten Dehnrates $\dot{\epsilon} = 1,13 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ traten keine Instabilitäten mehr auf, daher fehlt dieser Wert.

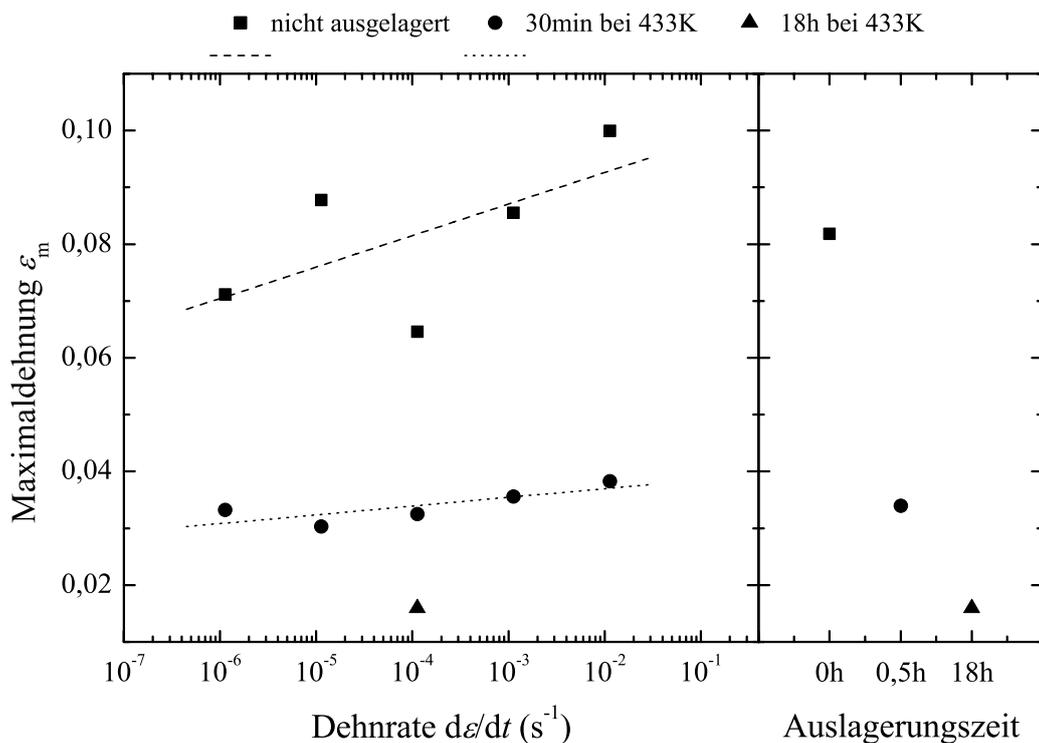


Abbildung 4.44: Maximaldehnung des Verbundwerkstoffs AA6061 mit 20 vol.% Al_2O_3 in Abhängigkeit von der Dehnrates (links) und Temperaturbehandlung (rechts, Mittelwert aller gemessener Dehnraten).

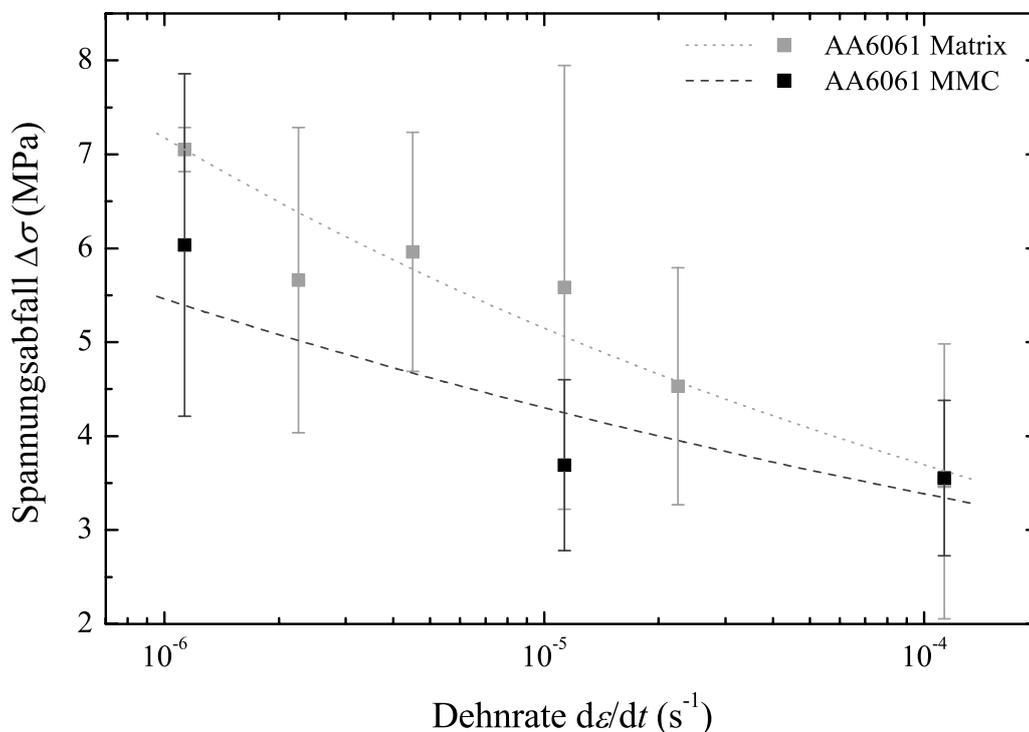


Abbildung 4.45: Tiefe der Spannungseinbrüche des nicht ausgelagerten Verbundwerkstoffs AA6061 mit 20 vol.% Al_2O_3 bei einer Dehnung von $\epsilon = 5\%$ in Abhängigkeit von der Dehnrates. Zum Vergleich die entsprechenden Ergebnisse der Matrixlegierung AA6061 (graue Symbole).

wird aufgrund der geringen Gesamtdehnung lediglich das Dehnungsintervall $\varepsilon = 5 \pm 1\%$ in allen Messungen erreicht, zudem treten verwertbare Instabilitäten nur bei nicht ausgelagerten Proben auf.

Im Vergleich mit der Matrixlegierung AA6061 (graue Symbole) ist eine leichte Reduzierung der Spannungsabfälle durch die eingebrachten Partikel zu erkennen. Neben der Funktion der Teilchen als nicht schneidbare Gleithindernisse kann auch die im TEM beobachtete Bildung der Spinellschicht (MgAl_2O_4) an der Grenze zwischen Partikeln und Matrixlegierung als Ursache für die Verringerung der Spannungsabfälle angenommen werden. Durch die relativ homogene Verteilung der Al_2O_3 -Partikel (keine Agglomeration, viele Grenzflächen) wird ein großer Teil des in der Matrixlegierung enthaltenen Magnesiums in der Spinellschicht gebunden und steht für die Verankerung der Versetzungen nicht zur Verfügung. Die daraus resultierende geringere Effektivität der dynamischen Reckalterung zeigt sich in den kleineren Spannungseinbrüchen.

Die in Abb. 4.45 angegebene Kurve repräsentiert einen exponentiellen Abfall der Tiefe der Spannungseinbrüche mit zunehmender Dehnrates. Die für die Bestimmung des Diffusionsexponenten nach [84, 85] zu untersuchenden Spannungsabfälle des Typs B werden bei den hier gezeigten Messungen nur für zwei Dehnrates ($\dot{\varepsilon} = 1,13 \cdot 10^{-5}$ bzw. $1,13 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) gefunden. Aufgrund der eingeschränkten Anzahl und großen Streuung der Meßwerte ist eine quantitative Auswertung der Diffusionsexponenten nicht sinnvoll.

Dehnratesempfindlichkeit und Aktivierungsvolumen

Die Auswertung der Dehnratesempfindlichkeit ist durch die geringe Anzahl verfügbarer Proben stark eingeschränkt. Zudem ist die Bestimmung der stationären Dehnratesempfindlichkeit aufgrund des kurzen stabilen Bereichs der Verformungskurven und der durch das Mikrofließen verursachten starken Krümmung der Kurven meist nicht möglich.

Basierend auf den bislang beschriebenen Ergebnissen wurde daher zur Auswertung der Dehnratesempfindlichkeit die Warmauslagerung von 30 min bei 433 K ausgewählt. Bei dieser Temperaturbehandlung ist der PLC-Effekt beim Matrixmaterial bereits stark reduziert und beim Verbundwerkstoff weitgehend unterdrückt.

Wie beim Verbundwerkstoff AA5754/ Al_2O_3 wird die Untersuchung der Dehnratesempfindlichkeit anhand eines Kombinationsexperiments (Relaxation mit anschließendem Dehnrateswechsel) durchgeführt. Im Anschluß an die Relaxation schließt sich dabei meist ein Bereich instabiler Verformung an, der die Bestimmung der stationären Dehnratesempfindlichkeit verhindert. Auch die

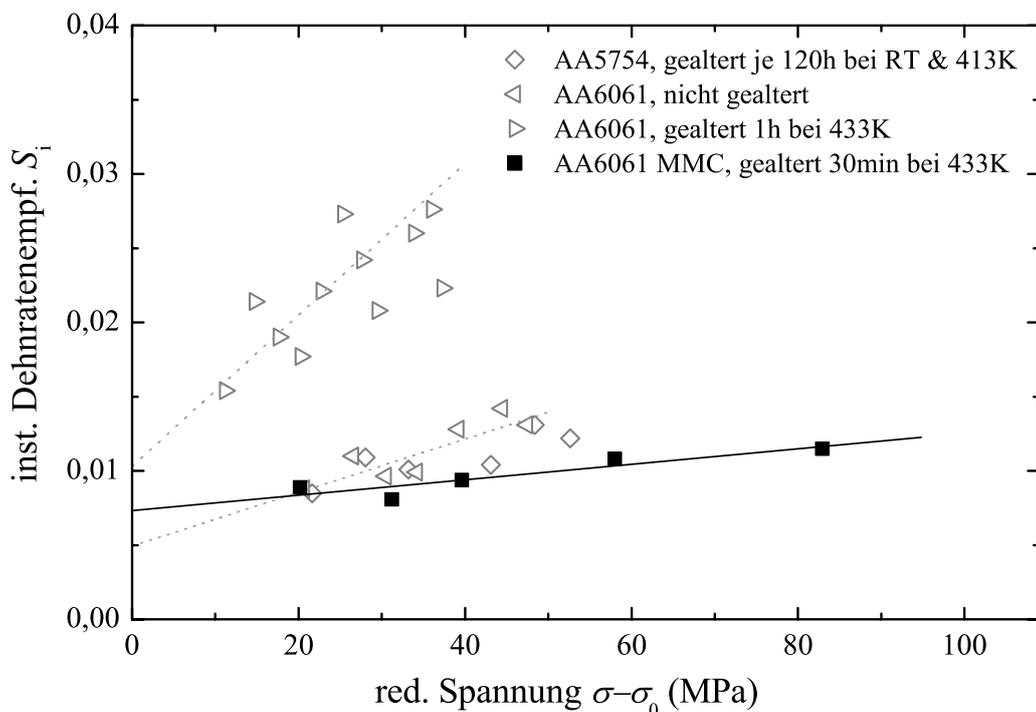


Abbildung 4.46: Instantane Dehnratenempfindlichkeit S_i des Verbundwerkstoffs AA6061 mit 20 vol.% Al_2O_3 nach 30 min Auslagerung bei 433 K.

Anzahl der Relaxationen, die nach stabiler Verformung einsetzen und damit eine auswertbare Anfangssteigung aufweisen, ist deutlich eingeschränkt.

In Abhängigkeit von der reduzierten Spannung ($\sigma - \sigma_0$) ist die instantane Dehnratenempfindlichkeit für den Verbundwerkstoff AA6061 mit 20 vol.% Al_2O_3 in Abb. 4.46 aufgetragen. Zum Vergleich dienen hier die Ergebnisse der Matrixmaterialien AA5754 und AA6061 (nicht ausgelagert und gealtert). Für den Verbundwerkstoff ergibt sich aus der Rückextrapolation der Ausgleichsgerade durch die gemessenen Werte der in Tab. 4.6 angegebene effektive Hindernisabstand L . Dieser Wert liegt außerhalb des Intervalls 40..50 nm, welches durch die Ergebnisse der Matrixlegierung nach einer Temperaturbehandlung von 30 min bei 433 K ($L \approx 50$ nm, Spannungsfluktuationen stark reduziert) bzw. einstündiger Warmauslagerung ($L \approx 40$ nm, Unterdrückung der Instabilitäten) begrenzt wird. Beim Verbundwerkstoff kann jedoch trotz des größeren Hindernisabstands L eine weitgehende Unterdrückung der Spannungsfluktuationen beobachtet werden. Wegen der im Vergleich zu den Ausscheidungen größeren Effektivität der keramischen Partikel als nicht-schneidbare Hindernisse für die Versetzungslawinen (in Verbindung mit einer homogenen Verteilung) ist daher für den Verbundwerkstoff eine Verschiebung des oben genannten Intervalls zu etwas größeren Hindernisabständen anzunehmen.

	$S_{i,0}$	$V_a(\text{nm}^3)$	L (nm)
Matrix AA5754 gealtert 120 h bei RT und 120 h bei 413 K	0,0066	3,59	65,3
MMC AA6061 mit 20 vol.% Al ₂ O ₃ gealtert 30 min bei 433 K	0,0073	3,21	58,7
Matrix AA6061 abgeschreckt	0,0049	4,76	87,0
gealtert 1 h bei 433 K	0,0103	2,28	41,7

Tabelle 4.6: Extrapolierte instantane Dehnratenempfindlichkeit $S_{i,0}$, Aktivierungsvolumen V_a und effektiver Hindernisabstand L des Verbundwerkstoffs AA6061 mit 20 vol.% Al₂O₃ nach 30 min Warmauslagerung bei 433 K. Zum Vergleich die entsprechenden Ergebnisse beider Matrixlegierungen, Länge des Burgersvektors b nach Glg. 3.5.

5 Modellierung

5.1 Grundlagen

Die in den vorangegangenen Kapiteln beschriebenen plastischen Instabilitäten treten aufgrund der Verankerung von Versetzungen durch im Material enthaltene Fremdatome auf. Basierend auf dem Modell von *McCormick* (Abschnitt 2.2.3) stellten *Zhang et al.* [151] konstitutive Gleichungen vor, die zur Simulation dieses Werkstoffverhaltens für den Fall einer Al-Mg-Si-Legierung verwendet werden. Diese Gleichungen ermöglichen die phänomenologische Beschreibung der Mechanismen dynamischer Reckalterung, nämlich des Losreißen und Wiedereinfangens mobiler Versetzungen unter Berücksichtigung der Entwicklung der Versetzungsdichte mit zunehmender Verformung.

Auf Grundlage dieses Modells wurden im Rahmen des DEFINO-Projekts (**D**eformation and **f**racture **i**nstabilities in **n**ovel materials and processes) der EU Kommission am Centre des Matériaux der École des Mines de Paris in Anlehnung an die Zugversuche Simulationen zum Matrixmaterial sowie zum Verhalten des Verbundwerkstoffs durchgeführt, um parallel zu den Experimenten die Auswirkungen der hinzugefügten Al_2O_3 -Partikel zu beurteilen [41, 52].

Im verwendeten Modell wird die Gesamtdehnung des Systems beschrieben durch einen Dehnungstensor $\underline{\varepsilon}$, dessen Komponenten sich aus der Summe der elastischen und plastischen Dehnungen in den einzelnen Raumrichtungen zusammensetzen. Die elastischen Dehnungen ergeben sich dabei aus dem Spannungstensor $\underline{\sigma}$ über das Hookesche Gesetz, die plastischen Dehnungen aus der Dehnrage und der verstrichenen Zeit:

$$\underline{\varepsilon} = \underline{\varepsilon}_e + \underline{\varepsilon}_p; \quad \underline{\varepsilon}_e = \underline{\mathcal{S}} \cdot \underline{\sigma}; \quad \underline{\varepsilon}_p = \dot{\underline{\varepsilon}}_p \Delta t. \quad (5.1)$$

Die Komponenten des Tensors 4. Grades $\underline{\mathcal{S}}$ werden aus dem Elastizitätsmodul E und der Poissonzahl ν bestimmt:

$$S_{ijkl} = \frac{1 + \nu}{E} \left(\delta_{ik} \delta_{jl} - \frac{\nu}{1 + \nu} \delta_{ij} \delta_{kl} \right). \quad (5.2)$$

Um eine Verwechslung mit den früher eingeführten skalaren Größen (Fließspannung und plastische Dehnung bzw. Dehnrates) zu vermeiden, werden in diesem Kapitel die Modellparameter R für die Fließspannung σ und p (\dot{p}) anstelle der lokalen plastischen Dehnung ε_p (Dehnrates $\dot{\varepsilon}_p$) verwendet. Die (ebenfalls skalare) globale Dehnung bzw. die von außen aufgeprägte Dehnrates wird weiterhin mit ε bzw. $\dot{\varepsilon}$ bezeichnet.

Mit der zweiten Invarianten des Spannungstensors $J_2(\underline{\sigma})$, dem reduzierten Spannungstensor \underline{s} und der Fließspannung R lautet die Fließfunktion

$$f(\underline{\sigma}) = J_2(\underline{\sigma}) - R, \quad J_2 = \sqrt{\frac{3}{2} \underline{s} \cdot \underline{s}}. \quad (5.3)$$

Die plastische Dehnrates ergibt sich zu

$$\dot{\varepsilon}_p = \dot{p} \frac{\partial f}{\partial \underline{\sigma}} = \frac{3}{2} \dot{p} \frac{\underline{s}}{J_2(\underline{\sigma})}, \quad \dot{p} = \dot{\varepsilon}_0 \exp\left(\frac{\langle f(\underline{\sigma}) \rangle}{K}\right), \quad \langle f(\underline{\sigma}) \rangle = \max(f(\underline{\sigma}), 0) \quad (5.4)$$

mit der plastischen Dehnrates \dot{p} und den Materialparametern $\dot{\varepsilon}_0$ und K . Der Materialparameter K ist dabei durch $K = kT/V_a$ mit dem Aktivierungsvolumen V_a verknüpft. Wie K ist auch $\dot{\varepsilon}_0$ im allgemeinen temperaturabhängig. Durch die Beschränkung der durchgeführten Rechnungen auf Raumtemperatur wird diese Abhängigkeit im Folgenden nicht betrachtet.

Die Fließspannung R enthält neben der isotropen Dehnungsverfestigung $R_0 + Q(1 - \exp(-bp))$ den ebenfalls isotropen Reckalterungsterm $P_1 C_s$:

$$R = R_0 + Q(1 - \exp(-bp)) + P_1 C_s, \quad C_s = C_m (1 - \exp(-P_2 p^\alpha t_a^n)). \quad (5.5)$$

Der Reckalterungsterm beinhaltet die Fremdatom-Konzentration C_s um die zeitweilig an den Hindernissen aufgehaltenen Versetzungen und ermöglicht so die Simulation der Spannungserhöhung durch die Versetzungsverankerung. Dieser Term ist an die Dehnrates gekoppelt durch die Abhängigkeit der Fremdatomkonzentration C_s von der Alterungszeit t_a , welche wiederum mit der Wartezeit der Versetzungen an den Gleithindernissen verknüpft ist (s. u.) [19, 103, 141]. Die Beschreibung von C_s basiert auf der Cottrell-Bilby-Alterungskinetik [38]. Im Gegensatz zum ursprünglichen Modell wird hier jedoch die Sättigung der Versetzungen durch Fremdatome für große Alterungszeiten t_a berücksichtigt ([98], C_m ist die Sättigungskonzentration der Fremdatome in der Umgebung blockierter Versetzungen für unendlich große Alterungszeiten ($t_a \rightarrow \infty$)). Des weiteren geht über den Parameter P_2 die Fremdatomdiffusion und über p^α deren Erleichterung durch die Zunahme der Diffusionswege mit zunehmender plastischer Dehnung p ein. Wegen der Fremdatomdiffusion entlang der Versetzungen wird der Alterungsexponent $n = 1/3$ verwendet [48, 143]. Die Materialkonstanten P_1 , P_2 , α sowie der Alterungsexponent n bestimmen damit den Einfluß der dynamischen Reckalterung.

Die Alterungszeit t_a wird dem Modell von *McCormick* entsprechend durch die Relaxationsgleichung

$$\dot{t}_a = \frac{t_w - t_a}{t_w} \quad (5.6)$$

beschrieben mit der Wartezeit t_w , in welcher die Versetzungen an den Hindernissen verankert sind (vgl. Abschnitt 2.2.3). Die Wartezeit wiederum ist abhängig von der plastischen Dehnrates ($t_w = \frac{\Omega}{\dot{p}}$) mit der Elementardehnung Ω . Diese wurde (aufgrund widersprüchlicher Beschreibungen in der Literatur¹) zunächst vereinfacht als konstant angenommen. Spätere Rechnungen mit der von *Ling* und *McCormick* [97] bestimmten und von *Zhang* [151] ebenfalls verwendeten Funktion

$$\Omega = \omega_1 + \omega_2 p^\beta \quad (5.7)$$

mit $\omega_1 = 3,63 \cdot 10^{-5}$, $\omega_2 = 2,16 \cdot 10^{-3}$ und $\beta = 0,68$ [97] ergaben jedoch weder in der Art der Instabilitäten noch in der kritischen Dehnung signifikante Veränderungen. Der in den Rechnungen verwendete konstante Wert ist ungefähr der Mittelwert der Elementardehnung Ω aus Glg. 5.7 im Intervall $p = [0 .. 0,02]$. Die Relaxationsgleichung (Glg. 5.6) weist eine Inkonsistenz auf, die von *Zaiser* und *Hähner* [149] durch die Verwendung eines Wartezeitenspektrums behoben wird (vgl. Abschn. 2.2.3 und 2.2.4). Da im praktisch interessanten Bereich Glg. 5.6 das Relaxationsverhalten der Alterungszeiten im wesentlichen bereits qualitativ korrekt wiedergibt, wurde für die Simulationen diese vereinfachte Version verwendet.

Die vorgenannten Gleichungen und Parameter wurden in ein Modell zur Simulation mittels Finite-Elemente-Methode (FEM) implementiert und mit der FE-Software Z-SET [150] berechnet. Mit Ausnahme der bei der zufälligen Anordnung der Partikel verwendeten Netze wurden in den 2D-Simulationen achtknotige Elemente mit reduzierter Integration verwendet (4 Gaußpunkte pro Element).

Zur Bestimmung des lokalen Verhaltens werden für jeden Gaußpunkt die Differentialgleichungen mit der klassischen Runge-Kutta-Methode (4. Ordnung) und automatisch angepaßten Zeitschritten integriert.

5.2 Parameteranpassung

Zunächst war es erforderlich, den PLC-Effekt am Matrixmaterial zu simulieren, um als Grundlage für die Untersuchungen am Verbundwerkstoff geeignete

¹ Kubin und Estrin beschreiben in [91] den Verlauf in Abhängigkeit von der Dehnung als Funktion, die mit der Dichte mobiler Versetzungen zunächst ansteigt, für große Dehnungen jedoch wieder fällt. Springer und Schwink [144] finden experimentell (für CuMn-Legierungen) keinen solchen Zusammenhang; auch die von *Zhang* [151] (für eine AlMgSi-Legierung) verwendete Funktion für Ω weist kein solches Maximum auf.

vorgegebene Werte (Literatur [87, 151])	E	70000 MPa
	ν	0,3
	n	0,33
	C_m	2 at. %
	$\dot{\epsilon}_0$	$2,5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$
	Ω	$1 \cdot 10^{-4}$
	α	0,44
	P_2	$3,91 \text{ s}^{-n}$
aus Optimierungsrechnungen	R_0	73 MPa
	Q	165 MPa
	b	15
Anpassung an experimentelle Daten	K	0,615 MPa
	P_1	17 MPa/at. %

Tabelle 5.1: In den Simulationen verwendete Materialparameter.

Materialparameter für die verwendete Legierung zu finden. Dazu wurden Optimierungsrechnungen durchgeführt, in denen durch wiederholten Vergleich von Simulationsergebnissen mit den experimentellen Daten einige der Parameter (R_0 , Q und b) für den Fall größtmöglicher Übereinstimmung automatisch bestimmt wurden.

Zur geeigneten Simulation der experimentellen Ergebnisse in Hinblick auf Einsatz und Stärke der Instabilitäten wurden mit diesen Parametern Simulationsreihen verschiedener Dehnraten an einem „Volumen“element durchgeführt, um die verbleibenden Parameter anzupassen. Hierbei war zu berücksichtigen, daß der Term $P_1 C_s$ die Stärke der Versetzungsverankerung und damit die Stärke der Instabilitäten beeinflusst. Der in C_s enthaltene Term $P_2 p^{\alpha} t_a^n$ dagegen steuert den Einsatz der Instabilitäten (kritische Dehnung ϵ_c).

Aus diesen Simulationen ergaben sich die in Tab. 5.1 angegebenen Parameter für das Matrixmaterial AA5754. Der Materialparameter K läßt sich mit Hilfe der Beziehung $K = kT/V_a$ vergleichen mit den experimentellen Ergebnissen der Legierung AA5754 (vgl. Abschn. 4.1.1).² Hierbei ergibt sich mit dem angegebenen Wert $K = 0,615 \text{ MPa}$ ein Aktivierungsvolumen $V_a = 6,58 \text{ nm}^3$, was nahe dem gemessenen Wert $V_{a, \text{exp.}} = 5,78 \text{ nm}^3$ (vgl. Tab. 4.2) liegt.

Um die Tauglichkeit des verwendeten Modells für die Simulationen nachzuweisen, werden in Abhängigkeit von der Dehnrates verschiedene simulierte Spannungs-Dehnungs-Kurven im Vergleich zu den experimentellen Ergebnis-

² Da die Rechnungen vor den Auswertungen zur Dehnratenempfindlichkeit durchgeführt wurden, war die Verwendung experimenteller Daten in den Rechnungen nicht möglich. Die Optimierung der Materialparameter ergab jedoch qualitativ eine gute Übereinstimmung, so daß auf eine Wiederholung der Rechnungen verzichtet wurde.

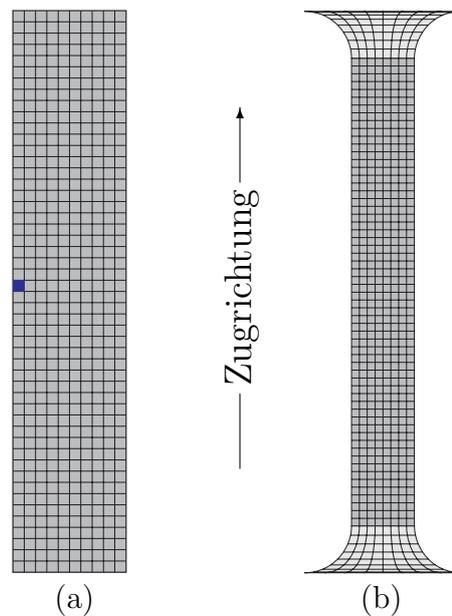
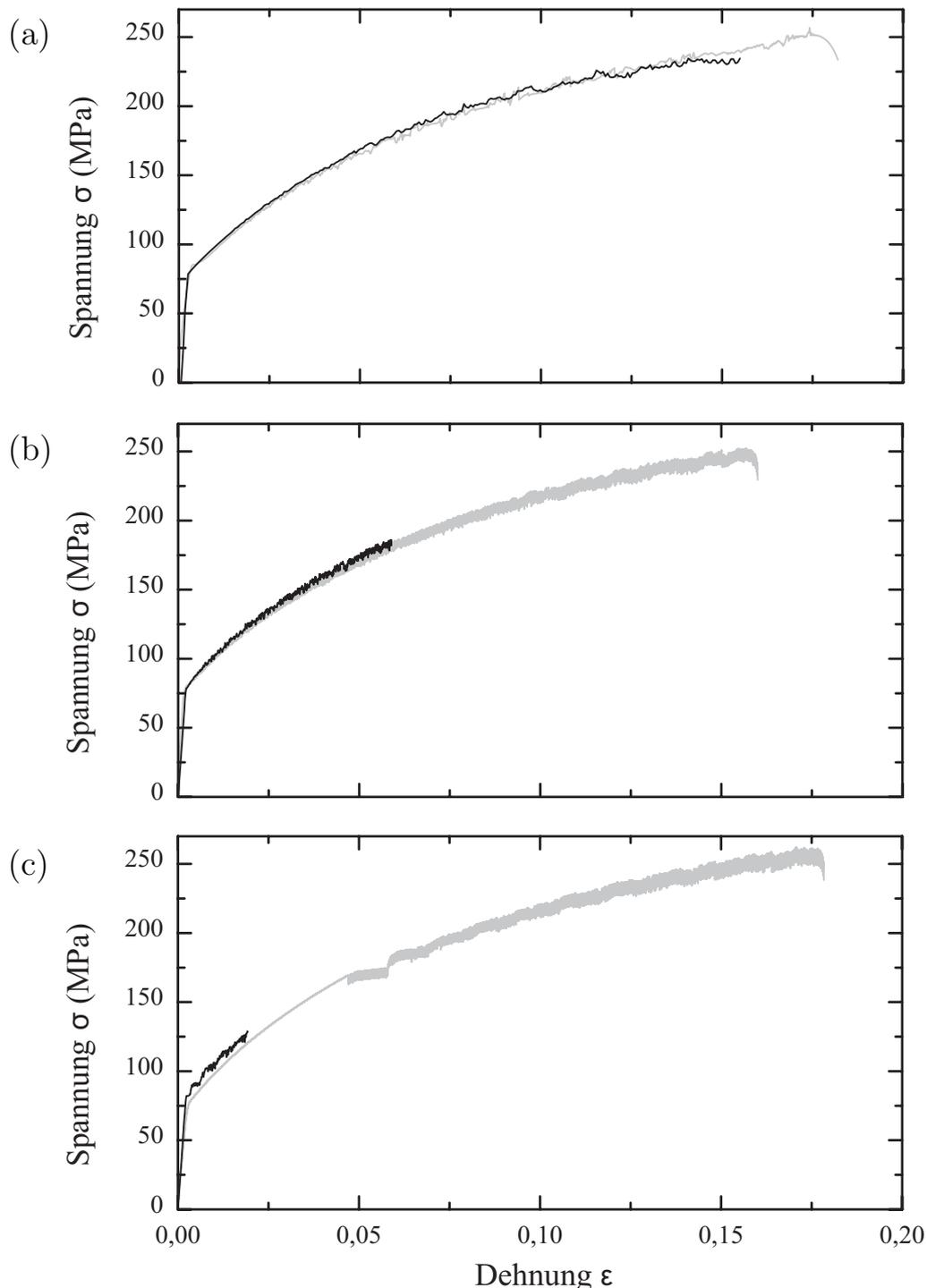


Abbildung 5.1: Zugproben zur Simulation der einachsigen Zugversuche: (a) mit eingebautem Defekt zur Initiierung erster Instabilitäten, (b) den im Experiment verwendeten Zugproben angepaßt.

sen untersucht. Zu diesem Zweck werden Zugversuche mit den in Tab. 5.1 angegebenen Parametern simuliert. Die modellierten 2D-Proben haben eine Länge von 12,5 mm und eine Breite von 2,5 mm, das verwendete FE-Netz ist in Abb. 5.1(a) dargestellt.

Die Verformung erfolgt in der Simulation durch Verschieben der oberen Probenkante nach oben, an der Unterseite ist die Probe in Zugrichtung fixiert. Um eine Verschiebung der Probe senkrecht zur Zugrichtung zu vermeiden, wird eine Bewegung des Mittelpunkts der Probe in dieser Raumrichtung unterbunden. Ein Element der Probe wird als „Defekt“ durch eine um 5 MPa reduzierte kritische Fließspannung R_0 modelliert, um die Entstehung eines PLC-Bandes zu unterstützen. Der Ort des Defektelements ist dabei für die Gestalt der Fließkurve, die Einsatzdehnung und die Art der Instabilitäten nicht von Bedeutung. Zusätzliche Rechnungen zeigen, daß auf ein Defektelement verzichtet werden kann, wenn die untere Grenze der Probe in allen Raumrichtungen fixiert wird. Dies berücksichtigt jedoch nicht die Querkontraktion der Zugprobe im Experiment aufgrund der Volumenkonstanz. Weitere Simulationen, in denen die „Schultern“ der Zugproben (vgl. Abb. 5.1(b)) fixiert sind, zeigen keine Unterschiede hinsichtlich der untersuchten Charakteristika der Spannungs-Dehnungs-Kurven.

Die Rechnungen zum Matrixmaterial ergeben weitgehende Übereinstimmungen zwischen Simulation und Experiment hinsichtlich des Einsatzes, der Intensität und der Art der Instabilitäten (vgl. Abb. 5.2(a)/(b)). Lediglich im Bereich



(d)

Dehnrate $\dot{\varepsilon}$ (s^{-1})	$1 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-5}$
ε_c (Simulation)	0,018	0,006	0,005
ε_c (Experiment)	0,017	0,007	0,051

Abbildung 5.2: Vergleich zwischen experimentellen Daten des Matrixmaterials AA5754 (grau) und den Ergebnissen der Simulationen (schwarz) für verschiedene Dehnraten: (a) PLC Typ A ($\dot{\varepsilon} = 1 \cdot 10^{-3} s^{-1}$), (b) PLC Typ B ($\dot{\varepsilon} = 1 \cdot 10^{-4} s^{-1}$) (c) Type B mit einer höheren kritischen Dehnung ε_c (stabiler Verformung zu Beginn) ε_c ($\dot{\varepsilon} = 1 \cdot 10^{-5} s^{-1}$). (d) Vergleich der Einsatzdehnung des PLC-Effekts ε_c .

niedriger Dehnraten, wo durch hinreichend schnelle Diffusion die blockierten Versetzungen mit Fremdatomen gesättigt sind und die kritische Dehnung mit abnehmender Dehnrates ansteigt („inverses“ Verhalten), zeigen sich Unstimmigkeiten (Abb. 5.2(c)), die dadurch begründet sind, daß das inverse Verhalten, welches für externe Dehnrates $\dot{\epsilon} < 1 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ beobachtet wird (zunehmende Einsatzdehnung mit abnehmender Dehnrates), im verwendeten Modell nicht enthalten ist.

Der in Tab. 5.1 für $\dot{\epsilon}_0$ angegebene Wert ist etwas größer als die kleinste modellierte Dehnrates $\dot{\epsilon} = 1,1 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. Eine Überprüfung der Simulationsergebnisse mit $\dot{\epsilon}_0 = 1 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ergibt keine wesentlichen Unterschiede, insbesondere hinsichtlich der Einsatzdehnung der Instabilitäten.

Die Dehnratesverteilungen zeigen deutlich die Konzentration der Dehnung in einem PLC-Band. (Abb. 5.3). Am unteren Ende der Probe kommt es zunächst zu Spannungsfluktuationen, die experimentell z. B. auch von Shabadi et al. [139] mittels Laser-Speckle-Interferometrie beobachtet wurden.

Mit zunehmender Dehnung entsteht dann ein PLC-Band, in dem die Dehnung vollständig lokalisiert ist. Dieses wandert mit gleichmäßiger Geschwindigkeit (PLC Typ A, Dehnrates $\dot{\epsilon} = 1,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) über die gesamte Probenlänge, an deren Ende es reflektiert oder ein neues Band initiiert wird. Die Geschwindigkeit des PLC-Bandes beträgt etwa 15 mm/s und stimmt gut mit den Ergebnissen der Untersuchungen mit dem optischen Extensometer (Abschn. 4.1.1) und jenen von Klose [83] an dieser Legierung überein.

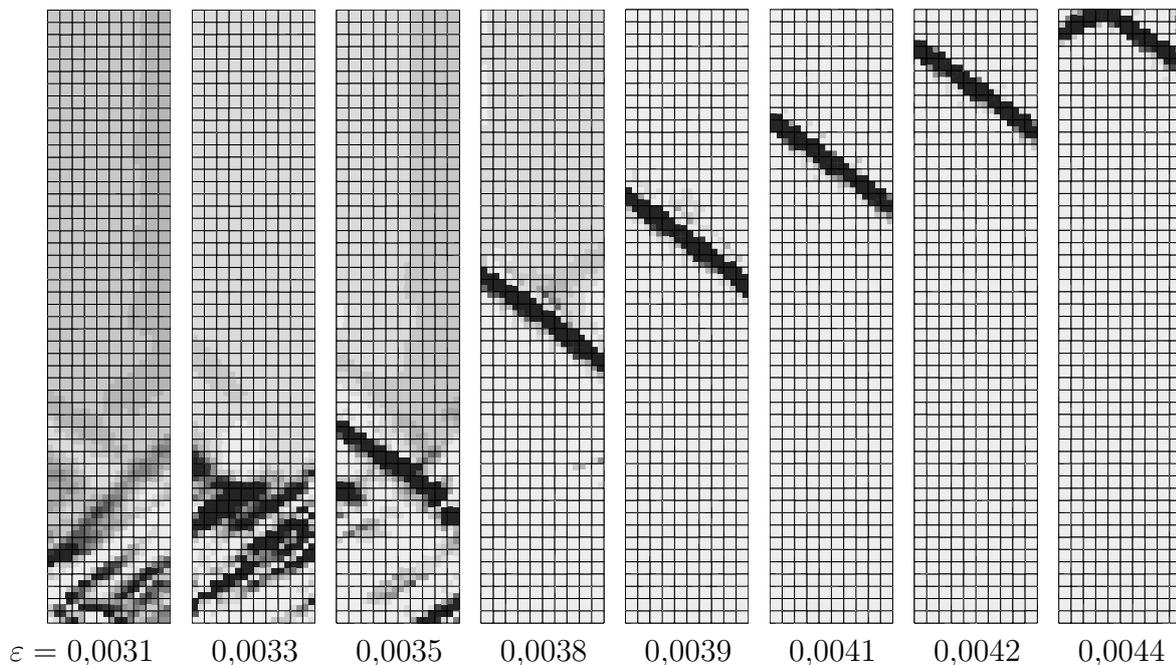


Abbildung 5.3: Lokale Dehnratesverteilung \dot{p} in einer simulierten Zugprobe, aufgeprägte Dehnrates $\dot{\epsilon} = 1,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

5.3 Anwendung auf den Verbundwerkstoff

Die im vorherigen Abschnitt für die Matrixlegierung AA5754 bestimmten Materialparameter dienen anschließend zur Modellierung des Materialverhaltens des Verbundwerkstoffs AA5754+Al₂O₃. Die Al₂O₃-Partikel werden dabei als linear elastisch mit einem Elastizitätsmodul $E = 370000$ MPa und einer Poissonzahl $\nu = 0,22$ angenommen [101].

Zur Vereinfachung wird zunächst eine periodische Anordnung der Partikel untersucht (Abschn. 5.3.1). Wenngleich die Verwendung eines einzelnen repräsentativen Volumenelements mit periodischen Randbedingungen unterschiedliche Partikelabstände und Clusterbildung nicht berücksichtigt und daher das reale Material nicht korrekt wiedergeben kann [23], liefert die Modellierung mit periodischer Anordnung zumindest eine gute Näherung der Auswirkungen der Partikelverstärkung auf das Materialverhalten.

Die Rechnungen zum Verbundwerkstoff mit einer zufälligen Anordnung von Al₂O₃-Partikeln folgen in Abschn. 5.3.2.

5.3.1 Periodische Anordnung

Durch die Modellierung soll das Materialverhalten des Verbundwerkstoffs untersucht und mit den im Experiment gewonnenen Ergebnissen verglichen werden. Aus diesem Grund liegt auch hier das Hauptaugenmerk auf den in Kapitel 4 betrachteten Charakteristika der Spannungs-Dehnungs-Kurven, der kritischen Fließspannung R_0 (entspricht σ_0 in Kap. 4), der Einsatzdehnung des PLC-Effekts ε_c und der Stärke der Instabilitäten (entspricht $\Delta\sigma$ in Kap. 4).

Die in den Rechnungen verwendete Struktur ist in Abb. 5.4 dargestellt. Durch die rautenförmige Einheitszelle in Verbindung mit periodischen Randbedingungen sind die Partikel hexagonal angeordnet, in der Abbildung durch die grau gezeichneten Nachbarzellen angedeutet. Diese Anordnung liefert ein isotropes Verhalten des Materials.

Ein Vergleich der Ergebnisse ist in Abb. 5.5 dargestellt. Diese zeigt für eine Dehnrates von $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ Daten der simulierten Werkstoffe AA5754 ohne Al₂O₃-Partikel sowie mit 2vol.% bzw. 5vol.% Partikelanteil.

Während die kritische Fließspannung R_0 beim Verbundwerkstoff nahezu unbeeinflusst vom Partikelanteil im Bereich der Fließspannung des Matrixmaterials liegt, zeigt sich, daß die Verfestigungsrate des simulierten Verbundwerkstoffs gegenüber der des zugrundeliegenden Matrixmaterials leicht erhöht ist. Dies entspricht der Erwartung, da durch das Einbringen nicht-schneidbarer Hindernisse der Volumenanteil des leichter verformbaren Matrixmaterials verringert

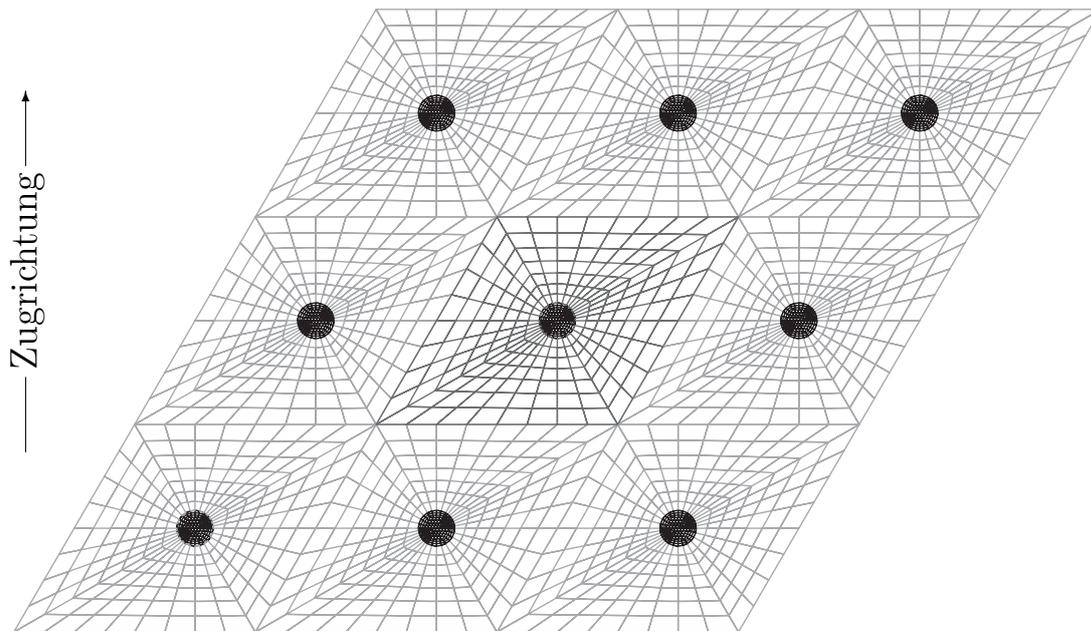


Abbildung 5.4: Zur Simulation des Verbundwerkstoffs mit periodischer Partikelanordnung verwendete Einheitszelle. Die in grau dargestellten Nachbarzellen verdeutlichen die hexagonale Anordnung der Partikel durch die Vorgabe periodischer Randbedingungen.

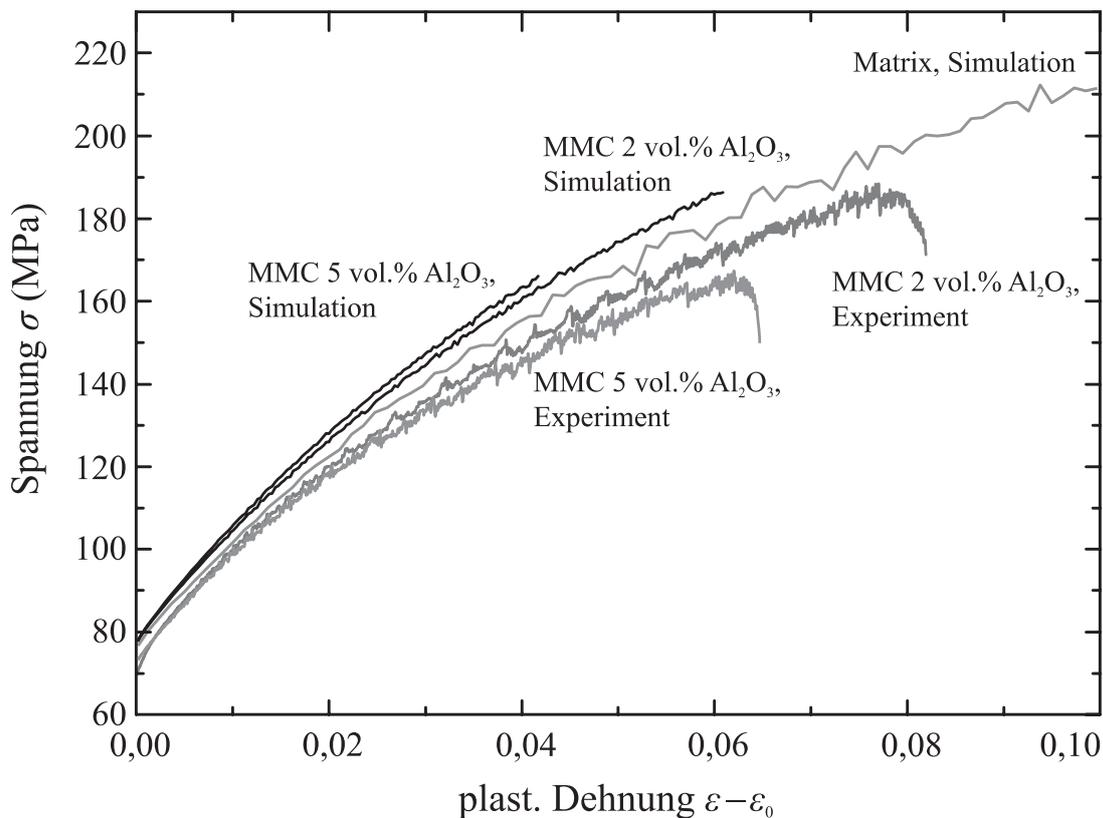


Abbildung 5.5: Simulationen der Matrix und des Verbundwerkstoffs für $\dot{\varepsilon} = 1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$: Einfluß des Volumenanteils der Al_2O_3 -Partikel und Vergleich mit experimentellen Daten des Verbundwerkstoffs AA5754+ Al_2O_3 .

wird. Auch eine Reduzierung der Stärke der Instabilitäten kann beim Verbundwerkstoff beobachtet werden, da durch die eingebrachten Hindernisse die Versetzungslawinen schnell und effektiv aufgehalten werden.

Der Vergleich mit den experimentellen Daten (Abb. 5.5) zeigt im Gegensatz zu den simulierten Spannungs-Dehnungs-Kurven deutliche Abweichungen. Das Spannungsniveau der Verformungskurve für den Verbundwerkstoff liegt deutlich unterhalb dessen der Simulationen für Matrix und Verbundwerkstoff. Zu erklären ist dies mit der Ablösung der Matrix von den Partikeln und Rissen innerhalb der Partikelcluster, welche in den Simulationen nicht berücksichtigt werden. Durch diese beiden Effekte wird der wirksame Querschnitt der Zugprobe verringert, so daß effektiv im Material eine größere Spannung vorherrscht als von außen zu messen ist.

Wie in den Zugversuchen wird die Einsatzdehnung ε_c der Instabilitäten beim modellierten Verbundwerkstoff verringert, entgegen der erwarteten Verzögerung des PLC-Effekts durch die eingebrachten Hindernisse. Diese Beobachtung deckt sich mit Ergebnissen von Estrin und Lebyodkin [45], die ebenfalls eine Verringerung der Einsatzdehnung beim Verbundwerkstoff Al-3%Mg + Al₂O₃ feststellen.

Neben der bereits gezeigten Berechnung der Spannungs-Dehnungs-Kurven bieten die Simulationen die Möglichkeit, die Verformung des Materials auch lokal zu untersuchen. Die Verteilung der lokalen Spannung und Dehnrate in den einzelnen Elementen macht dabei die Ursache des verfrühten Einsetzens des PLC-Effekts deutlich sichtbar. Bedingt durch die hohe Festigkeit der Al₂O₃-Partikel treten Spannungskonzentrationen an der Grenze zwischen Matrix und Partikel auf (vgl. Abb. 5.6). Hierdurch kommt es bereits bei geringeren globalen Dehnungen und stets in der Umgebung eines Al₂O₃-Partikels zur Ausbildung von PLC-Bändern. Es ist weiterhin anzumerken, daß im Gegensatz zum simulierten Matrixmaterial, wo die Dehnung jeweils in einem Band konzentriert war, aufgrund der Spannungskonzentrationen mehrere Bänder gleichzeitig in der gesamten Probe initiiert werden.

Bei Betrachtung der Dehnratenverteilung in der Probe zeigt sich zudem die Auswirkung der zunächst verwendeten periodischen Partikelanordnung. Durch diese wird zwar der Volumenanteil der Partikel richtig berücksichtigt, nicht aber deren Verteilung. So treten zwischen den Partikeln weite Bereiche reinen Matrixmaterials auf, in denen sich PLC-Bänder weitgehend ungehindert ausbreiten können. Durch die hexagonale Anordnung wird jedoch die Ausrichtung der PLC-Bänder vorgegeben (vgl. Abb. 5.7(b)). Aufgrund der Spannungskonzentrationen an den Partikeln sind die PLC-Bänder zunächst in einem Winkel von etwa 60° zur Zugrichtung ausgerichtet, erst bei weiterer Verformung wird die bereits beim Matrixmaterial beobachtete Orientierung der Bänder im Winkel von 55±1° zur Zugrichtung angenommen.

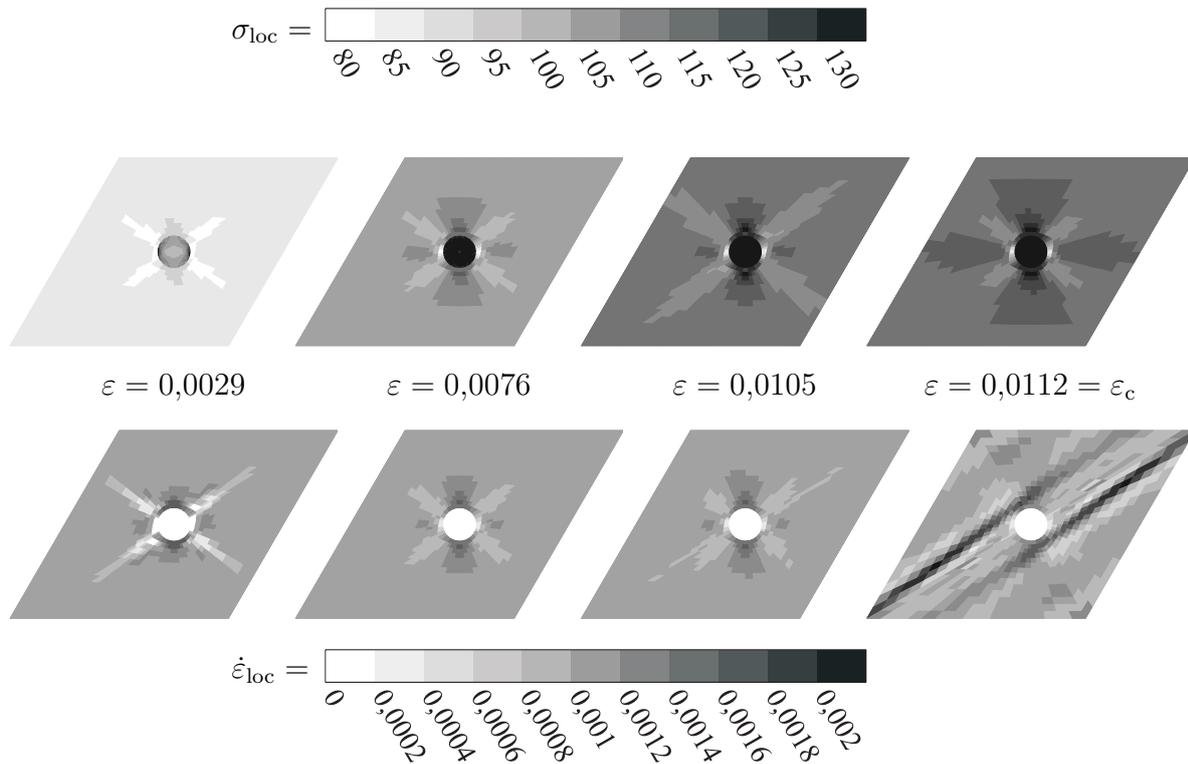


Abbildung 5.6: Spannungskonzentrationen im Bereich der Al_2O_3 -Partikel bei verschiedenen Werten der globalen Dehnung. Oben: lokale Spannungen σ_{loc} , unten: lokale Dehnraten $\dot{\epsilon}_{\text{loc}}$

Auswirkung der verwendeten Simulationsnetze und der periodischen Randbedingungen

Durch die Anwendung periodischer Randbedingungen besteht die Möglichkeit, daß durch das Gleichsetzen der Werte von Gaußpunkten an gegenüberliegenden Punkten der Einheitszelle das Auftreten lokalisierter Dehnungsereignisse verfälscht dargestellt wird.

Aus diesem Grund wurden die bisherigen Ergebnisse aus Rechnungen mit einer Einheitszelle verglichen mit Rechnungen mit einem Ensemble aus neun solcher Einheitszellen (vgl. Abb. 5.4). Die periodischen Randbedingungen werden hier lediglich am Rand des Ensembles angewandt, die Elemente an den Zellgrenzen innerhalb der Gruppe sind dagegen frei von periodischen Randbedingungen. Da für das Ensemble die Anzahl der verwendeten Knoten aufgrund von Beschränkungen in der Software verringert werden muß, ist es notwendig, die Auswirkung der Verwendung unterschiedlich dichter Netze zu untersuchen. Neben dem Vergleich der Simulationsdaten mit jenen aus den Experimenten sind auch die Simulationsergebnisse untereinander auf Auswirkungen der Verwendung unterschiedlich dichter Netze und der Anwendung periodischer Randbedingungen auf die Spannungs-Dehnungs-Kurven und die beobachteten Dehnratenverteilungen zu prüfen. Dazu wurden Rechnungen mit dem dichteren Netz einerseits und dem für die 9-Zellen-Rechnungen reduzierten Netz andererseits mit ansonsten gleichen Parametern durchgeführt.

In Abb. 5.7 sind die Ergebnisse dieser Rechnungen gezeigt. Die Spannungs-Dehnungs-Kurven (Abb. 5.7(a)) zeigen dabei nur leichte Unterschiede in der Verfestigung; die untersuchten Charakteristika, insbesondere die Einsatzdehnung des PLC-Effekts, sind unabhängig von der Art des verwendeten Netzes und der Anwendung unterschiedlicher periodischer Randbedingungen. Die in Abb. 5.7(b) dargestellten Verteilungen der lokalen Dehnraten für die in Abb. 5.7(a) markierten globalen Dehnungen zeigen jedoch deutliche Unterschiede.

Die Bandweite weist eine Abhängigkeit von der Dichte des verwendeten Netzes auf, da die Breite der PLC-Bänder jeweils etwa ein Element des Netzes beträgt.³ Dies hat jedoch keine weiteren Auswirkungen auf die beobachteten Charakteristika.

Bei geringen plastischen Dehnungen zu Beginn der Instabilitäten ist die Dehnratenverteilung und die Orientierung der auftretenden Bänder wegen der Spannungskonzentrationen in der Umgebung der Al_2O_3 -Partikel im wesentlichen beeinflusst durch die Anordnung der Partikel und daher weitgehend unabhängig vom verwendeten Netz (s. Abb. 5.7(b), Dehnratenverteilung für $\varepsilon_p = \varepsilon - \varepsilon_0 = 0,013$). Für größere plastische Dehnungen ($\varepsilon_p \geq 0,019$) zeigen die 1-Zellen-Rechnungen wegen der periodischen Randbedingungen eine annähernd punktsymmetrische Verteilung der PLC-Bänder. Die Anzahl der Bänder in einer Einheitszelle für das 9-Zellen-Netz dagegen ist deutlich reduziert, die Dehnung ist damit auf weniger Bänder konzentriert. Auch ist die Verteilung der Bänder deutlich weniger symmetrisch als im 1-Zellen-Netz. Ein Einfluß der periodischen Randbedingungen auf die Einsatzdehnung des PLC-Effekts und die kritische Fließspannung R_0 ist jedoch nicht erkennbar.

5.3.2 Zufällige Anordnung

Die periodische Anordnung der Partikel ist zunächst vereinfachend angenommen worden, im realen Werkstoff jedoch ist von einer zufälligen Verteilung der Partikel auszugehen. Aus diesem Grund wurden zum Abschluß der Untersuchungen Rechnungen mit einer solchen zufälligen Partikelanordnung durchgeführt.

Unter der Vorgabe des Volumenanteils wurden Netze generiert⁴, in denen die Partikel basierend auf einer Poissonverteilung angeordnet sind. Die Netze selbst weisen dabei im Gegensatz zu den bisher verwendeten keine regelmäßige Struktur auf, sondern werden von der FEM-Software unter Vorgabe der

³ Im Fall der hier durchgeführten 2D-Simulationen wird die in den Experimenten beobachtete Abhängigkeit der Bandweite von der Probedicke (vgl. Abschn. 4.1.1 und z. B. [83, 152]) nicht einbezogen.

⁴ An dieser Stelle sei F. N'Guyen und K. Madi am Centre des Matériaux (École des Mines de Paris) für ihre Arbeit bei der Erstellung der Netze mit zufälliger Partikelanordnung gedankt.

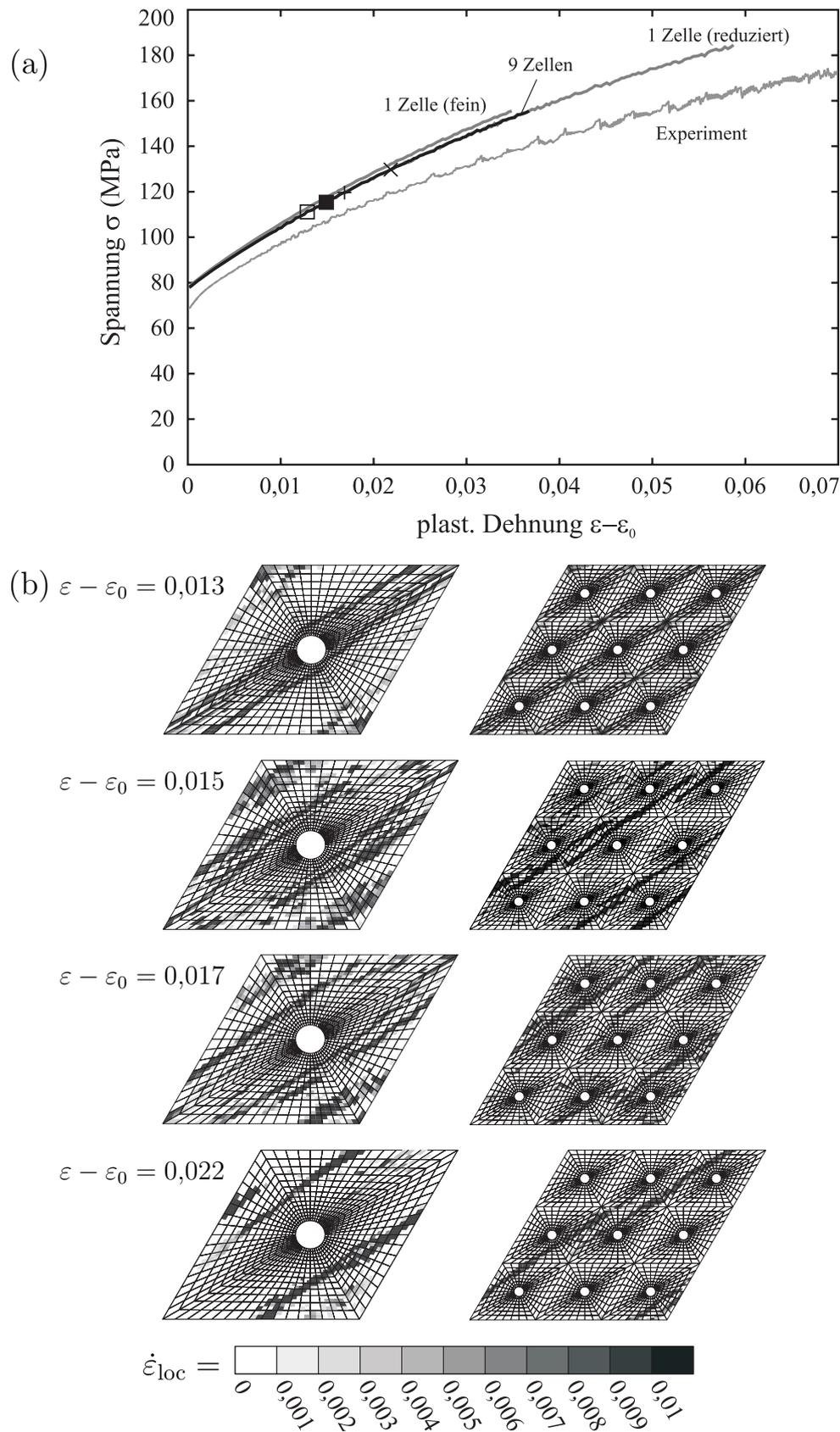


Abbildung 5.7: Untersuchungen der Einflüsse des verwendeten Gitternetzes und der Anwendung periodischer Randbedingungen. (a) Spannungs-Dehnungs-Kurven des modellierten Verbundwerkstoffs AA5754 + 2vol.% Al₂O₃ ($\dot{\epsilon} = 1 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$) für unterschiedliche Netze, (b) Verteilung der lokalen Dehnraten $\dot{\epsilon}_{\text{loc}}$ innerhalb der untersuchten Volumenelemente für die in der Spannungs-Dehnungs-Kurve mit Symbolen gekennzeichneten plastischen Dehnungen (jeweils in einer Einheitszelle und einem Ensemble aus 9 Einheitszellen).

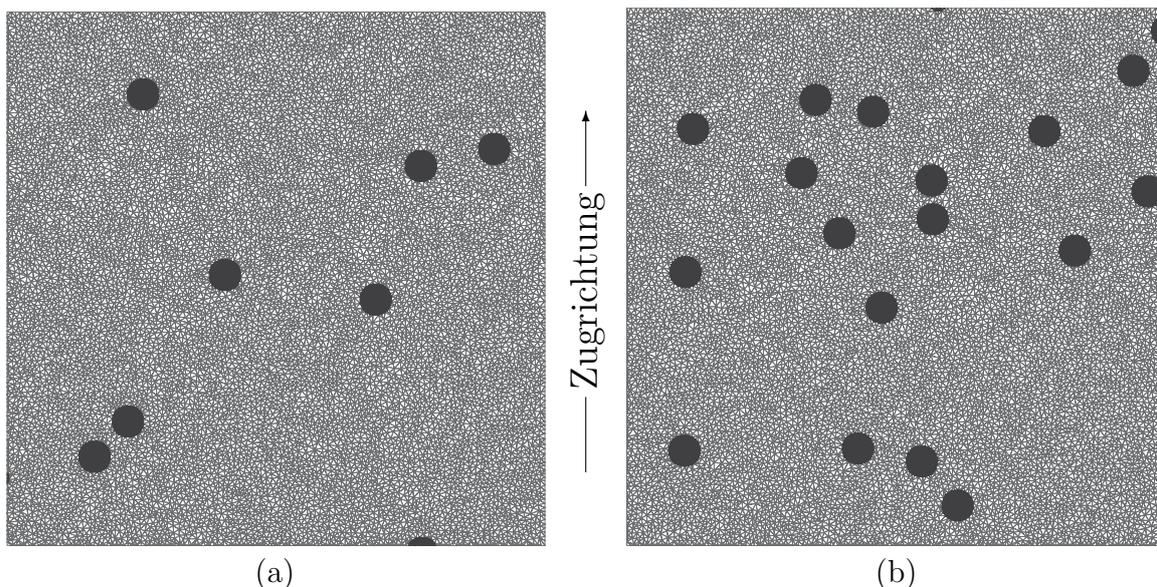


Abbildung 5.8: Simulationsnetze mit zufälliger Verteilung der Al_2O_3 -Partikel: (a) 2 vol.%, (b) 5 vol.% Partikelanteil.

äußeren Grenzen und der Position der Partikel aus dreieckigen Elementen zusammengesetzt. Die verwendeten Netze mit einem Al_2O_3 -Partikelanteil von 2 vol.% bzw 5 vol.% sind in Abb. 5.8 dargestellt.

Mit diesen Netzen werden Zugversuche mit einer Dehnrates von $\dot{\epsilon} = 1,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ simuliert. Zusätzlich durchgeführte Scherversuche dienen der Überprüfung der isotropen Verteilung der Partikel. Da sich die Spannungs-Dehnungs-Kurven für den Zug- bzw. Scherversuch kaum unterscheiden, wird die Isotropie bestätigt. Die Verformungskurven der Zugversuche für 2 bzw. 5 vol.% Partikelanteil zeigt Abb. 5.9. Zum Vergleich sind dort die simulierten Spannungs-Dehnungs-Kurven des Matrixmaterials sowie des Verbundwerkstoffs mit periodischer Partikelanordnung angegeben.

Wie erwartet ist die Verfestigungsrate des Verbundwerkstoffs etwas höher als die der simulierten Matrixlegierung, auch gegenüber dem Verbundwerkstoff mit periodischer Partikelanordnung ist bei zufälliger Verteilung eine leichte Erhöhung des Spannungsniveaus zu erkennen. Damit liegt dieses auch hier stets oberhalb der experimentellen Ergebnisse (vgl. Abb. 5.5).

Im Gegensatz zur periodischen Partikelverteilung zeigen die Verformungskurven jedoch keine Spannungsfluktuationen, so daß der Beginn der instabilen Verformung im Fall zufälliger Anordnung der Partikel zu deutlich größeren Dehnungen verschoben wird, wie ursprünglich als Auswirkung der Partikelverstärkung erwartet.

Der Grund dafür wird bei Betrachtung der lokalen Dehnraten deutlich (Abb. 5.10). Während bei periodischer Anordnung deutlich ausgeprägte Bän-

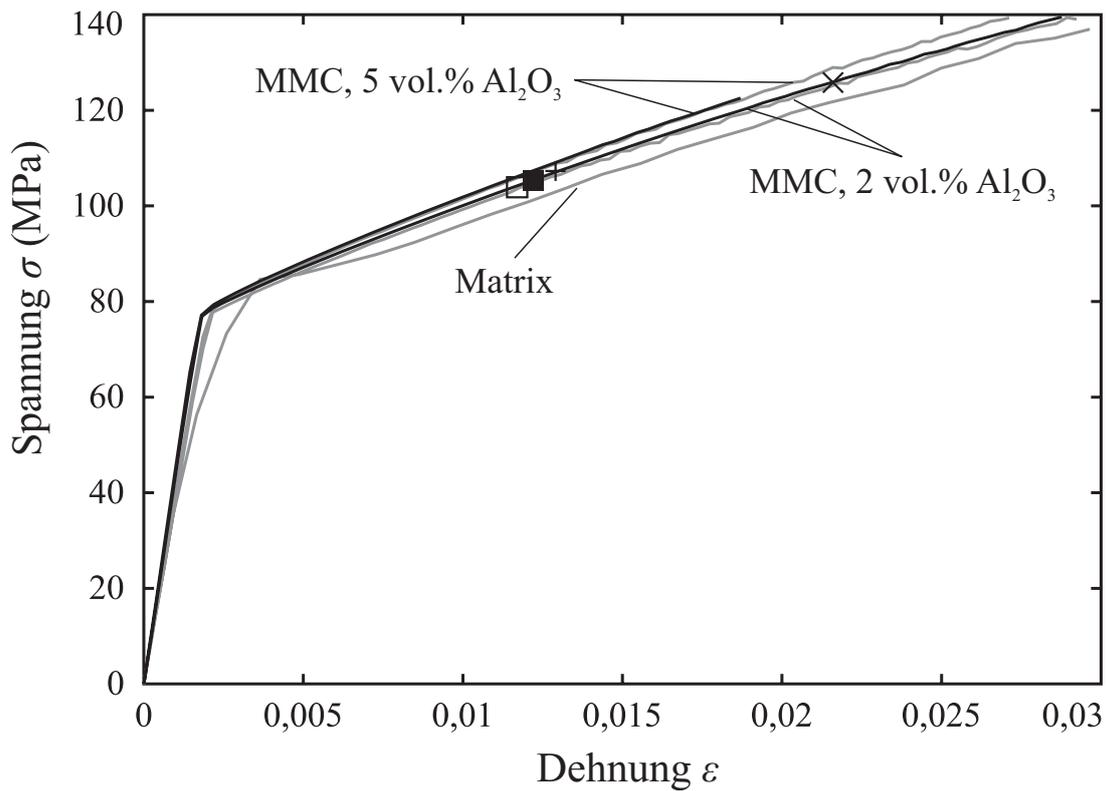


Abbildung 5.9: Spannungs-Dehnungs-Kurven der simulierten Zugversuche mit einer Dehnrage von $\dot{\epsilon} = 1,5 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ für den Verbundwerkstoff AA5754+Al₂O₃ mit Partikelanteilen von 2 bzw. 5 vol.%. Die Symbole kennzeichnen die Dehnungen der in Abb. 5.10 dargestellten Dehnratenverteilungen. In grau sind zum Vergleich die simulierten Verformungskurven der Matrix und des jeweiligen Verbundwerkstoffs mit periodischer Partikelanordnung dargestellt (vgl. Abb. 5.5).

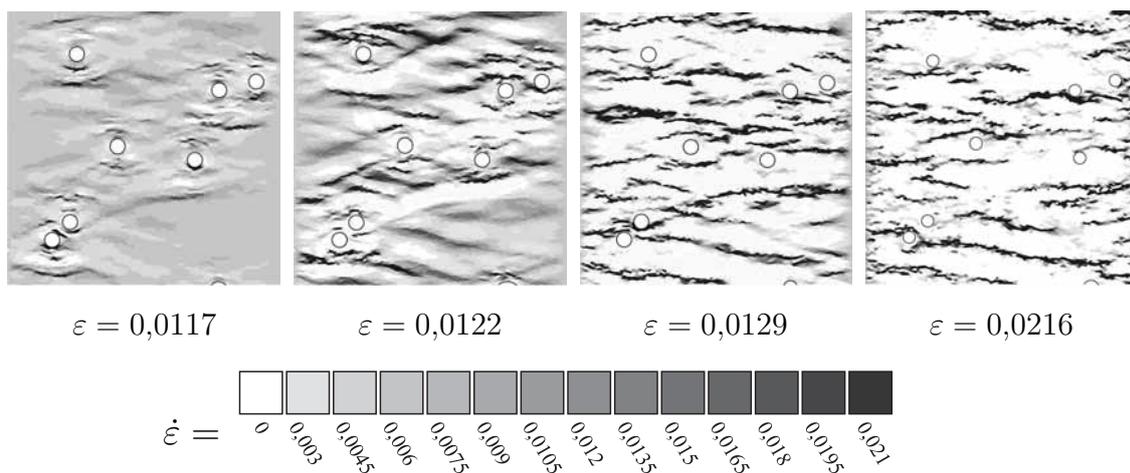


Abbildung 5.10: Verteilung der lokalen Dehnrage für den Verbundwerkstoff AA5754 + Al₂O₃ mit zufälliger Partikelanordnung im Zugversuch mit der Dehnrage $\dot{\epsilon} = 1,5 \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$ für die in Abb. 5.9 angegebenen Dehnungen. (a) 2 vol.% Partikelanteil, (b) 5 vol.% Partikelanteil.

der mit einer hohen Konzentration der Dehnung zu beobachten sind (vgl. Abb. 5.7(b)), erfolgt bei zufälliger Partikelanordnung eine Verteilung der Dehnungskonzentration auf viele Bänder mit geringerer Dehnungslokalisierung. Außerdem steht aufgrund der zufälligen Anordnung der Partikel nur wenig hindernisfreier Raum zur Verfügung, so daß die Laufweite der PLC-Bänder gegenüber dem Matrixmaterial und dem periodischen Verbundwerkstoff stark reduziert wird.

Auffällig ist zusätzlich die Orientierung der PLC-Bänder. Während sowohl beim Matrixmaterial als auch beim Verbundwerkstoff mit periodischer Partikelanordnung Bänder im Winkel von etwa 55° zur Zugrichtung beobachtet werden können, sind die Bänder bei zufälliger Anordnung der Partikel im wesentlichen etwa senkrecht zur Zugrichtung ausgerichtet. Grund hierfür sind wiederum die Spannungskonzentrationen an den Partikeln. Sie reduzieren den Einfluß der unter einem Winkel von 45° erwarteten maximalen Scherspannung, die maßgeblich für die Orientierung der Bänder im Matrixmaterial war.

Dieses Kapitel abschließend lassen die Ergebnisse insbesondere der Simulationen mit einer zufälligen Partikelanordnung darauf schließen, daß durch die Partikelverstärkung das mit dem PLC-Effekt verknüpfte instabile Verhalten unterdrückt oder zumindest stark abgeschwächt werden kann.

6 Vergleichende Diskussion und Zusammenfassung

Bei Aluminiumlegierungen ist der Portevin-LeChatelier-Effekt (PLC-Effekt, räumlich und zeitlich instabile plastische Verformung) bei Raumtemperatur gut zu beobachten. Sie eignen sich daher besonders für Untersuchungen zum Verständnis der Mechanismen instabiler Verformung. Auf der Anwenderseite werden Aluminiumlegierungen wegen ihrer hohen Festigkeit bei geringem Gewicht insbesondere im Verkehrsmittelbau zunehmend als Ersatz für Stahl verwendet. Zur Vermeidung der unerwünschten Nebenwirkungen der instabilen Verformung (inhomogen verfestigte Werkstücke, rauhe Oberflächen) ist es wichtig, die Parameter zu bestimmen, bei denen eine stabile Verformung erreicht werden kann.

Hauptsächliches Anliegen dieser Arbeit ist die Untersuchung der Frage, ob durch das Einbringen von keramischen Partikeln in eine AlMg-Legierung der dort zu beobachtende PLC-Effekt verhindert oder zumindest abgeschwächt werden kann. Da die Bildung von Ausscheidungen in der Matrixlegierung ebenfalls die plastische Verformung beeinflusst, werden im Rahmen dieser Untersuchungen zwei AlMg-Legierungen mit deutlich unterschiedlichem Ausscheidungsverhalten verglichen.

Nachdem sowohl die experimentellen Ergebnisse als auch jene der Modellierung in den entsprechenden Abschnitten bereits einzeln diskutiert wurden, erfolgt in diesem Kapitel ein abschließender Vergleich aller Resultate.

6.1 Mikrostruktur

Wie erwartet, weisen bereits die TEM-Aufnahmen der Legierungen AA5754 und AA6061 (Abb. 4.1 bzw. 4.29) deutliche Unterschiede auf. Bei beiden Legierungen können zwar durch Energieverlust- bzw. Röntgenspektroskopie eisen- und manganreiche Ausscheidungen nachgewiesen werden, die aufgrund der geringen Löslichkeit von Eisen und Mangan in Aluminium vermutlich

bereits bei der Herstellung der Legierungen entstanden und bei der Homogenisierung der Proben nicht aufgelöst wurden. Die Legierung AA5754 zeigt jedoch darüber hinaus keine Bildung weiterer Ausscheidungen. Durch die Temperaturbehandlung ist lediglich eine Zunahme der Größe der bereits vorhandenen Ausscheidungen zu erkennen.

Bei der aushärtbaren Legierung AA6061 können dagegen bereits nach kurzer Auslagerungsdauer zusätzlich nadelförmige Mg_2Si -Ausscheidungen nachgewiesen werden. Durch weitere künstliche Alterung wachsen diese gemäß der in Abschn. 2.3.2 angegebenen Sequenz an.

Bei beiden Verbundwerkstoffen stand die Auswirkung der eingebrachten Al_2O_3 -Partikel im Mittelpunkt der Untersuchung der Mikrostruktur. Bei keinem der behandelten Verbundwerkstoffe wird eine Auswirkung einer durch Bildung der Spinellschicht an der Grenzfläche zwischen Partikel und Matrixlegierung reduzierten Magnesiumkonzentration auf die Bildung der Mg_2Si -Ausscheidungen beobachtet.

Wichtigstes Ergebnis der Untersuchungen ist hier der Nachweis erheblicher Spannungskonzentrationen an den Partikeln als Grund für einen vorgezogenen Einsatz des PLC-Effekts bei Proben beider Verbundwerkstoffe. Diese Spannungskonzentrationen werden verursacht zum einen durch das Abschrecken der Proben im Wasserbad nach dem Homogenisieren der Proben aufgrund unterschiedlicher thermischer Ausdehnungskoeffizienten von Matrixlegierung und Partikeln. Zum anderen führt die unterschiedliche Festigkeit beider Verbundwerkstoff-Komponenten im Lauf der Verformung ebenfalls zu einer lokalen Überhöhung der Spannung an den Partikeln, die mittels der genannten Spinell-Schicht fest mit der Matrix verbunden sind.

6.2 Verformungskurven

Fließspannung und Maximaldehnung

Neben den TEM-Aufnahmen zeigen die Spannungs-Dehnungs-Kurven in Abhängigkeit von der Dehnrates am auffälligsten die Unterschiede zwischen beiden Legierungen.

Während bei der Legierung AA5754 durch Auslagerung sowohl bei Raum- als auch bei erhöhter Temperatur (413 K) keine Veränderung der Verfestigungsrate und nur eine geringe Steigerung der kritischen Fließspannung und damit des Spannungsniveaus der Verformungskurven erfolgt (vgl. Abb. 4.2 und 4.3), weisen die Spannungs-Dehnungs-Kurven der Legierung AA6061 bereits bei nicht ausgelagerten Proben durch Alterung während der Verformung einen

Anstieg der Verfestigungsrate auf (Abb. 4.30). Nach einer Meßdauer von etwa 30 Stunden führt die natürliche Alterung darüber hinaus zu einer deutlichen Verringerung der Spannungseinbrüche. Ursache dafür sind nadelförmige Mg_2Si -Ausscheidungen, die bei nicht bzw. kurz ausgelagerten Proben nach etwa dieser Zeit im TEM beobachtet werden können (vgl. Abb. 4.29b).

Die Aushärtbarkeit dieser Legierung zeigt sich zudem in einer deutlichen Zunahme der kritischen Fließspannung mit zunehmender Auslagerungsdauer bei 433 K (Abb. 4.32).

Der Anstieg der Festigkeit des Materials hat bei beiden Legierungen eine Abnahme der Verformbarkeit zur Folge. Aufgrund der geringen Festigkeitszunahme für ausgelagerte Proben der Legierung AA5754 ist auch die Maximaldehnung nur geringfügig kleiner als jene der nicht ausgelagerten Proben (Abb. 4.7). Die deutliche Zunahme der Festigkeit der Legierung AA6061 durch Warmauslagerung erfolgt dagegen ebenso deutlich zu Lasten der Verformbarkeit. Die Maximaldehnung ausgehärteter Proben erreicht lediglich etwa ein Drittel der größten Dehnung des nicht ausgelagerten Materials (Abb. 4.34). In der praktischen Anwendung wird dieses Problem dadurch umgangen, daß die Werkstücke zunächst im abgeschreckten Zustand umgeformt und im Anschluß zur Härtung warmausgelagert werden.

Die Spannungs-Dehnungs-Kurven der untersuchten Verbundwerkstoffe zeigen in Abhängigkeit von Dehnrates und Auslagerungszustand im wesentlichen ein ähnliches Verhalten wie die jeweils zugrundeliegenden Matrixlegierungen. Beim Verbundwerkstoff AA5754+ Al_2O_3 ist der Grund dafür sicherlich die stark inhomogene Verteilung der Al_2O_3 -Partikel, welche viel Raum für die Ausbreitung von Versetzungslawinen und damit ein matrix-ähnliches Verhalten des Werkstoffs läßt. Die Spannungskonzentrationen an den Partikeln bewirken hier sogar für ausgelagerte Proben eine Absenkung der kritischen Fließspannung auf das Niveau nicht ausgelagerter Proben.

Beim Verbundwerkstoff AA6061+ Al_2O_3 ist zumindest für nicht bzw. kurz ausgelagerte Proben eine Anhebung der kritischen Fließspannung über die Werte der Matrixlegierung zu beobachten (Abb. 4.42). Durch die zunehmende Effektivität der Ausscheidungshärtung wird diese Erhöhung der kritischen Fließspannung aber bereits im ausgehärteten Zustand (nach 18 h Warmauslagern) kompensiert.

PLC-Verhalten

Neben dem allgemeinen Verformungsverhalten beinhalten die Spannungs-Dehnungs-Kurven weitere Merkmale, die zur Beurteilung der Werkstoffe in Hinblick auf die PLC-Instabilitäten ausgewertet werden können.

Das deutlichste Merkmal ist dabei die Einsatzdehnung, das heißt jener Punkt

der Spannungs-Dehnungs-Kurve, an dem im Verlauf der Messung zuerst instabiles Verhalten beobachtet werden kann. Bei beiden untersuchten Legierungen wird mit steigender Dehnrates zunächst eine Abnahme der Einsatzdehnung beobachtet (inverser PLC-Effekt). Im Fall kleiner Dehnrates sind die Versetzungen nahezu vollständig gealtert. Instabilitäten treten erst auf, wenn durch eine hohe Versetzungsdichte (dies entspricht einer großen Dehnung) die Effektivität der dynamischen Reckalterung reduziert wird. Mit zunehmender Dehnrates verringern sich die Wartezeiten der Versetzungen an den Gleithindernissen und daher mit nachlassender Effektivität der Reckalterung auch die Einsatzdehnung, bis die Instabilitäten bereits mit Beginn der plastischen Verformung einsetzen.

Für größere Dehnrates steigt die Einsatzdehnung erneut an (normaler PLC-Effekt). Hier begrenzt die Diffusion der Fremdatome entlang der Versetzungslinien die Effektivität der dynamischen Reckalterung. Bei hohen Dehnrates ist eine große Zahl von Diffusionswegen erforderlich, um die an den Hindernissen auf thermische Aktivierung wartenden Versetzungen verankern zu können. Daher ist auch hier eine hohe Versetzungsdichte erforderlich, die Einsatzdehnung steigt mit zunehmender Dehnrates.

Der beschriebene Verlauf wird bei den Untersuchungen beider Legierungen beobachtet. Während die nicht aushärtbare Legierung AA5754 keine Auswirkungen der Temperaturbehandlungen zeigt (Abb. 4.6), erfolgt bei der Legierung AA6061 durch die Bildung von Mg_2Si -Ausscheidungen und damit einer stärkeren Blockierung der Versetzungsbewegung eine Anhebung der Einsatzdehnung im gesamten untersuchten Dehnratespektrum (Abb. 4.33).

Bei beiden Verbundwerkstoffen wird eine Verringerung der Einsatzdehnung gegenüber dem Matrixmaterial beobachtet (Abb. 4.24, 4.43). Als Ursache dieses Effekts können durch TEM-Untersuchungen Spannungskonzentrationen an den Al_2O_3 -Partikeln nachgewiesen werden (z. B. Abb. 4.19(b)). Grund dieser Spannungskonzentrationen sind sowohl die unterschiedlichen Materialeigenschaften (Ausdehnungskoeffizient, Festigkeit) als auch eine Verringerung des effektiven Probenquerschnitts durch Risse innerhalb der Partikelcluster. Beide Effekte resultieren in einer lokal erhöhten Spannung in der Umgebung der Partikel, so daß geeignete Bedingungen für das Auftreten der PLC-Instabilitäten bereits bei geringerer global gemessener Dehnung erfüllt werden.

Ein weiteres charakteristisches Merkmal der Spannungs-Dehnungs-Kurven ist die Tiefe der Spannungseinbrüche. Sie ist ein Indiz dafür, wie rasch die auftretenden Versetzungslawinen blockiert werden. Bei allen untersuchten Werkstoffen wird mit wachsender Dehnung eine Zunahme der Tiefe der Spannungsabfälle registriert, während diese mit zunehmender Dehnrates abnimmt (Abb. 4.8, 4.35).

Mit steigender Dehnung wächst die Versetzungsdichte und damit die Anzahl der Versetzungsknoten und Diffusionswege an. Dies führt durch effektivere Verankerung der Versetzungen zu einer größeren Spannungsüberhöhung, welche bei Aktivierung der Versetzungslawinen in einem tieferen Abfall der Last resultiert. Mit zunehmender Dehnratesinkt dagegen die Effektivität der dynamischen Reckalterung aufgrund geringerer Wartezeiten der Versetzungen an den Gleithindernissen. Aus der schwächeren Verankerung der Versetzungen ergibt sich die beobachtete Abnahme der Tiefe der Spannungseinbrüche. Der anhand der Dehnratenabhängigkeit der Tiefe der Spannungsabfälle bestimmte Diffusionsexponent n liegt stets nahe dem für die Diffusion entlang der Versetzungslinien erwarteten Wert von $n = 1/3$.

Bei der Legierung AA5754 wird sowohl durch Temperaturbehandlung als auch durch die Partikelverstärkung nur eine geringe Reduktion der Tiefe der Spannungsabfälle erreicht (Abb. 4.8, 4.26). Zum einen werden bei dieser Legierung durch Warmauslagern keine Ausscheidungen gebildet, zum anderen kann aufgrund der stark inhomogenen Verteilung der Al_2O_3 -Partikel in der Matrixlegierung keine effektive Behinderung der Versetzungslawinen erfolgen. Bei der Legierung AA6061 dagegen wird durch die Bildung zusätzlicher Mg_2Si -Ausscheidungen bereits nach einer Auslagerungsdauer von einer Stunde bei 433 K die für den PLC-Effekt typischen Spannungsabfälle vollständig unterdrückt (Abb. 4.31). Der Verbundwerkstoff AA6061+ Al_2O_3 zeigt zwar im nicht ausgelagerten Zustand wie der AA5754-Verbundwerkstoff lediglich eine Verringerung der Tiefe der Spannungseinbrüche. Bei der Matrixlegierung AA6061 nach einer Warmauslagerung von 30 Minuten beobachtete Instabilitäten können jedoch durch die eingebrachten Partikel vollständig verhindert werden.

Aus Dehnratenwechsel- und Relaxationsexperimenten wird die instantane und stationäre Dehnratenempfindlichkeit bestimmt. Während sich aus der instantanen Dehnratenempfindlichkeit S_i das Aktivierungsvolumen V_a und damit der effektive Hindernisabstand L des unverformten Materials ergibt, ist das Unterschreiten eines kritischen Werts der stationären Dehnratenempfindlichkeit S_s ein notwendiges Kriterium für das Auftreten der Spannungsfluktuationen.

Die Auswertung der instantanen Dehnratenempfindlichkeit ergibt bei der Legierung AA6061 einen effektiven Hindernisabstand von $L \approx 40 \dots 50$ nm, der zur Unterdrückung der Instabilitäten unterschritten werden muß. Sowohl bei der Matrixlegierung AA5754 als auch beim Verbundwerkstoff AA5754+ Al_2O_3 werden effektive Hindernisabstände bestimmt, die oberhalb dieses Bereichs liegen. Eine wirksame Behinderung der Versetzungslawinen kann daher nicht erfolgen.

Beim Verbundwerkstoff AA6061+ Al_2O_3 können jedoch trotz eines Hindernisabstands oberhalb des genannten Intervalls ($L \approx 58$ nm) die PLC-Instabilitäten aufgrund der homogeneren Verteilung der Partikel unterdrückt werden.

Die Untersuchung der stationären Dehnratenempfindlichkeit ergibt für beide untersuchte Legierungen einen negativen kritischen Wert bei Einsetzen der Spannungsfluktuationen (Abb. 4.10, 4.37). Hiermit können die Vorstellungen der in Abschn. 2.2 behandelten Modelle bestätigt werden.

Beide Legierungen weisen auch hier Unterschiede auf. Das Material AA5754 zeigt weder durch Temperaturbehandlung noch durch das Einbringen der Al_2O_3 -Partikel Auswirkungen auf den kritischen Wert der stationären Dehnratenempfindlichkeit (Abb. 4.10, 4.28). Bei der Legierung AA6061 ergeben sich dagegen in Abhängigkeit von der Auslagerungsdauer unterschiedliche Verläufe der Dehnratenempfindlichkeits-Kurven (Abb. 4.37). Diese können mit Hilfe des schematischen Verlaufs der stationären Dehnratenempfindlichkeit (vgl. Abb. 2.3(b)) als Ausschnitte der Gesamtkurve interpretiert werden. Daraus ergibt sich, daß aufgrund der Ausscheidungshärtung durch eine Anhebung der Dehnratenempfindlichkeit in Kombination mit der Reduzierung der Maximaldehnung bereits nach kurzer Auslagerungsdauer bei 433 K der kritische Wert für das Einsetzen des PLC-Effekts nicht mehr unterschritten wird.

Messungen mit dem von *L. Casarotto* (Institut für Produktionsmeßtechnik, TU Braunschweig) entwickelten optischen Extensometer [27] sowie die in Zusammenarbeit mit *S. Forest* und *S. Graff* (Centre des Matériaux, École des Mines de Paris) durchgeführte Modellierung des Werkstoffverhaltens ergänzen die Ergebnisse der Mikrostrukturuntersuchungen und der Zugversuche.

Aufgrund der hohen räumlichen und zeitlichen Auflösung des optischen Extensometers ($\Delta x \approx 8 \mu\text{m}$, $\Delta t \approx 1 \text{ms}$) können die Entstehung und die Bewegung der PLC-Bänder detailliert untersucht werden (Abb. 4.11-4.13). Darüber hinaus werden durch Bildanalyseverfahren zusätzliche PLC-Parameter (Bandweite w_b , Propagationsgeschwindigkeit v_b sowie die Dehnungskonzentration im Band $\Delta \varepsilon_b$) für Proben der Matrixlegierung AA5754 bestimmt. Für die Bandweite wird dabei die in früheren Arbeiten (z. B. [152]) genannte Abhängigkeit von der Probendicke bestätigt. Aufgrund der mit der Dehnung zunehmenden Blockierung der Versetzungen wird eine Abnahme der Propagationsgeschwindigkeit sowie eine Zunahme der Dehnungskonzentration im Band festgestellt. Abgesehen von einer hier nicht beobachteten Dehnratenabhängigkeit der Bandweite zeigen die Ergebnisse damit gute Übereinstimmungen mit jenen in [83], welche mittels Laserextensometrie an der hier verwendeten Legierung AA5754 erzielt wurden.

Die Kernfrage der Modellierung ist die Untersuchung der Auswirkungen der Partikelverstärkung auf das Verformungsverhalten des Verbundwerkstoffs AA5754+ Al_2O_3 . Die Simulationsrechnungen sind von besonderer Bedeutung, da die Experimente an diesem Material aufgrund der inhomogenen Partikelverteilung keine gesicherte Aussage zuließen.

Zuerst ist eine Anpassung der Modellparameter an die experimentellen Daten

erforderlich. Im simulierten Zugversuch kann das Verhalten einer zweidimensionalen Probe für die PLC-Typen A und B gut simuliert werden, dagegen ist der, im Experiment bei kleinen Dehnraten beobachtete, inverse PLC-Effekt im verwendeten Modell nicht enthalten (Abb. 5.2).

In der Folge wird mit den für die Matrixlegierung AA5754 bestimmten Materialparametern der zugehörige Verbundwerkstoff simuliert. Bei der zunächst verwendeten periodischen Anordnung der Al_2O_3 -Partikel (Abb. 5.4) bleibt zwischen den Partikelreihen ausreichend Platz zur Ausbildung von Deformationsbändern. So wird zwar eine Verringerung der Instabilitäten erreicht, eine Reduzierung der Dehnungslokalisierung erfolgt jedoch nicht (Abb. 5.7b).

Die Verwendung einer zufälligen Partikelanordnung (Abb. 5.8) führt makroskopisch zu einer Unterdrückung der mit den Versetzungslawinen verknüpften Spannungsfuktuationen (Abb. 5.9). Dennoch werden auch hier PLC-Bänder beobachtet, wengleich mit einer geringeren räumlichen Ausdehnung als bei der periodischen Anordnung der Partikel: die Dehnung wird auf mehrere kleinere Bänder verteilt (Abb. 5.10), deren Laufweite aufgrund der zufällig angeordneten Hindernisse effektiver begrenzt wird. Daher wäre zum makroskopischen Nachweis der Instabilitäten eine detailliertere Betrachtung (z. B. durch Betrachtung eines Ausschnitts der Kurve, kleinere Zeitschritte) der simulierten Verformungskurven erforderlich.

Wie bei den Experimenten am Verbundwerkstoff AA5754+ Al_2O_3 tritt auch bei dessen Modellierung eine reduzierte Einsatzdehnung des PLC-Effekts auf. Durch Darstellung der lokalen Dehnraten können die Spannungskonzentrationen in der Umgebung der Partikel als Ursache des früheren Einsetzens der Spannungsfuktuationen bestätigt werden (Abb. 5.6). Darüber hinaus kann die in den Experimenten beobachtete Unabhängigkeit der kritischen Fließspannung von der Materialart (Matrix/Verbundwerkstoff) sowie vom Volumenanteil der Al_2O_3 -Partikel ebenfalls auf die Spannungskonzentrationen zurückgeführt werden.

6.3 Folgerungen zur Unterdrückung des PLC-Effekts und Ausblick

In dieser Arbeit wird an zwei AlMg-Legierungen (AA5754 und AA6061) untersucht, ob die Verstärkung des Materials durch Al_2O_3 -Partikel zu einer Unterdrückung oder zumindest Verringerung der für den PLC-Effekt typischen instabilen Verformung führt. Die Auswahl dieser Materialkombination erfolgte, weil zum einen aufgrund der starken Verankerung der Partikel durch eine Spinnellschicht (MgAl_2O_4) an der Kontaktfläche zwischen AlMg-Matrixlegierung

und Al_2O_3 -Partikel ein deutlicher Einfluß der Partikelverstärkung zu erwarten ist. Zum anderen unterscheiden sich die beiden verwendeten Legierungen deutlich in ihrem Verhalten hinsichtlich der Bildung von Ausscheidungen.

Aufgrund der bekannten inhomogenen Partikelverteilung beim „herkömmlichen“ Strangpreßverfahren zur Herstellung üblicher Verbundwerkstoffe wurde für die Herstellung des untersuchten Materials die Gasdruckinfiltration mit anschließendem Rührprozeß gewählt. Es stellte sich heraus, daß bei der Herstellung Partikelcluster durch die Spinellschicht so fest verbunden wurden, daß sie beim Verrühren der Schmelze nicht mehr aufgetrennt werden konnten. Dies führt zu einer deutlich inhomogeneren Partikelverteilung in der Matrix, insbesondere im Vergleich mit dem später untersuchten, im Strangpreßverfahren hergestellten Verbundwerkstoff AA6061+ Al_2O_3 . Anhand der für die Legierung AA5754 erzielten experimentellen Resultate allein wird daher die Kernfrage der Arbeit nicht abschließend beantwortet.

Die Modellierung des Verbundwerkstoffs AA5754+ Al_2O_3 zeigt allerdings, daß bereits bei dem relativ geringen Partikelanteil von 2 vol.% und homogener Partikelverteilung eine Reduktion der Instabilitäten durch Begrenzung der Laufwege der Versetzungslawinen erreicht wird. Hier wären weitere Rechnungen mit höheren Volumenanteilen sinnvoll, um eine möglicherweise vollständige Unterdrückung des PLC-Effekts nachzuweisen.

Die experimentellen Resultate der ausscheidungshärtbaren Legierung AA6061 (und des zugehörigen Verbundwerkstoffs AA6061+ Al_2O_3) ergeben, daß bei genügend homogener Verteilung und damit einem hinreichend kleinen effektiven Abstand der Gleithindernisse die Ausbreitung von Versetzungslawinen tatsächlich verhindert werden kann.

Um dieses Ergebnis auf die nicht aushärtbare Legierung AA5754 zu übertragen, ist eine homogenere Partikelverteilung in der Matrixlegierung erforderlich. Bei gleicher Materialkombination ist dazu ein anderes Verfahren zur Herstellung des Verbundwerkstoffs in Erwägung zu ziehen. Anstelle der Gasdruckinfiltration werden in der Literatur (z. B. [6, 36, 90]) häufig pulvermetallurgische Verfahren zur Mischung der Verbundwerkstoffkomponenten verwendet. Damit wird in Verbindung mit dem nachfolgenden Strangpressen eine feine Verteilung der Partikel erreicht. Aufgrund der noch stärkeren Verformung des Materials beim Gleichkanalwinkelpressen (ECAP, „*equal channel angular pressing*“) ist es unter Umständen möglich, entstandene Partikelansammlungen aufzubrechen und die Partikel noch feiner in der Matrix zu verteilen.

Bei Verwendung anderer Partikelsorten (z. B. SiC, TiN) oder auch intermetallischer Verbindungen (z. B. Ni_3Al [36], Ti_3Al [6]) kann das Problem der Härtung der Partikelcluster durch die Spinellschicht umgangen werden, allerdings entfällt auch die starke Verbindung der Partikel an das Matrixmaterial durch diese Schicht.

In Anbetracht des für die Legierung AA6061 bestimmten kritischen Hindernisabstands von 40 .. 50 nm zur Unterdrückung des PLC-Effekts ist möglicherweise der Volumenanteil der Partikel im untersuchten Verbundwerkstoff AA5754+2 bzw. 5 vol.% Al₂O₃ zu gering, um die Versetzungslawinen effektiv behindern und den PLC-Effekt vollständig unterdrücken zu können. Wie auch bei der Modellierung wären daher weitere Untersuchungen mit einem größeren Partikelanteil sinnvoll.

Literaturverzeichnis

- [1] aluMATTER Webseite (Universität Liverpool).
URL <http://aluminium.matter.org.uk>
- [2] Aluminum Association.
URL <http://www.aluminum.org>
- [3] *Bedienungsanleitung LEO922 OMEGA*.
- [4] European Aluminium Association.
URL <http://www.eaa.net>
- [5] M. Abbadi, P. Hähner, A. Zeghloul. On the characteristics of Portevin–Le Chatelier bands in aluminum alloy 5182 under stress-controlled and strain-controlled tensile testing. *Mater. Sci. Eng. A* **337**: 194 (2002).
- [6] M. Adamiak, J. B. Fogagnolo, E. M. Ruiz-Navas, L. A. Dobrzańska, J. M. Torralba. Mechanically milled AA6061/(Ti₃3Al)_P MMC reinforced with intermetallics – the structure and properties. *Journal of Materials Processing Technology* **155–156**: 2002 (2004).
- [7] E. C. Aifantis. On the role of gradients in the localization of deformation and fracture. *Int. J. Eng. Sc.* **30**: 1279 (1992).
- [8] H. Ait-Amokthar, S. Boudrahem, C. Fressengeas. Spatiotemporal aspects of jerky flow in Al–Mg alloys, in relation with the Mg content. *Scripta Mater.* **54** (12): 2113 (2006).
- [9] H. Alexander. *Physikalische Grundlagen der Elektronenmikroskopie*. Teubner (1997).
- [10] G. Ananthakrishna, C. Fressengeas, L. P. Kubin. Chaos and the jerky flow in Al–Mg polycrystals. *Mater. Sci. Eng. A* **234–236**: 314 (1997).
- [11] R. A. Ayres. Alloying aluminum with magnesium for ductility at warm temperatures (25 to 250 °C). *Metall. Trans. A* **10**: 849 (1979).
- [12] J. Balík. The onset of Portevin–LeChatelier instabilities in tensile testing. *Mater. Sci. Eng. A* **316**: 102 (2001).

- [13] J. Balík, P. Lukáč. Portevin-LeChatelier instabilities in Al-3Mg conditioned by strain rate and strain. *Acta Metall. Mater.* **41** (5): 1447 (1993).
- [14] J. Balík, P. Lukáč, L. P. Kubin. Inverse critical strains for jerky flow in Al-Mg alloys. *Scripta Mater.* **42**: 465 (2000).
- [15] J. Belotteau, C. Berdin, S. Forest, A. Parrot, C. Prioul. From static to dynamic strain aging: modeling the mechanical behavior of a ferritic steel over the (20-350) °C temperature range. *Int. J. Plast.* (submitted) (2008).
- [16] A. Benallal, T. Berstad, T. Børvik, A. H. Clausen, O. S. Hopperstad. Dynamic strain aging and related instabilities: experimental, theoretical and numerical aspects. *Eur. J. Mech. A* **25**: 397 (2006).
- [17] A. Benallal, T. Børvik, A. H. Clausen, O. S. Hopperstad. Dynamic strain aging, negative strain-rate sensitivity and related instabilities. *Technische Mechanik* **23** (2-4): 160 (2003).
- [18] H. Bethge, J. Heydenreich. *Elektronenmikroskopie in der Festkörperphysik*. VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin (1982).
- [19] A. van den Beukel. Theory of the effect of dynamic strain aging on mechanical properties. *phys. stat. sol. (a)* **30**: 197 (1975).
- [20] A. van den Beukel. On the mechanism of serrated yielding and dynamic strain ageing. *Acta Metall.* **28**: 965 (1980).
- [21] H. J. Böhm, W. Han. Comparisons between three-dimensional and two-dimensional multi-particle unit cell models for particle reinforced metal matrix composites. *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.* **9**: 47 (2001).
- [22] M. Bloeck, J. Timm. Aluminium-Karosseriebleche der Legierungsfamilie AlMgSi. *Aluminium* **70** (1-2): 87 (1994).
- [23] A. Borbély, H. Biermann. Finite element investigation of the effect of particle distribution on the uniaxial stress-strain behavior of particulate-reinforced metal-matrix composites. *Adv. Eng. Mat* **2** (6): 366 (2000).
- [24] Y. Brechet, Y. Estrin. On the influence of precipitation on the Portevin-LeChatelier effect. *Acta Metall. Mater.* **43** (3): 955 (1995).
- [25] B. J. Brindley, P. J. Worthington. Yield point phenomena in substitutional alloys. *Metallurgical Reviews* **15**: 101 (1970).

-
- [26] S. Bross. *Versetzungsdynamik und Reckalterung als Ursache instabiler Materialverhaltens beim Portevin-LeChatelier-Effekt*. Dissertation, TU Braunschweig (2002).
- [27] L. Casarotto. *Multiscale investigation of the PLC effect*. Dissertation, TU Braunschweig (2007).
- [28] D. K. Chatterjee, K. M. Entwistle. A study of the effect of magnesium loss and of the addition of copper on the aging of aluminum-magnesium-silicon alloys. *J. Inst. Metals* **101**: 53 (1973).
- [29] K. Chihab, H. Ait-Amokhtar, K. Bouabdellah. Serrated yielding due to Portevin-Le Chatelier effect in commercial Al-Mg alloys. *Ann. Chim. Sci. Mat.* **27**: 69 (2002).
- [30] K. Chihab, Y. Estrin, L. P. Kubin, J. Vergnol. The kinetics of the Portevin–Le Chatelier bands in an Al–5 at.alloy. *Scr. Met.* **21** (2): 203 (1987).
- [31] N. Q. Chinh, F. Csikor, Z. Kovacz, J. Lendvai. Critical concentration of Mg addition for plastic instabilities in Al-Mg alloys. *Journal of Materials Research* **15** (5): 1037 (2000).
- [32] F. Chmelík, Z. Trojanová, Z. Převorovský, P. Lukáč. The Portevin-LeChâtelier effect in Al-3%Mg and Al-2.92%Mg-0.38%Mn alloys investigated by the acoustic emission technique. *Acta Techn. CSAV* **40**: 43 (1995).
- [33] F. Chmelík, A. Ziegenbein, H. Neuhäuser, P. Lukáč. Investigating the Portevin–Le Châtelier effect by the acoustic emission and laser extensometry techniques. *Mater. Sci. Eng. A* **324** (1-2): 200 (2002).
- [34] T. Christman, A. Needleman, S. Suresh. An experimental and numerical study of deformation in metal-ceramic composites. *Acta Metall.* **37**: 3029 (1989).
- [35] D. L. W. Collins. Constitutional factors affecting the tensile properties of wrought aluminium-magnesium-silicon-copper alloys. *J. Inst. Metals* **86**: 325 (1958).
- [36] C. E. da Costa, L. de Aguiar, V. A. Borras. Properties of AA6061 aluminum alloy reinforced with different intermetallics and ceramics particles. *Mat. Sci. Forum* **530–531**: 255 (2006).
- [37] A. H. Cottrell. A note on the Portevin-LeChâtelier effect. *Phil. Mag.* **44**: 829 (1953).

- [38] A. H. Cottrell, B. A. Bilby. Dislocation theory of yielding and strain-ageing of iron. *Proc. Phys. Soc. A* **62**: 49 (1949).
- [39] H.-A. Crostack, G. Fischer, E. Soppa, S. Schmauder, Y.-L. Liu. Localization of strain in metal matrix composites studied by a scanning electron microscope-based grating method. *Journal of Microscopy* **201**: 171 (2001).
- [40] H.-A. Crostack, A. Ognjenovic, X. Feng, G. Fischer. Thermographische Analyse lokaler Verformungs- und Schädigungsprozesse. In: *Thermographie-Kolloquium 2005, Stuttgart* (2005).
- [41] H. Dierke, F. Krawehl, S. Graff, S. Forest, J. Šachl, H. Neuhäuser. Portevin-LeChatelier effect in Al-Mg alloys: Influence of obstacles - experiments and modelling. *Comp. Mat. Sci.* **39** (1): 106 (2007).
- [42] Dissemination of IT for the Promotion of Materials Science (DoITPoMS). URL <http://www.doitpoms.ac.uk/index.html>
- [43] S. D. Dumolt, D. E. Laughlin, J. C. Williams. Formation of a modified β' phase in aluminum alloy 6061. *Scr. Met.* **18** (2): 1347 (1984).
- [44] T. Epicier. Transmission electron microscopy and nano-precipitation. *Adv. Eng. Mat.* **8** (12): 1197 (2006).
- [45] Y. Estrin, M. A. Lebyodkin. The influence of dispersion particles on the Portevin-Le Chatelier effect: from average particle characteristics to particle arrangement. *Mater. Sci. Eng. A* **387–389**: 195 (2004).
- [46] X. Feng, H.-A. Crostack, G. Fischer, B. Svendsen. Experimental and theoretical investigation of PLC bands. *PAMM* **6** (1): 435 (2006).
- [47] A. Forn, M. T. Baile, E. Ruperez. Spinel effect on the mechanical properties of metal matrix composite AA6061/(Al₂O₃)_p. *Materials Processing Technology* **143–144**: 58 (2003).
- [48] J. Friedel. *Dislocations*. Addison–Wesley, Oxford (1964).
- [49] B. Fultz, J. M. Howe. *Transmission electron microscopy and diffractometry of materials*. Springer (2001).
- [50] F. de Geuser, W. Lefebvre, P. Auger, F. Danoix, A. Bigot, D. Blavette. Atom probe tomography II. The precipitation in Al base alloys. *Adv. Eng. Mat.* **8** (12): 1206 (2006).
- [51] G. Gottstein. *Physikalische Grundlagen der Metallkunde*. Springer, 3. Aufl. (2007).

- [52] S. Graff. *Viscoplastic behavior of zirconium alloys in the temperatures range 20 °C–400 °C: characterization and modeling of strain aging phenomena*. Dissertation, École Nationale Supérieure des Mines de Paris (2006).
- [53] V. Grützun. *Simulationen zum Portevin-LeChatelier-Effekt im spannungskontrollierten Zugversuch*. Diplomarbeit, TU Braunschweig (2004).
- [54] A. Guinier. Structure of age hardenable Al-Cu alloys. *Nature* **142**: 569 (1938).
- [55] A. K. Gupta, D. J. Lloyd, S. A. Court. Precipitation hardening in Al-Mg-Si alloys with and without excess Si. *Mater. Sci. Eng. A* **316** (1–2): 11 (2001).
- [56] A. K. Gupta, P. H. Marois, D. J. Lloyd. Study of the precipitation kinetics in a 6000 series automotive sheet material. *Mat. Sci. Forum* **217–222** (2): 801 (1996).
- [57] M. de Haas, J. Th. M. de Hosson. Grain boundary segregation and precipitation in aluminium alloys. *Scripta Mater.* **44**: 281 (2001).
- [58] P. Haasen. Mechanical properties of solid solutions and intermetallic compounds. In: R. W. Cahn, P. Haasen (Hrsg.), *Physical Metallurgy*, Kap. 21. North Holland Physics Publishing, Amsterdam, 3. Aufl. (1983).
- [59] P. Haasen. *Physikalische Metallkunde*. Springer, Berlin, Heidelberg, New York, Tokyo, 3. Aufl. (1994).
- [60] H. Halim, D. S. Wilkinson, M. Niewczas. The Portevin–Le Chatelier (PLC) effect and shear band formation in an AA5754 alloy. *Acta Mater.* **55** (12): 4151 (2007).
- [61] E. O. Hall, R. J. Carter, G. Vitullo. Luders band fronts in mild steel. In: R. C. Gifkins (Hrsg.), *Strength of Metals and Alloys (ICSMA 6)*, S. 393–399. Pergamon Press, Oxford (1983).
- [62] M. Hansen. *Constitution of binary alloys*. McGraw-Hill Book Company, Inc., New York, Toronto, London, 2. Aufl. (1958).
- [63] H. K. Hardy, T. J. Heal. Report on precipitation. *Progr. Met. Phys.* **5**: 143 (1954).
- [64] O. Hartmann. *Einfluß der Matrix und der Form der Verstärkungen von Metallmatrix-Verbundwerkstoffen auf deren zyklisches Verformungsverhalten zwischen -100 °C und 300 °C*. Dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg (2002).

- [65] M. v. Heimendahl. *Einführung in die Elektronenmikroskopie*. Vieweg (1970).
- [66] A. Heinz, A. Haszler, C. Keidel, S. Moldenhauer, R. Benedictus, W. S. Miller. Recent development in aluminium alloys for aerospace applications. *Mater. Sci. Eng. A* **280**: 102 (2000).
- [67] P. Hähner. Theory of solitary plastic waves: I. Lüders bands in polycrystals. *Appl. Phys. A* **58**: 41 (1994).
- [68] P. Hähner. Theory of solitary plastic waves: II. Lüders bands in single glide-oriented crystals. *Appl. Phys. A* **58**: 49 (1994).
- [69] P. Hähner. On the physics of the Portevin-LeChatelier effect part I: The statistics of dynamic strain aging. *Mater. Sci. Eng. A* **207**: 208 (1996).
- [70] P. Hähner. On the physics of the Portevin-LeChatelier effect part II: From microscopic to macroscopic behaviour. *Mater. Sci. Eng. A* **207**: 216 (1996).
- [71] P. Hähner, M. Zaiser. From mesoscopic heterogeneity of slip to macroscopic fluctuations of stress and strain. *Acta Mater.* **45** (3): 1067 (1997).
- [72] P. Hähner, A. Ziegenbein, H. Neuhäuser. Observation and modelling of propagating Portevin-LeChâtelier deformation bands in Cu-15at.% Al polycrystals. *Phil. Mag. A* **81**: 1633 (2001).
- [73] P. Hähner, A. Ziegenbein, E. Rizzi, H. Neuhäuser. Spatiotemporal analysis of Portevin–Le Châtelier deformation bands: Theory, simulation, and experiment. *Phys. Rev. B* **65** (13): 134109 (2002).
- [74] P. B. Hirsch. *Electron microscopy of thin crystals*. Butterworth & Co., Ltd. (1965).
- [75] J. P. Hirth, J. Lothe. *Theory of dislocations*. McGraw–Hill, New York, 2. Aufl. (1982).
- [76] O. S. Hopperstad, T. Børvik, T. Berstad, O.-G. Lademo, A. Benallal. A numerical study on the influence of the Portevin–Le Chatelier effect on necking in an aluminium alloy. *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.* **15**: 747 (2007).
- [77] E. Hornbogen. *Werkstoffe*. Springer, 7. Aufl. (2002).
- [78] E. Hornbogen, H. Warlimont. *Metalle*. Springer, 5. Aufl. (2006).
- [79] D. Hull, D. J. Bacon. *Introduction to dislocations*. Pergamon Press, Oxford, New York, Seoul, Tokyo, 3. Aufl. (1984).

- [80] M. H. Jacobs. The structure of the metastable precipitates formed during ageing of an Al-Mg-Si alloy. *Phil. Mag. A* **26**: 1 (1972).
- [81] A. Kalk. *Dynamische Reckalterung und die Grenzen der Stabilität plastischer Verformung – Systematische Untersuchungen an Viel- und Einkristallen aus CuMn*. Dissertation, TU Braunschweig (1993).
- [82] A. Kelly, R. B. Nicholson. Precipitation hardening. *Progr. Mat. Sci.* **10**: 151 (1963).
- [83] F. Klose. *Experimental and numerical studies on the Portevin-LeChâtelier effect in Cu-Al and Al-Mg in strain and stress controlled tensile tests*. Dissertation, TU Braunschweig (2004).
- [84] F. B. Klose, J. Weidenmüller, A. Ziegenbein, P. Hähner, H. Neuhäuser. Plastic instabilities with propagating deformation bands in Cu-Al alloys. *Phil. Mag. A* **84**: 467 (2004).
- [85] F. B. Klose, A. Ziegenbein, F. Hagemann, H. Neuhäuser, P. Hähner, M. Abbadi, A. Zeghloul. Analysis of PLC serrations of type B in Al-Mg. *Mater. Sci. Eng. A* **369**: 76 (2004).
- [86] R. Král, P. Lukáč. Modelling of strain hardening and its relation to the onset of Portevin-Le Chatelier effect in Al-Mg alloys. *Mater. Sci. Eng. A* **234–236**: 786 (1997).
- [87] C. Krammer (Hrsg.). *Grundlagen und Werkstoffe*, Bd. 1 von *Aluminium-Taschenbuch*. Aluminium-Zentrale e.V. Düsseldorf, 15 Aufl. (1995).
- [88] F. Krawehl. *Plastische Verformung und Transmissionslektronenmikroskopie von AlMg-Legierungen*. Diplomarbeit, TU Braunschweig (2003).
- [89] H. Kronmüller. Theorie der plastischen Verformung. In: A. Seeger (Hrsg.), *Moderne Probleme der Metallphysik*, Bd. 1, Kap. 3, S. 146–189. Springer (1965).
- [90] I. Kröpfl. *Verformungs- und Bruchverhalten von oxid- sowie karbid- und oxiddispersionsverfestigten Aluminiumwerkstoffen*. Dissertation, Universität Karlsruhe (1996).
- [91] L. P. Kubin, Y. Estrin. Evolution of dislocation densities and the critical conditions for the Portevin - LeChâtelier effect. *Acta Metall. Mater.* **38**: 697 (1990).
- [92] L. P. Kubin, Y. Estrin. The critical conditions for jerky flow. *phys. stat. sol. (b)* **172**: 173 (1992).

- [93] M. A. Lebyodkin, Y. Estrin. Multifractal analysis of the Portevin–Le Chatelier effect: General approach and application to AlMg and AlMg/Al₂O₃ alloys. *Acta Mater.* **53**: 3403 (2005).
- [94] A. LeChatelier. Influence du temps et de la temperature sur les essais au choc. *Revue de Metallurgie* **6**: 914 (1909).
- [95] S.-Y. Lee. *Untersuchungen zur dynamischen Reckalterung in Al-Mg-Legierungen im Temperaturbereich von -80 °C und 500 °C*. Dissertation, RWTH Aachen (1993).
- [96] C. P. Ling. *Constitutive modelling and measurement of dynamic strain ageing in aluminium alloys*. Dissertation, University of Western Australia, Nedlands, Australia (1992).
- [97] C. P. Ling, P. G. McCormick. The effect of temperature on strain rate sensitivity in an Al-Mg-Si alloy. *Acta Metall. Mater.* **41** (11): 3127 (1993).
- [98] N. Louat. On the theory of the Portevin - LeChâtelier effect. *Scr. Met.* **15**: 1167 (1981).
- [99] H. Louche, P. Vacher, R. Arrieux. Thermal observations associated with the Portevin–LeChâtelier effect in an Al–Mg alloy. *Mater. Sci. Eng. A* **404**: 188 (2005).
- [100] A. P. Masson. Sur l'élasticité des corps solides. *Ann. Chim. Phys.* **3**: 461 (1841).
- [101] Material Database.
URL <http://www.matweb.com>
- [102] M. Mazière, J. Besson, S. Forest, B. Tanguy, H. Chalons, F. Vogel. Numerical modelling of the Portevin - Le Chatelier effect. *Eur. J. Comp. Mech.* (*in press*) (2008).
- [103] P. G. McCormick. A model for the Portevin-LeChâtelier effect in substitutional alloys. *Acta Metall.* **20**: 351 (1972).
- [104] P. G. McCormick. The Inverse Portevin-Le Chatelier Effect in an Al-Mg-Si Alloy. *Scr. Met.* **6** (2): 165 (1972).
- [105] P. G. McCormick. Theory of flow localization due to dynamic strain ageing. *Acta Metall.* **36**: 3061 (1988).
- [106] W.F. Miao, D.E. Laughlin. Effects of Cu content and preaging on precipitation characteristics in aluminum alloy 6022. *Metall. Mater. Trans. A* **31A**: 361 (2000).

- [107] W. S. Miller, L. Zhuang, J. Bottema, A. J. Wittebrood, P. De Smet, A. Haszler, A. Vieregge. Recent development in aluminium alloys for the automotive industry. *Mater. Sci. Eng. A* **280**: 17 (2000).
- [108] B. Mingler, H.-P. Karnthaler. TEM investigations of Al 6061 and of composites reinforced with Al₂O₃ particles. *Z. Metallk.* **84** (5): 313 (1993).
- [109] M. Murayama, K. Hono, W. F. Miao, D. E. Laughlin. The effect of Cu additions on the precipitation kinetics in an Al-Mg-Si alloy with excess Si. *Metall. Mater. Trans. A* **32A**: 239 (2001).
- [110] E. Nembach. *Particle strengthening of metals and alloys*. Wiley & Sons Ltd. (1996).
- [111] A. Nortmann. *Mechanismen dynamischer Reckalterung und diffusionskontrollierter Versetzungsbewegung*. Dissertation, TU Braunschweig (1998).
- [112] M. Papakyriacou (LK Ranshofen, Österreich). pers. Mitteilung (2005).
- [113] D. W. Pashley, M. H. Jacobs, J. T. Vietz. The basic processes affecting two-step ageing in an Al-Mg-Si alloy. *Phil. Mag. A* **16**: 51 (1967).
- [114] D. W. Pashley, J. W. Rhodes, A. Sendorek. Delayed ageing in aluminium-magnesium-silicon alloys—effect on structure and mechanical properties. *J. Inst. Metals* **94** (2): 41 (1966).
- [115] W. B. Pearson. *Handbook of lattice spacings and structures of metals and alloys*. Pergamon Press, Oxford, London etc. (1964).
- [116] P. Penning. Mathematics of the Portevin-LeChâtelier effect. *Acta Metall.* **20**: 1169 (1972).
- [117] J. Picht, J. Heidenreich. *Einführung in die Elektronenmikroskopie*. VEB Verlag Technik, Berlin (1966).
- [118] R. C. Picu, G. Vincze, F. Ozturk, J. J. Gracio, F. Barlat, A. M. Maniatty. Strain rate sensitivity of the commercial aluminum alloy AA5182-O. *Mater. Sci. Eng. A* **390**: 334 (2005).
- [119] E. Pink. Deformation and precipitation influencing serrated flow. In: P. Q. Kettunen, T. K. Lepistö, M. E. Lehtonen (Hrsg.), *Strength of Metals ad Alloys (ICSMA 8)*, Bd. I, S. 495–500. Pergamon Press, Oxford (1988).
- [120] E. Pink. The effect of precipitates on characteristics of serrated flow in AlZn₅Mg₁. *Acta Metall.* **37**: 1773 (1989).

- [121] E. Pink, A. Grinberg. Stress drops in serrated flow curves of Al5Mg. *Acta Metall.* **30**: 2153 (1982).
- [122] E. Pink, S. Kumar. Patterns of serrated flow in a low-carbon steel. *Mater. Sci. Eng. A* **201**: 58 (1995).
- [123] E. Pink, S. Kumar, B. Tian. Serrated flow of aluminium alloys influenced by precipitates. *Mater. Sci. Eng. A* **280**: 17 (2000).
- [124] A. Portevin, F. LeChatelier. Sur un phénomène observé lors de l'essai de traction d'alliages en cours de transformation. *Compt. Rend. Sci.* **176**: 507 (1923).
- [125] G. L. Povirk, M. G. Stout, M. Bourke, J. A. Goldstone, A. C. Lawson, M. Lovato, S. R. MacEwen, S. R. Nutt, A. Needleman. Thermally and mechanically induced residual strains in Al-SiC composites. *Acta Metall. Mater.* **40**: 2391 (1992).
- [126] G. D. Preston. The diffraction of X-ray by an age-hardening alloy of aluminium and copper. The structure of an intermediate phase. *Phil. Mag.* **26**: 855 (1938).
- [127] G. D. Preston. The diffraction of X-ray by an age-hardening aluminium copper alloy. *Proc. Roy. Soc. A* **167**: 526 (1938).
- [128] S. M. de la Puente, B. Verlinden, L. Delaey. Hot workability of an Al-Mg alloy AA5182 with 1 wt.% Cu. *J. Mater. Sci.* **29**: 6167 (1994).
- [129] N. Ranc, D. Wagner. Some aspects of Portevin–Le Chatelier plastic instabilities investigated by infrared pyrometry. *Mater. Sci. Eng. A* **394**: 87 (2005).
- [130] N. Ranc, D. Wagner. Experimental study by pyrometry of Portevin-Le Châtelier plastic instabilities—Type A to type B transition. *Mater. Sci. Eng. A* **474**: 188 (2008).
- [131] P. Ratchev, B. Verlinden, P. van Houtte. Effect of preheat temperature on the orientation relationship of (Mn,Fe)Al₆ precipitates in an AA5182 aluminium-magnesium alloy. *Acta Metall. Mater.* **43** (2): 621 (1995).
- [132] P. Ratchev, B. Verlinden, P. van Houtte, P. de Smet. Hot ductility of an Al-4 wt.%Mg-0.5 wt%Cu alloy. *Mater. Sci. Eng. A* **222**: 189 (1997).
- [133] L. Reimer (Hrsg.). *Energy-filtering transmission electron microscopy*. Springer (1994).
- [134] J. M. Robinson. Serrated flow in aluminium based alloys. *Int. Mater. Rev.* **39** (6): 217 (1994).

-
- [135] J. M. Robinson, M. P. Shaw. Microstructural and mechanical influences on dynamic strain aging phenomena. *Int. Mater. Rev.* **39** (3): 113 (1994).
- [136] F. Savart. Recherches sur les vibrations longitudinales. *Ann. Chim. Phys.* **65**: 337 (1837).
- [137] J. Schlipf. Lüdersbänder als Verformungsinstabilitäten. *Z. Metallk.* **75** (7): 517 (1984).
- [138] A. Seeger. Kristallplastizität. In: S. Flügge (Hrsg.), *Handbuch der Physik*, Bd. VII, Kap. 1, S. 1–210. Springer (1958).
- [139] R. Shabadi, S. Kumar, H. J. Roven, E. S. Dwarakadasa. Characterisation of PLC band parameters using laser speckle technique. *Mater. Sci. Eng. A* **364**: 140 (2004).
- [140] R. Shabadi, S. Kumar, H. J. Roven, E. S. Dwarakadasa. Effect of specimen condition, orientation and alloy composition on PLC band parameters. *Mater. Sci. Eng. A* **382**: 203 (2004).
- [141] A. W. Sleeswyk. Slow strain hardening of ingot iron. *Acta Metall.* **6**: 598 (1958).
- [142] F. Springer. *Quantitative Untersuchungen zur dynamischen Reckalterung an Kupfer-Mangan-Polykristallen*. Dissertation, TU Braunschweig (1994).
- [143] F. Springer, A. Nortmann, Ch. Schwink. A study of basic processes characterizing dynamic strain ageing. *phys. stat. sol. (a)* **170**: 63 (1998).
- [144] F. Springer, Ch. Schwink. Quantitative investigations on dynamic strain ageing in polycrystalline CuMn alloys. *Scr. Met. Mat.* **25**: 2739 (1991).
- [145] F. Springer, Ch. Schwink. On a method to determine directly the waiting time of arrested dislocations and the elementary strain in dynamic strain ageing. *Scr. Met. Mat.* **32** (11): 1771 (1995).
- [146] T. Tabata, H. Fujita, Y. Nakajima. Behaviour of dislocations in Al-Mg single crystals observed by high voltage electron microscopy. *Acta Metall.* **28**: 795 (1980).
- [147] A. T. Thomas. The tensile deformation behaviour of an aluminium-magnesium alloy. *Acta Metall.* **14**: 1363 (1966).
- [148] D. B. Williams, C. B. Carter. *Transmission electron microscopy*, Bd. 1-4. Plenum Press (1996).
- [149] M. Zaiser, P. Hähner. Oscillatory modes of plastic deformation: theoretical concepts. *phys. stat. sol. (b)* **199**: 267 (1997).
-

- [150] ZeBuLoN FEM Software, Version Z8.3.
URL <http://www.mat.enscm.fr>, <http://www.nwnumerics.com>
- [151] S. Zhang, P. G. McCormick, Y. Estrin. The morphology of Portevin-LeChatelier bands: finite element simulation for Al-Mg-Si. *Acta Mater.* **49**: 1087 (2001).
- [152] A. Ziegenbein. *Laserextensometrische Untersuchungen des Portevin-LeChâtelier-Effektes an einer CuAl-Legierung*. Dissertation, TU Braunschweig (2000).
- [153] A. Ziegenbein, P. Hähner, H. Neuhäuser. Propagating Portevin LeChâtelier deformation bands in Cu-15at.%Al polycrystals: experimental and theoretical description. *Mater. Sci. Eng. A* **309-310**: 336 (2001).
- [154] C. Zorn. *Plastische instabile Verformung aufgrund dynamischer Reckalterung und korrelierten Versetzungsgleitens*. Dissertation, TU Braunschweig (2002).

Lebenslauf

Persönliche Daten

Name Hanno Joachim Rudolf Dierke
Geburtsdatum/-ort 11. März 1973, Braunschweig

Schulbildung

1979 – 1983 Grundschule Querum-Nord, Braunschweig
1983 – 1985 Orientierungsstufe Leonhardstr., Braunschweig
1985 – 1992 Wilhelm-Gymnasium, Braunschweig
Mai 1992 Allgemeine Hochschulreife (Abitur)

Wehrdienst

Juli 1992 – Juni 1994 Bundesmarine, Fregatte „Karlsruhe“ (Wilhelmshaven)

Studium

Okt. 1994 – Dez. 2000 Diplomstudiengang „Physik“ an der Technischen Universität Carolo-Wilhelmina zu Braunschweig
1996 Vordiplom
Dez. 2000 Diplom

Beruf

1996–2000 Wissenschaftl. Hilfskraft (Institut für Halbleiterphysik und Optik/Institut für Metallphysik und Nukleare Festkörperphysik)
seit Jan. 2001 Wissenschaftlicher Angestellter am Institut für Metallphysik und Nukleare Festkörperphysik (ab Jan. 2005 Institut für Physik der Kondensierten Materie)

Braunschweig, Februar 2008

