



Dissertation

# Optimierung von bruchmechanischen Kennwerten bei Aluminiumlegierungen für die Luftfahrtindustrie



Ersteller:

# Dipl.-Ing. Josef Berneder

Dissertation zur Erlangung des Akademischen Grades eines

Doktors der montanistischen Wissenschaften

an der Montanuniversität Leoben

Leoben, April 2012

# **Eidesstattliche Erklärung**

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und ohne fremde Hilfe verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und wörtlich sowie inhaltlich entnommene Stellen als solche kenntlich gemacht habe.

Vor- und Nachname

Leoben, April 2012

## Danksagung

Herrn Prof. Dr. Helmut Antrekowitsch, Erstgutachter meiner Dissertation, möchte ich großen Dank aussprechen für die Realisierung dieses Projekts und für die Schaffung der exzellenten Rahmenbedingungen. Seinen umfangreichen Bemühungen in der Konzeption dieser Arbeit verdanke ich das Zustandekommen meiner Dissertation.

Meinem zweiten Gutachter, Herrn Prof. Dr. Peter J. Uggowitzer, möchte ich sehr herzlich für die vielen Hilfestellungen danken. Sein tiefgreifendes Wissen und Verständnis der metallkundlichen Zusammenhänge gaben mir immer wieder neue Sichtweisen bezüglich Interpretation von Versuchsergebnissen und ermöglichten mir dadurch das Verständnis der entdeckten Phänomene.

Herrn Priv.Doz. Dr. Helmut Kaufmann möchte ich herzlich für das Ermöglichen dieser Arbeit und für das mir entgegengebrachte Vertrauen danken. Bereits in der Vorprojektphase wurde ich in meinem Bestreben eine Dissertation zu verfassen immerzu gefördert. Seine Unterstützung und die ermunternden Worte waren ein ungemein wichtiger Bestandteil für das Gelingen dieser Arbeit.

Herrn Dr.-Ing. Carsten Melzer gilt mein Dank, denn er trug durch die vielen gemeinsamen Diskussionen, seinem Fachwissen im Bereich des Flugzeugbaus und seiner immerwährenden Hilfestellung während der gesamten Dauer dieser Arbeit zum Abschluss meiner Dissertation bei.

Dem Leiter des AMAG Prüflabors, Herrn Dr.-Ing. Reinhardt Rachlitz, möchte ich sehr herzlich für die jahrelange gute Zusammenarbeit danken. Die vielen Detaildiskussionen über die Ergebnisse der Untersuchungen lieferten immer wertvolle Forschungsansätze und Hilfestellungen für das Erreichen der gesetzten technischen Ziele. Für die Durchführung der Laboruntersuchungen bin ich Frau Jana Angsüsser, Frau Petra Mersch, Herrn Florian Simetsberger und Herrn Günther Schinwald und dem gesamten Metallographie-Team zu großem Dank verpflichtet. Die professionelle Durchführung der Versuche war die Basis für das Gelingen dieser Arbeit. Herrn Albert Casata möchte ich besonders für die Durchführung der zeitintensiven Untersuchungen am Rasterelektronenmikroskop danken.

i

Für die kompetente Unterstützung möchte ich mich bei Herrn Dr. Holm Böttcher und Dr. Christoph Henkel bedanken, die immer gerne ihr umfassendes Wissen und ihre Erfahrung mit mir geteilt haben und ich dadurch meine Arbeit zielgerichteter durchführen konnte.

Ich diesem Sinne möchte mich bei der AMAG rolling Unternehmensführung für die kontinuierliche Unterstützung dieser Arbeit bedanken. Meinen Kollegen Frau Dipl.-Ing. Ramona Prillhofer, Herrn Dipl.-Ing. Dr. Alfred Hackl und Herrn Dipl.-Ing. Peter Schulz und allen meinen Kollegen aus der AMAG danke ich für das harmonische Arbeitsklima, welches eine Grundlage für die Freude an der Arbeit darstellt.

Diese Dissertation konnte jedoch nicht ohne die Unterstützung meiner Familie erstellt werden. Daher möchte ich meinen Eltern einen besonderen Dank aussprechen. Sie brachten mir während meiner gesamten Dissertationszeit ihre uneingeschränkte Unterstützung entgegen. Die aufmunternden und motivierenden Worte meines Vaters erleichterten ganz wesentlich meinen Entschluss zum Verfassen einer Dissertation.

Für die immerwährende moralische Unterstützung und die Motivation bedanke ich mich bei meiner lieben Freundin Iris Niesenbacher. Deine vielfachen Hilfestellungen zur Bewältigung des Studiums waren für den positiven Abschluss essenziell. Gewidmet meinen Eltern Maria & Thaddäus

#### Kurzfassung

Flugzeuge werden bei jedem Flug zyklisch beansprucht, da die Kabine wiederholt mit Druck beaufschlagt und wieder entlastet wird. Kommerzielle Flieger erfahren während ihrer Lebenszeit bis zu 100.000 solcher Lastzyklen. In vielen Bauteilen ist daher der Widerstand gegen Rissausbreitung unter statischen und dynamischen Belastungen von großer Bedeutung. Wegen der attraktiven Kombination aus hoher Festigkeit und guten schadenstoleranten Eigenschaften ist die Aluminiumlegierung AA2024 der wichtigste Blechwerkstoff für Anwendungen im Flugzeugbau. Allerdings ist dieser Werkstoff für lokalen Korrosionsangriff wie Lochfraß und interkristalline Korrosion (IK) anfällig. Diese ist ein Angriff entlang den Korngrenzen oder in den angrenzenden Bereichen, während die Kornmatrix weitgehend unbeeinflusst bleibt. Die IK-Beständigkeit wird weitgehend durch den Abkühlgradienten bei der Abschreckung auf Raumtemperatur nach der Lösungsglühung und durch die Korngröße und -form bestimmt.

Ziel dieser Arbeit war es, die wesentlichen Prozessparameter in der Fertigung von AA2024-T3 zu identifizieren, welche für gute schadenstolerante Eigenschaften verantwortlich sind. Es erfolgte die Herstellung von Blechen aus AA2024-T3 mit unterschiedlicher Korngröße und -form im industriellen Maßstab. Es zeigte sich dabei ein großer Unterschied in der IK-Beständigkeit und auch im Risswachstumsverhalten zwischen globularen Feinkorn und in Walzrichtung gestrecktem Grobkornmaterial. Die Sekundärausscheidungen, gebildet an den Korngrenzen nach dem Lösungsglühen und Wasserabschrecken, wurden mittels Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) untersucht.

Durch den Einsatz von thermodynamischen Berechnungen konnte die chemische Zusammensetzung innerhalb der AA2024-Legierungstoleranzen hinsichtlich schadenstoleranter Materialeigenschaften optimiert werden. Der Wärmebehandlungszyklus der Walzbarrenhomogenisierung wurde dahingehend verbessert, dass ein maximaler Anteil der lösbaren intermetallischen Ausscheidungen im Mischkristall aufgelöst wird. Die adaptierte chemische Zusammensetzung in Kombination mit der verbesserten Homogenisierung führte zu einem signifikanten Anstieg der Zähigkeit ohne Verschlechterung der statischen mechanischen Eigenschaften.

Weiteres konnte gezeigt werden, dass durch Änderung der Korngröße und -form die Risswachstumsgeschwindigkeit von AA2024-T3-Blechen weiter verringert werden kann. All diese Maßnahmen tragen zu einer erhöhten Betriebssicherheit in der Anwendung von Flugzeugkomponenten, gefertigt aus Aluminiumlegierung AA2024, bei.

iv

#### Abstract

Cyclic loading occurs on a commercial jet airplane with each flight as the interior of the airplane is repeatedly pressurized and depressurized. Airplanes may see up to 100.000 pressurization cycles during their normal service lifetime. In many components therefore the resistance to crack formation under static and dynamic loading conditions is essential. Due to its attractive combination of high strength and damage tolerance material properties aluminum alloy AA2024 is the most important sheet material for aerospace applications. However this alloy is very susceptible to localized corrosion, which includes intergranular corrosion (IGC) and pitting corrosion. IGC is localized attack along the grain boundaries or adjacent to grain boundaries while the bulk of the grains remains largely unaffected. The resistance to IGC is mainly determined by the cooling rate to room temperature after solution heat treatment and by the grain size and grain shape.

The aim of this work was to identify and improve those process parameters in the production chain of AA2024 T3 which are mainly responsible for good damage tolerance material properties. AA2024 sheet material in T3 temper with variations in grain size and grain shape was produced on industrial practice. A significant difference between globular fine grain and in-rolling-direction-elongated coarse grain material was investigated with respect to intergranular corrosion resistance (IGCR) as well as fatigue crack propagation behaviour. The secondary precipitates present at the grain boundaries after solution heat treatment and water quenching are investigated by means of transmission electron microscopy (TEM).

By using thermodynamic calculations the chemical composition of the alloy was optimized within the tolerance limits of AA2024 with regard to damage tolerance material properties. The heat treatment cycle of the rolling ingot homogenizing was adjusted to maximize the dissolution of the soluble Intermetallic precipitates. The adjusted chemical composition combined with the improved homogenizing has lead to a significant improvement of the toughness without impairing static mechanical properties.

Further it was shown that through modification of the grain size and shape the fatigue crack propagation rate of AA2024 in delivery temper T3 can be further reduced. All these measures contribute to the reliability during utilization of aircraft components made of alloy AA2024.

v

# Inhaltsverzeichnis

1	EINI	EITUNG UND ZIELSETZUNG	1
2	LEG	IERUNGSAUFBAU	3
	21	PRIMÄRAUSCHFIDUNGEN	3
	2.1		5
	2.3	AUSSCHEIDUNGEN ZUR STEIGERUNG DER FESTIGKEIT	
3	WÄI	RMEBEHANDLUNG VON AA2024	10
Ű			
	3.1	AUSHÄRTUNGSMECHANISMEN	
	3.2	LÖSUNGSGLÜHEN UND ABSCHRECKUNG AUF RAUMTEMPERATUR	
	3.2.1	Bildung ausscheidungsfreier Säume	13
	3.2.2	Abschreckempfindlichkeit	16
	3.2.3	Bildung und Bedeutung der Korngrenzenausscheidungen	18
	3.2.4	Einfluss einer Kaltverformung auf das Aushärtungsverhalten	24
4	KOR	ROSIONSVERHALTEN	
	4.1	INTERKRISTALLINE KORROSION (IK)	
	4.2	SPANNUNGSRISSKORROSION (SPRK)	
	4.3	EINFLUSS DER GEFÜGESTRUKTUR	
	4.3.1	Korrosionsbeständigkeit	
	4.3.2	Rissfortschrittsverhalten	32
5	МЕТ	HODEN DER WERKSTOFFCHARAKTERISIERUNG	
	5.1	INTERKRISTALLINE KORROSION	
	5.2	NASSCHEMISCHE ANALYSE	
	5.3	THERMODYNAMISCHE BERECHNUNGEN	
	5.4	METALLOGRAPHIE	
	5.5	TRANSMISSIONSELEKTRONENMIKROSKOPIE	
	5.5.1	Energiedispersive Röntgenspektroskopie	
	5.5.2	High Resolution Transmission Electron Microscopy (HRTEM)	
	5.6	RASTERELEKTRONENMIKROSKOPIE	
	5.7	Bruchzähigkeit	
	5.8	RISSWACHSTUM	
6	СНЕ	MISCHE ZUSAMMENSETZUNG ALS FUNKTION DER FERTIGUNGSSCHRITTE	
-	6.1	VEDTELLUNC DED I ECIEDINCCEI EMENTE IM HOMOCENICIEDTEN WAI 70ADDEN	
	611	Kunferverteiluna	
	617	Napjer ver tellung	тэ лл
	612	Manganyerteilung	44
	0.1.3	manyanver tenany	43

	6.2	VERTEILUNG DER LEGIERUNGSELEMENTE ÜBER DIE PLATTENDICKE	46
	6.3	VERTEILUNG DER LEGIERUNGSELEMENTE ÜBER DIE BLECHDICKE	47
	6.4	DISKUSSION	48
7	THE	RMODYNAMISCHE BERECHNUNGEN	50
8	ном	10GENISIERUNG	55
:	8.1	CHARAKTERISIERUNG DES GEFÜGES	55
	8.1.1	Gusszustand	55
	8.1.2	Nach der Homogenisierung	56
:	8.2	LABORHOMOGENISIERUNGSVERSUCHE	57
	8.2.1	Versuchsdurchführung und Auswertung	58
	8.2.2	Diskussion	64
9	EIN	FLUSS DER KORNGRÖßE UND -FORM AUF DIE MATERIAL-EIGENSCHAFTEN	69
	9.1	VERSUCHSDURCHFÜHRUNG	69
	9.2	Korngrößenverteilung	70
	9.2.1	Kornlänge, -breite und -dicke	71
	9.2.2	Diskussion der Korngrößenverteilung	75
	9.3	INTERKRISTALLINE KORROSION	75
	9.3.1	TEM-Charakterisierung	76
	9.3.2	Seigerung innerhalb des Korns	79
	9.3.3	Korngrenzenausscheidungen vor und nach dem Lösungsglühen	82
	(A) FEIN	ikörniges Muster, (b) grobkörniges Muster	83
	9.3.4	Diskussion der interkristallinen Korrosion	84
	9.4	RISSWACHSTUMSVERHALTEN	
	9.4.1	Risswachstumskurven	88
	9.4.2	Bruchverlauf der Risswachstumsprobe	89
	9.4.3	Diskussion des Risswachstumsverhalten	90
	9.5	BRUCHZÄHIGKEIT UND MECHANISCHE KENNWERTE	91
10	ZUS	AMMENFASSUNG UND AUSBLICK	
11	LITI	ERATURVERZEICHNIS	97
12	TAB	ELLENVERZEICHNIS	106
13	ABB	ILDUNGSVERZEICHNIS	108
14	ANH	IANG	113
	14.1	EISENVERTEILUNG AM HOMOGENISIERTEN WALZBARREN	
	14.2	SILIZIUMVERTEILUNG AM HOMOGENISIERTEN WALZBARREN	
	14.3	ZINKVERTEILUNG AM HOMOGENISIERTEN WALZBARREN	
	14.4	Homogenisierung 470 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser	117

14.5	Homogenisierung 480 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser	119
14.6	Homogenisierung 490 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser	121
14.7	CHARAKTERISIERUNG OPTICAST PROBE	123
14.8	ZUSAMMENFASSUNG LABORHOMOGENISIERUNG	125

## **1** Einleitung und Zielsetzung

Die Entwicklungen im Flugzeugbau sind durch das Streben nach höchster Betriebssicherheit und Wirtschaftlichkeit gekennzeichnet. Das Design von kommerziellen Fliegern erfordert von den eingesetzten Werkstoffen unterschiedliche Eigenschaftsprofile bei den mannigfaltigen Anwendungen in der Flugzeugstruktur. Hierbei bestehen besondere Anforderungen hinsichtlich der schadenstoleranten Eigenschaften der verwendeten Leichtbaukonstruktionen.

Von einem derartigen Aufbau wird gefordert, dass er fehlerbehaftet die zu erwartenden Belastungen so lange erträgt, bis die Fehler durch eine geplante Inspektion oder einen nichtsicherheitsgefährlichen Funktionsausfall entdeckt und repariert werden können. Bei diesem Prinzip geht man von der realistischen Annahme aus, dass jede Struktur fehlerbehaftet ist. Fehler werden dabei bewusst toleriert, solange diese eine festgelegte Größe nicht überschreiten. Die erlaubte Fehlergröße ist von den verwendeten Werkstoffen, den Bauweisen und den Belastungen abhängig. Die Verbesserung der Schadenstoleranz kann im Flugzeugbau auf mehrere Arten erfolgen. Dazu zählen die Erhöhung der Außenhautdicke, deren Anpassung an die örtlichen Belastungsanforderungen und die Verwendung zusätzlicher lokaler Versteifungen. Diese Methoden führen jedoch zu einer Gewichtserhöhung des Flugzeugrumpfes. Eine weitere Möglichkeit besteht darin, Werkstoffe mit verbesserten schadenstoleranten Eigenschaften zu verwenden.<sup>[1]</sup>

In vielen Bauteilen ist der Widerstand gegen Rissausbreitung unter statischen und dynamischen Belastungen von großer Bedeutung. Kommerzielle Flieger werden bei jedem Flug zyklisch beansprucht, da es aufgrund der großen Temperaturunterschiede zwischen Reiseflughöhe und Erdoberfläche zu starken thermischen Ausdehnungen und Kontraktionen in der Struktur des Flugzeuges kommt und die Kabine aufgrund der großen Druckunterschiede wiederholt mit Druck beaufschlagt und wieder entlastet wird. Verkehrsflugzeuge erfahren während ihrer Lebenszeit bis zu 100.000 solcher Lastzyklen. Ein erhöhter Widerstand des Strukturwerkstoffes gegen Rissausbreitung während dieser zyklischen Belastungen erlaubt neben Gewichtseinsparungen auch eine längere Lebenszeit, längere Inspektionsintervalle und bedeutet eine erhöhte Sicherheit für Passagiere und Flugzeugbesatzung.<sup>[1]</sup>

Seit 1930 wurden nahezu alle modernen Flugzeuge aus Aluminiumlegierungen, vorwiegend auf Basis von Al-Cu-Mg (2xxx) und Al-Zn-Mg-Cu (7xxx), gefertigt. Aluminiumwerkstoffe der Reihe 2xxx, hier insbesondere Variationen auf Basis von AA2024, finden wegen ihrer hohen Festigkeit und der guten schadenstoleranten Eigenschaften breite Anwendung in der Struktur und der Beplankung des Rumpfes sowie im Aufbau der Flügel. Wie andere hochfeste Legierungen, ist auch AA2024 anfällig für

lokalen Korrosionsangriff. Lochfraß und interkristalline Korrosion (IK) können Ausgangspunkte für Rissinitiierung und Rissausbreitung unter Last sein.

Das Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Entwicklung einer Fertigungsroute im Walzwerk der AMAG rolling GmbH, zur Herstellung eines verkaufsfähigen AA2024-Blechprodukts im Lieferzustand T3, mit erhöhten schadenstoleranten Eigenschaften bei gleichbleibenden bzw. erhöhten Festigkeitswerten und verbesserter Beständigkeit gegen interkristallinen Korrosionsangriff. Im Detail können die wissenschaftlichen Herausforderungen dabei wie folgt definiert werden:

- Bewertung des Einflusses der chemischen Zusammensetzung variiert innerhalb des AA2024-Toleranzfensters – auf die Werkstoffeigenschaften:
  - Messung der Makroseigerung der Hauptlegierungselemente und Darstellung der Veränderung dieser im Verlauf der gesamten Prozesskette
  - Definition einer optimierten chemischen Zusammensetzung mit Hilfe thermodynamischer Berechnungen
- Optimierung der Homogenisierung im Anschluss an den Abguss der Walzbarren hinsichtlich dynamischer und statischer Eigenschaften am Endprodukt
- Bewertung des Einflusses der Korngröße und -form auf die IK-Beständigkeit

# 2 Legierungsaufbau

Der mikrostrukturelle Gefügeaufbau von AA2024 ist durch das Vorhandensein von Ausscheidungen gekennzeichnet, die dadurch gebildet werden, dass der Legierungsgehalt die Löslichkeitsgrenze überschreitet und der Legierungselementüberschuss als intermetallische Phase ausgeschieden wird. Die dabei entstehenden Phasen können in drei Hauptgruppen unterteilt werden: Primärauscheidungen, Dispersoide und feine Ausscheidungen zur Steigerung der Festigkeit.<sup>[2]</sup>

#### 2.1 Primärauscheidungen

Alle kommerziellen Legierungen der 2xxx- und 7xxx-Serien enthalten signifikante Mengen der Verunreinigungselemente Eisen und Silizium. Diese Elemente liegen in der Schmelze gelöst vor, kombinieren aber während der Erstarrung mit anderen Bestandteilen und scheiden sich als grobe Primärausscheidungen, mit einer Größe von bis zu maximal 30 µm, aus. Diese Verbindungen werden im Laufe der Weiterverarbeitung zerbrochen, können aber nicht mehr in Lösung gebracht werden<sup>[3]</sup>. Die Größe und Verteilung der unlöslichen Ausscheidungen wird durch die Abkühlgeschwindigkeit während der Erstarrung des Barrens, der chemischen Zusammensetzung und dem Ausmaß an Verformung kontrolliert. Je höher die Abkühlgeschwindigkeit, je geringer der Gehalt an Eisen und/oder Silizium und je höher die Verformung des Barrens, desto geringer ist die Größe dieser Ausscheidungen.<sup>[3,4]</sup>

Zusätzlich zu diesen unlöslichen Partikeln enthalten die meisten hochfesten Aluminiumlegierungen intermetallische Phasenbestandteil, welche zumindest zum Teil löslich sind. Diese intermetallischen Verbindungen bestehen aus dem jeweiligen Hauptlegierungselement Zink, Magnesium oder Kupfer kombiniert mit Aluminium, wie beispielsweise Mg<sub>2</sub>Si, Al<sub>2</sub>Cu und Al<sub>2</sub>CuMg. In der Legierung AA2024 liegt dabei Al<sub>2</sub>Cu (θ-Phase) in einem geringeren Ausmaß vor als Al<sub>2</sub>CuMg (S-Phase). In bestimmten Legierungen können diese intermetallischen Ausscheidungen bei der Weiterverarbeitung oder Wärmebehandlung nicht gänzlich in Lösung gebracht werden, weil es zu eutektischen Anschmelzungen kommt, noch bevor eine vollständige Auflösung erfolgt.<sup>[3, 4, 5]</sup>

Primärauscheidungen sind allgemein als schädlich für die Bruchzähigkeit anzusehen, da sie unter Beanspruchung brechen und dadurch einen bevorzugten Weg für das Risswachstum darstellen. Zahlreiche Untersuchungen<sup>[6-8]</sup> haben gezeigt, dass ein Verkleinern des Eisen- und Siliziumgehalts zu einer Verringerung der Menge an unlöslichen Ausscheidungen führt (Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe, FeAl<sub>6</sub> und Mg<sub>2</sub>Si) und dadurch die Bruchzähigkeit verbessert wird. Die Auswirkungen eines abgesenkten Eisen- und Siliziumwertes auf die Zähigkeit werden in Abbildung 1 dargestellt.<sup>[3]</sup>

	Cu [%]	Mg [%]	Mn [%]	Fe [%]	Si [%]	Cr [%]	Zn [%]
normaler Reinheitsgrad	4,2	1,4	0,6	0,34	0,14	0,03	0,07
Sonderreinheit	4,2	1,4	0,6	0,00	0,00	0,00	0,00



**Abbildung 1:** Einfluss des Verunreinigungsgehalts auf die Bruchzähigkeit bei Blechen der Aluminiumlegierung 2024<sup>[3]</sup>

Durch Beeinflussung von Größe, Verteilung und Gehalt der partiell löslichen intermetallischen Phasenanteile kann eine thermomechanische Behandlung vor dem Lösungsglühen ebenso zu einer Verbesserung der Zähigkeit führen. Beispielsweise wird bei Blechen durch thermomechanische Behandlung die Größe der Al<sub>2</sub>CuMg-Teilchen von ca. 10 – 20  $\mu$ m auf ca. 5 – 10  $\mu$ m verringert und dadurch bei der hochreinen Legierung 2124 eine Verbesserung der Kerbzugfestigkeit erzielt (siehe Abbildung 2).<sup>[3]</sup>



**Abbildung 2:** Einfluss der Al<sub>2</sub>CuMg-Partikelgröße auf die Zähigkeit bei Blechen der Aluminiumlegierung 2024<sup>[3]</sup>

#### 2.2 Dispersoide Teilchen

Eine zweite Kategorie von Teilchen wird als Dispersoide bezeichnet und entsteht durch Festkörperphasenumwandlung während der Homogenisierung. Chrom oder Mangan wird allen kommerziell etablierten Legierungen der 2xxx- und 7xxx-Serien zugegeben, um entweder die Rekristallisation bei der Warmverformung zu unterdrücken oder die Kornvergröberung bei kaltgewalzten Erzeugnissen beim Lösungsglühen zu verhindern. Die zugegebenen Mengen (bis zu 0,3 % Chrom und 0,8 % Mangan) werden bei der Erstarrung in übersättigter Lösung gehalten und scheiden sich bei der anschließenden Wärmebehandlung des Walzbarrens als Al<sub>12</sub>Mg<sub>2</sub>Cr- oder Al<sub>20</sub>Mn<sub>3</sub>Cu<sub>2</sub>-Dispersoide, mit einer maximalen Größe von 0,02 – 0,5 µm, aus. Einmal gebildet, können diese Hochtemperaturausscheidungen nicht mehr vollständig in Lösung gebracht werden, jedoch ist es möglich, deren Volumenanteil, Größe und Verteilung durch thermomechanische Behandlung zu modifizieren.<sup>[3, 4, 5]</sup>

Das Vorhandensein von in Längsrichtung gestreckten Dispersoiden ist in der Legierung AA2024 durch zahlreiche Autoren<sup>[9-15]</sup> dokumentiert und diese konnten als Phasen mit der stöchiometrischen Zusammensetzung Al<sub>20</sub>Mn<sub>3</sub>Cu<sub>2</sub> identifiziert werden.



Abbildung 3: TEM-Aufnahme von stäbchenförmige  $AI_{20}Mn_3Cu_2$ -Dispersoiden; (a) AA2024-T8<sup>[11]</sup>, (b) AA2024-T3<sup>[12]</sup>

Obwohl die Dispersoide vorwiegend gleichmäßig im Gefüge verteilt sind, konnten dennoch dispersoid-freie Zonen um grobe intermetallische Ausscheidungen herum dokumentiert werden<sup>[16]</sup>.



Abbildung 4: Grobes  $AI_7Cu_2Fe$ -Partikel umgeben von einer  $AI_{20}Mn_3Cu_2$ -dispersoid-freien Zone<sup>[16]</sup>

Quantitative Metallographie der Bruchflächen von Kerbzugfestigkeitsproben, aus verschiedenen Losen von kommerziellen und hochreinen Blechen der Legierung 7075, haben den Einfluss der dispersoiden Teilchendichte auf die Zähigkeit aufgezeigt (siehe Abbildung 5)<sup>[3]</sup>.



**Abbildung 5:** Risswachstumsenergie bei Blechen der Aluminiumlegierung 7075aufgetragen gegen die dispersoide Teilchendichte<sup>[3]</sup>

Versuche an experimentellen 7xxx-Legierungen haben gezeigt, dass die Energie, welche notwendig ist, um einen Riss zu verlängern, linear mit dem Chrom-Gehalt abnimmt (siehe Abbildung 6)<sup>[3]</sup>.



Abbildung 6: Einfluss des Chrom-Gehaltes auf Dehngrenze und Risswachstumsenergie<sup>[3]</sup>

#### 2.3 Ausscheidungen zur Steigerung der Festigkeit

Ein weiterer mikrostruktureller Bestandteil bildet sich in den aushärtbaren Legierungen nach dem Lösungsglühen, entweder unabsichtlich durch Vorabkühlung vor dem Abschrecken auf Raumtemperatur (RT) oder in kontrollierter Art und Weise, durch eine nachfolgende Warmauslagerung. Die Größe dieser Bestandteile reicht von  $10^{-3}$  µm für Gunier-Preston-Zonen (GP-Zonen), gebildet bei RT, bis hin zu 1 µm für grobe Ausscheidungen an den Korngrenzen, entstanden durch langsame Abschreckung oder Überalterung.<sup>[3-5, 17]</sup>

Die am häufigsten gefundenen Ausscheidungen bei der Legierung AA2024 sind Al<sub>2</sub>CuMg (S-Phase) und Al<sub>2</sub>Cu ( $\theta$ -Phase), wenngleich feinste Ausscheidungen (S`-Ausscheidungen) einen weitaus größeren Einfluss auf die mechanischen Kennwerte haben.

Die Ausscheidungssequenz kann bei Legierung AA2024 wie folgt angegeben werden:

SSSS 
$$\rightarrow$$
 GP-Zonen  $\rightarrow$  S`  $\rightarrow$  S (Al<sub>2</sub>CuMg)

GP-Zonen werden aus Clustern, bestehend aus Kupfer- und Magnesium-Atomen, gebildet und sind mit der Aluminium-Matrix vollständig kohärent. S´ ist eine teilkohärente Zwischenphase und bildet sich typischerweise an Versetzungen, kann aber auch homogen im Korninneren ausgeschieden werden. Da sich die S`-Ausscheidungen an Versetzungen bilden, ist es möglich, durch Kaltverformung nach der Lösungsglühung die Anzahl und Dichte der S´-Phasen zu vergrößern und dadurch die Festigkeit gegenüber einem nicht kaltumgeformten T4-Zustand zu erhöhen.<sup>[3, 9, 18]</sup>

Ein Großteil des Festigkeitszuwachses durch Kaltauslagerung bei RT findet innerhalb der ersten 24 h nach der Lösungsglühung statt, wobei nach vier Tagen üblicherweise kein weiterer Anstieg mehr beobachtet wird. Obwohl in den kaltausgelagerten Zuständen T3 und T4 die maximale Festigkeit nicht erreicht werden kann, liegt in diesen Zuständen eine gute Kombination aus Festigkeit, Zähigkeit, Bruchzähigkeit und Widerstand gegen Rissausbreitung vor. Die gute Zähigkeit bei den Kaltauslagerungen T3 und T4, im Vergleich zur Warmauslagerung, ist auf die Abwesenheit von groben Korngrenzenausscheidungen und den damit verbundenen ausscheidungsfreien Säumen zurückzuführen.<sup>[3, 9, 17-19, 28]</sup>

Maximale Festigkeit erreicht man bei AA2024 üblicherweise durch eine Warmauslagerung bei 190 °C / 12 h<sup>[20]</sup>. Dabei kommt es, abhängig von der chemischen Zusammensetzung, zur Ausscheidung der Zwischenphasen  $\theta$ ` und S´. Während der Warmauslagerung steigt die Dehngrenze normalerweise stärker an als die Zugfestigkeit. Zähigkeit und Bruchzähigkeit nehmen jedoch überproportional mit steigender Festigkeit ab, sodass das Verhältnis von Festigkeit zu Zähigkeit

weniger attraktiv ist, als bei den kaltausgelagerten Zuständen<sup>[3, 17, 18]</sup>. Überaltern, über den Punkt der maximalen Festigkeit, kann entweder zu einer deutlichen Wiederherstellung der Zähigkeit oder aber auch nur zu einer kleinen bzw. keiner Erholung der Zähigkeit führen. Im Allgemeinen zeigen 2xxxund 7xxx-Legierungen das in Abbildung 7a angedeutete Verhalten, während Al-Li-Legierungen mit hohen Li-Gehalten die Charakteristik aus Abbildung 7b aufweisen.<sup>[21, 22]</sup>



Abbildung 7: Schematische Darstellung der Zähigkeit in Abhängigkeit von der Dehngrenze für Legierungen mit (a) wenig ausgeprägter Veränderung der Zähigkeit von UA → PA → OA und (b) für Legierungen mit ausgeprägter Änderung der Zähigkeit in Abhängigkeit des Wärmebehandlungszustandes; Nomenklatur: UA – Unteraltert; PA – maximale Festigkeit; OA – Überaltert<sup>[21]</sup>

# 3 Wärmebehandlung von AA2024

#### 3.1 Aushärtungsmechanismen

Die Steigerung der Festigkeit von aushärtbaren Legierungen wird durch Wechselwirkung der Versetzungen mit den Ausscheidungen bzw. mit den Zwischenphasen, gebildet durch Auslagerung unterhalb der kritischen Temperatur, verursacht. Aufgrund des Wachstums dieser Phasen bauen sich Kohärenzspannungen auf. Diese werden frei, wenn das Partikel inkohärent mit der Matrix wird, beispielsweise durch den Übergang von den Zwischenphasen zur Gleichgewichtsphase. Dieser Vorgang geht mit einem Wechsel in der Versetzungs-Partikel-Wechselwirkung einher, von einem Schneiden, zu einem Umgehen der Partikel durch die Versetzungen (siehe Abbildung 8)<sup>[17]</sup>.



**Abbildung 8:** Schematische Darstellung der Schubspannung als Funktion des Partikelradius; ab dem kritischen Radius (r<sub>c</sub>) werden die Partikel von den Versetzungen umgangen statt geschnitten<sup>[17]</sup>

Die festigkeitsbestimmenden Phasen können kohärent, teilkohärent oder inkohärent zur Aluminiummatrix sein. Abhängig von der Größe, dem Abstand zueinander und dem Grad an Kohärenz mit der Matrix werden die Partikel während der plastischen Verformung entweder von den Versetzungen geschnitten oder umgangen (siehe Abbildung 8). Die Festigkeit steigt, als Funktion der Zeit, während des Warmauslagerns durch Bildung von Ausscheidungen im Korninneren, an. Wenn die gebildeten Ausscheidungen klein und gleichmäßig in der Matrix verteilt sind, behindern sie die Bewegung der Versetzungen und steigern dadurch die Festigkeit. Überaltern, durch längere Warmauslagerungszeiten, führt zur Vergröberung dieser Teilchen und ihr Abstand zueinander vergrößert sich. Dies bewirkt, dass die Versetzungen von den Ausscheidungen nicht mehr geschnitten, sondern umgangen werden und dadurch kommt es zu einem Festigkeitsabfall. Der jeweilige Verformungsmechanismus bestimmt die Verteilung der Spannungen und kann die Brucheigenschaften sowohl unter statischer als auch dynamischer Belastung beeinflussen. [4, 9, 17, 19, 23-25]

Wenn Partikel durch sich bewegende Versetzungen geschnitten werden, wird der mit der Ausscheidung verbundene Festigkeitsmechanismus sukzessive reduziert. Dies resultiert in einer allmählichen Abnahme des Widerstandes gegen weitere Bewegung der Versetzungen, Bildung von lokal konzentrierten Gleitbändern und der Zerstörung der festigkeitsbestimmenden Phasen. Solche lokal konzentrierten Gleitbänder können zur frühzeitigen Initiierung von Rissen, sowohl unter statischer als auch dynamischer Belastung, führen. Andererseits ist eine Spannungskonzentration, verbunden mit schneidbaren Partikeln, die Ursache für eine Verringerung der Risswachstumsgeschwindigkeit, da das Brechen von Gleitbändern die Zickzack-Rissausbreitung und das Verzweigen des Risses fördert. Dies hat eine Verlängerung des Risspfades zur Folge und bedingt einen Abfall der effektiven Spannungsintensität an der Rissspitze. Inkohärente Partikel, die von den Versetzungen umgangen werden, neigen dazu, die Verformung zu homogenisieren und dadurch die Zähigkeit und Spannungsrisskorrosionsbeständigkeit zu erhöhen, während üblicherweise Bruchzähigkeit und Risswachstumsbeständigkeit verringert werden<sup>[9, 17, 21, 25, 26, 29]</sup>.

Die Festigkeit aushärtbarer Legierungen kann durch Maximierung der Elemente, die am Aushärtungsprozess teilhaben und bei Lösungsglühtemperatur in Lösung gehen, gesteigert werden. Die Löslichkeitsgrenzen sollten dabei nicht deutlich überschritten werden, da der Legierungselementüberschuss grobe Ausscheidungen begünstigt. Diese leisten keinen wesentlichen Beitrag zur Festigkeit, beeinflussen die Bruchzähigkeit jedoch negativ.<sup>[27, 28]</sup>

Die meisten der handelsüblichen Legierungen enthalten zwei oder mehrere Beimengungen löslicher Elemente. Die Zugabe eines zweiten Elementes zu einem binären System setzt die Löslichkeit des ersten, falls es zur Ausbildung einer intermetallischen Phase kommt, herab. Weiteres erhöht das zweite Legierungselement die Triebkraft für die Keimbildung und/oder senkt die Aktivierungsenergie für die Keimbildung.<sup>[28]</sup>

#### 3.2 Lösungsglühen und Abschreckung auf Raumtemperatur

Ein normaler Wärmebehandlungszyklus besteht aus einer Lösungsglühung, bei Temperaturen knapp unterhalb der Solidustemperatur, gefolgt von einer raschen Abschreckung auf Raumtemperatur (RT), um einen sowohl an Legierungselementen als auch an Leerstellen übersättigten Mischkristall zu erhalten. Während der Kaltauslagerung bei RT bilden sich Cluster von zwangsgelösten Legierungselementen, welche mit der Matrix kohärente Vorausscheidungen bilden und als GP-Zonen bezeichnet werden. Die Art und die Geschwindigkeit der Ausscheidung aus dem übersättigten Mischkristall ist davon abhängig, ob die Auslagerungstemperatur unter oder oberhalb einer kritischen Temperatur liegt, definiert durch eine metastabile Löslichkeitslinie im Phasendiagramm (siehe schematische Darstellung in Abbildung 9).<sup>[17]</sup>



Zusammensetzung  $\rightarrow$ 

**Abbildung 9:** GP-Zonen und  $\beta$ -Löslichkeitslinie, dargestellt in einem Phasendiagramm des hypothetischen Legierungssystems A-B; für die Zusammensetzung (a) gibt  $\Delta T_1$  den Temperaturbereich für die Lösungsglühung an und  $\Delta T_2$  den Temperaturbereich für die Ausscheidungshärtung<sup>[17]</sup>

Der an Legierungselementen übersättigte Mischkristall ist, unterhalb dieser kritischen Temperatur, metastabil hinsichtlich der GP-Zonen. Oberhalb dieser Temperatur werden keine GP-Zonen gebildet. Diese kritische Temperatur kann durch Zunahme der Leerstellenkonzentrationen zu höheren Temperaturen verschoben werden (siehe Abbildung 10).<sup>[17]</sup>



Abbildung 10: Kritische Temperatur als Funktion der Mischkristallkonzentration für Leerstellenkonzentrationen bei thermodynamischen Gleichgewicht und mit einem

Leerstellenüberschuss<sup>[17]</sup>

Es wird vermutet, dass Leerstellen die Bildung von Clustern während der Abschreckung beschleunigen und/oder als Keimstellen zur Bildung intermetallischen Phasen dienen. Die Gleichgewichtskonzentration an Leerstellen steigt exponenziell mit der Temperatur an. Daher ist diese bei Lösungsglühtemperatur sehr hoch und bei Auslagerungstemperatur deutlich geringer. Wird die Legierung rasch abgeschreckt, bleibt keine Zeit um eine, dem aktuellen Temperaturniveau entsprechende, Gleichgewichtskonzentration einzustellen. Die hohe Leerstellenkonzentration wird dadurch eingefroren.<sup>[4, 9,, 17, 24, 38]</sup>

Weiteres beschleunigen Leerstellen die Diffusionsrate der Atome bei Auslagerungstemperatur, wodurch Keimbildung und Wachstum begünstigt werden. Erst durch das Vorhandensein der Leerstellen kann die rasche Bildung der GP-Zonen bei den geringen Auslagerungstemperaturen erklärt werden.<sup>[14]</sup>

#### 3.2.1 Bildung ausscheidungsfreier Säume

Wird die Abschreckgeschwindigkeit von Lösungsglühtemperatur verringert, geht eine größere Anzahl an Leerstellen während des Abschreckens verloren, wodurch die Bildung der GP-Zonen verlangsamt wird. Da Leerstellen ein hohes Diffusionsvermögen haben, ist es schwierig, in der Nähe von

Korngrenzen keine Leerstellen zu verlieren. Abbildung 11 zeigt das Leerstellenkonzentrationsprofil, welches durch die Leerstellendiffusion zu den Korngrenzen während des Abschreckens entstehen sollte. Nahe der Korngrenze entspricht die Leerstellenkonzentration dem Gleichgewichtswert für die Auslagerungstemperatur. In weiterer Entfernung zur Korngrenze stimmt die Konzentration an Leerstellen mit jener bei Lösungsglühtemperatur überein. Bei Auslagerung dieser Legierung entsteht, wie in Abbildung 11b dargestellt, ein ausscheidungsfreier Saum (AFS). Der Anteil an gelösten Legierungselementen in der ausscheidungsfreien Zone ist weitgehend unverändert, aber es ist zu keiner Keimbildung gekommen. Der Grund hierfür ist, dass eine kritische Leerstellenkonzentration überschritten werden muss, um Keimbildung zu ermöglichen. Die Breite des ausscheidungsfreien Saumes wird durch das Leerstellenkonzentrationsprofil festgelegt, dargestellt in Abbildung 11c. Bei niedrigen Temperaturen ist die Triebkraft für die Bildung von Ausscheidungen hoch und die kritische Leerstellenkonzentration ist geringer, wodurch schmälere ausscheidungsfreie Zonen gebildet werden. Hohe Abschreckraten führen, durch Verringerung der Breite des Leerstellenkonzentrationsprofils, ebenso zu schmalen ausscheidungsfreien Säumen. Ähnliche ausscheidungsfreie Bereiche werden an Einschlüssen und Versetzungen gebildet.<sup>[38]</sup>



**Abbildung 11:** Ausscheidungsfreier Saum bedingt durch Leerstellendiffusion an eine Korngrenze während des Abschreckens<sup>[38]</sup>

Eine weitere Ursache für AFS kann das Wachstum von Korngrenzenausscheidungen während des Abkühlens von der Lösungsglühtemperatur sein. Dadurch kommt es zu einer Verarmung der umgebenden Bereiche an Legierungselementen und verarmte AFS entstehen.<sup>[17, 38, 73]</sup>

Beide Arten von AFS können durch niedrige Warmauslagerungstemperaturen minimiert werden. Einerseits wird dadurch die Übersättigung an Legierungselementen und damit die Triebkraft für homogene Auflösung erhöht, andererseits kommt es zu einer Verringerung der Diffusionsgeschwindigkeit, wiederum die Keimbildung und das Wachstum der was Gleichgewichtsphase erschwert. Infolgedessen wird bei aushärtbaren Legierungen oftmals eine zweistufige Warmauslagerung angewendet. Die erste Warmauslagerungsstufe bei geringerer Temperatur erhöht die Ausscheidungsdichte und minimiert dadurch die Bildung von AFS. Die zweite Stufe, bei erhöhter Temperatur, beschleunigt das Wachstum der ausgeschiedenen Phase und deren Umwandlung in eine Übergangsphase. Dadurch kann das erwünschte Festigkeitsniveau bei minimalen Warmauslagerungszeiten erreicht werden.<sup>[11]</sup>

Ausscheidungsfreie Zonen haben eine schädliche Wirkung auf die Eigenschaften von Aluminiumlegierungen, weil diese keine Ausscheidungen aufweisen und aufgrunddessen weicher sind als die umgebende Matrix. Dadurch kommt es unter Last zu Spannungsspitzen. Dies führt, sowohl unter statischer als auch dynamischer Beanspruchung, zu vorzeitigem Werkstoffversagen. Die AFS-verursachenden Korngrenzenausscheidungen sind dabei ebenfalls von entscheidender Bedeutung (siehe Abbildung 12).<sup>[17, 38]</sup>



Abbildung 12: TEM-Aufnahme der Legierung 7475 im Zustand T761; Sekundärphasen an den Korngrenzen und im Korninneren; relativ dichte Korngrenzenbelegung; schmale ausscheidungsfreie Zone<sup>[39]</sup>

Niedrige Warmauslagerungstemperaturen und/oder Kaltverformung vor der Warmauslagerung führen zu einer Minimierung der Korngrenzenausscheidungen und damit zu einer Verringerung der ausscheidungsfreien Zone. Versetzungen, die durch Kaltverformung eingebracht werden, dienen als Keimstellen für Ausscheidungen, in Konkurrenz zu den Korngrenzenausscheidungen.<sup>[11]</sup>

Die Kombination von spröden, groben Korngrenzenausscheidungen und weichen ausscheidungsfreien Bereichen kann die Neigung des Werkstoffs zu interkristallinem Bruch erhöhen und damit zu einer Verringerung der Bruchzähigkeit führen<sup>[9, 15]</sup>.

#### 3.2.2 Abschreckempfindlichkeit

Die Auswirkung der Temperatur auf die Kinetik der isothermen Ausscheidung hängt grundsätzlich vom Grad der Übersättigung und dem Diffusionskoeffizienten ab. Beiden Faktoren verhalten sich gegensätzlich (dargestellt in Abbildung 13) für eine Legierung der Zusammensetzung C<sub>1</sub> in einem System mit C<sub>s</sub> als Solvuskurve. Der Übersättigungsgrad nach dem Lösungsglühen (C<sub>1</sub> – C<sub>s</sub>) ist durch die Kurve S und der entsprechende Diffusionskoeffizient als Kurve D dargestellt. Ist S oder D niedrig, liegt auch eine geringe Ausscheidungsrate - dargestellt durch Kurve P - vor. Bei mittleren Temperaturen sind beide Faktoren begünstigt und es tritt eine hohe Ausscheidungsrate auf.<sup>[15]</sup>



Abbildung 13: Schematische Darstellung des Temperatureinflusses auf die Faktoren (S, D und P), welche die Ausscheidungsrate bestimmen<sup>[15]</sup>

Spurenelemente kommen in Aluminiumlegierungen häufig vor. Sie treten entweder als Verunreinigungen oder als gezielt eingebrachte Legierungselemente auf. Abhängig vom jeweiligen Legierungssystem, können sie die Ausscheidungssequenz durch einen oder mehrere der folgenden Mechanismen verändern:

 Durch Interaktion mit Versetzungen kommt es zu einer Veränderung der Aushärtungsgeschwindigkeit.

- Durch Veränderung der Grenzflächenenergie von Cluster/Ausscheidungen kann die kritische Temperatur angehoben oder gesenkt und dadurch die Ausscheidungsrate verändert werden.
- Es ist möglich, die Art der intermetallischen Ausscheidungen zu verändern.

Bei den meisten Legierungen sind Ausscheidungen zur Steuerung der Kornstruktur im Gefüge Aluminium vorhanden. bildet sehr leicht intermetallische Verbindungen mit den Übergangselementen Chrom, Mangan und Zirkon. Diese weisen keine oder nur eine sehr geringe Löslichkeit im Aluminium-Mischkristall auf. Wegen ihrer geringen Diffusionsgeschwindigkeit bilden sie, entweder während der Erstarrung oder der anschließenden Homogenisierung, sehr feine Ausscheidungen. Diese werden als Dispersoide bezeichnet und verzögern die statische Rekristallisation. Sie werden beim Walzen in Walzrichtung (WR) ausgerichtet und ermöglichen ein in WR gestrecktes Gefüge. Dadurch ist die mittlere freie Weglänge der Dispersoide größer als normal dazu. Die rekristalliserenden Körner wachsen daher in Verarbeitungsrichtung schneller und tragen zum anisotropen Verhalten des Materials bei.<sup>[4, 9, 15, 17, 24, 26]</sup>

Die Effektivität eines bestimmten Dispersoids hinsichtlich Hemmung der Rekristallisation, ist abhängig von dessen Größe, dessen Abstand zum nächsten Nachbarn und dessen Kohärenz mit der Aluminiummatrix. Dabei haben kleine Dispersoide mit geringem Abstand zueinander den größten rekristallisationshemmenden Effekt. Dispersoide, welche kohärent mit der Aluminiummatrix sind (z.B. Al<sub>3</sub>Zr) wirken dabei effektiver als inkohärente Dispersoide (z.B. Al<sub>12</sub>Mg<sub>2</sub>Cr, Al<sub>20</sub>Mn<sub>3</sub>Cu<sub>2</sub>). Wird ein kohärentes Dispersoid von einer Grenzfläche passiert, muss es sich von kohärent auf semi- oder inkohärent ändern, wodurch ein Energiebedarf vorliegt. <sup>[9, 17, 15, 18]</sup>

Die Art des Dispersoids kann auch die Abschreckempfindlichkeit von Lösungsglühtemperatur beeinflussen. Diese beschreibt dabei die Toleranz einer bestimmten Legierung für eine langsamere Abschreckung von Lösungsglühtemperatur.<sup>[11]</sup>

Alle Zusätze, welche zur vermehrten Bildung unlöslicher Einschlüsse und damit zu Orten einer erhöhten Wahrscheinlichkeit für heterogene Keimbildung führen, setzen die kritische Abkühlgeschwindigkeit herab. Es handelt sich hierbei um die Zusätze wie Eisen, Mangan und Chrom. Durch eine Erhöhung des Gehaltes der Hauptlegierungselemente Cu, Mg und Mn sowie des Fe-Gehaltes wird die Abschreckempfindlichkeit drastisch erhöht. <sup>[9, 15, 33, 35, 34]</sup>

Höher legierte Aluminiumwerkstoffe weisen eine größere Abschreckempfindlichkeit auf, als niedriglegierte. Die stärkste Empfindlichkeit zeigen Legierungen mit inkohärenten Partikeln. Deren Grenzflächen sind bevorzugte Keimstellen für heterogen gebildete Ausscheidungen.<sup>[9, 11]</sup>

Abbildung 14 zeigt den Einfluss der Dispersoideart auf die Abschreckempfindlichkeit, wobei die Dehngrenze als Funktion der durchschnittlichen Abschreckgeschwindigkeit (400 – 290 °C) und des Dispersoidentyps ( $Al_{12}Mg_2Cr$  und  $Al_{20}Cu_2Mn_3$ ) in einer Al-Zn-Mg-Cu-Legierung im Zustand T6 dargestellt ist.<sup>[9, 30]</sup>



Durchschnittliche Abkühlgeschwindigkeit [°C/s]



Bei der Legierung 2024 dienen die Al<sub>20</sub>Cu<sub>3</sub>Mn<sub>2</sub>-Dispersoide während des Abschreckens als Keimstellen für Versetzungen an der Partikel-Matrix-Grenzfläche. Diese Versetzungen sind wiederum bevorzugte Keimstellen für die anschließende Ausscheidung. Infolgedessen weisen Legierungen, die Chrom und Mangan als dispersoid-formende Elemente enthalten, eine höhere Abschreckempfindlichkeit auf als zirkonhaltige Werkstoffe, da Zirkon kohärente Dispersoide bildet (chromhaltige Dispersoide verursachen den größten Anstieg der Abschreckempfindlichkeit). Der Grund dafür liegt bei der Keimbildung an kohärenten Grenzflächen, welche schwieriger als an inkohärenten ist.<sup>[9, 11]</sup>

#### 3.2.3 Bildung und Bedeutung der Korngrenzenausscheidungen

Bei sehr kleinen Triebkräften, wenn die Aktivierungsenergie für Keimbildung hoch ist, wird die höchste Keimbildungsrate an Korngrenzentriplepunkten erreicht. Wenn die Triebkraft weiter

ansteigt, so dominieren Kornecken und dann Korngrenzen als Orte mit den höchsten Keimbildungsraten, dargestellt in Abbildung 15. Weiteres ist zu erkennen, dass die Aktivierungsenergie für die heterogene Keimbildung durch eine gute Benetzung des Keims erniedrigt wird. Die Benetzung ist dabei definiert durch den Benetzungswinkel cos  $\theta$  (siehe Abbildung 16).<sup>[31, 40]</sup>



**Abbildung 15:** Einfluss von  $\cos \theta$  auf die Aktivierungsenergie ( $\Delta G_{het}^*$ ) für Korngrenzenkeimbildung im Vergleich zu homogener Keimbildung<sup>[40]</sup>



**Abbildung 16:** Definition des Benetzungswinkels  $\theta^{[31]}$ 

Erfolgt während einer kontinuierlicher Abkühlung Keimbildung, nimmt die Triebkraft für die Bildung von Keimen steil zu. Unter diesen Bedingungen wird diese an jenen Stellen erfolgen, welche zuerst imstande sind, eine messbare Keimbildungsrate zu erzeugen.<sup>[40]</sup>

Ausscheidungen entstehen beim Abschrecken auf RT vorwiegend an den Großwinkelkorngrenzen. Die Korngrenzenausscheidungen und die damit verbundenen AFS bilden einen bevorzugten Pfad für den Rissfortschritt. Folglich vergrößert sich durch ein Absenken der Abschreckrate der Anteil an interkristallinem Bruch und die Bruchzähigkeit von hochlegierten Legierungen wird verringert – besonders von jenen im T6 Zustand<sup>[3]</sup>. Rasch abgeschreckte, aushärtbare Legierungen brechen im Allgemeinen transkristallin durch Koaleszenz und Wachstum von Mikroporen. Eine Verringerung der Abschreckgeschwindigkeit steigert hingegen die Anzahl der Ausscheidungen an den Korngrenzen, was wiederum die Neigung zu interkristallinem Bruch erhöht. Der Zähigkeitsabfall durch eine abnehmende Abschreckgeschwindigkeit ist dabei bei rekristallisierten Produkten wesentlich größer, was auf die Ausscheidung an den Großwinkelkorngrenzen zurückgeführt wird.<sup>[3, 37]</sup>

Die Bedeutung der Korngrenzenausscheidungen bezüglich Zähigkeit kann bei kommerziellen Legierungen sehr deutlich dargestellt werden, wenn eine mangelhafte Wärmebehandlung angewendet wird. Der Einfluss der Abschreckgeschwindigkeit auf die Bruchzähigkeit ist in Abbildung 17 anhand von Platten des Werkstoffes 7075 dargestellt.<sup>[21]</sup>



**Abbildung 17:** Einfluss der Abschreckgeschwindigkeit auf die Bruchzähigkeit bei Platten der Aluminiumlegierung 7075 bei verschiedenen Dehngrenzen<sup>[21]</sup>

Ein Abfall in der Zähigkeit wird nach deutlich geringeren Vorabkühlzeiten (Def.: Unter Vorabkühlzeit versteht man die Zeit zwischen Austritt aus dem Lösungsglühaggregat und dem Eintritt in die Wasserquench) beobachtet, als eine Verringerung in der Festigkeit (siehe Abbildung 18 und Abbildung 20)<sup>[15]</sup>.



**Abbildung 18:** Dehngrenze und Zähigkeit über Quench-Faktor bei einem Strangpressprodukt der Aluminiumlegierung 6351<sup>[37]</sup>

Die Methode, um aus einer Abkühlkurve und einem Zeit-Temperatur-Eigenschaftsdiagramm (C-Kurve zur Bestimmung des Übergangs von Lochfraß- auf interkristalline Korrosion) Materialkennwerte abzuleiten, wird als Quenchfaktoranalyse bezeichnet (siehe Abbildung 19). Diese Methode wird zur Vorhersage von Korrosionsbeständigkeit, Dehngrenze und, wie in Abbildung 18 dargestellt, auch zur Vorhersage der Zähigkeit herangezogen. <sup>[15, 36]</sup>





Frühe Ausscheidungen, bedingt durch die Vorabkühlung vor Eintritt in die Wasserquenche, keimen an Korn-/Subkorngrenzen an und wachsen zu einer Größe heran, die ausreichend ist, um ein Bruch unter Belastung entlang den Korngrenzen auszulösen. Dies geschieht lange bevor die Ausscheidungen dem Aluminium-Mischkristall die ausreichende Menge an gelösten Legierungselementen entziehen können, wodurch die maximale Festigkeit bei der anschließenden Aushärtung nicht mehr erreicht werden kann.<sup>[4]</sup>



Abbildung 20: Eigenschaften von Aluminiumlegierung 6963 als Funktion der Zeit und Temperatur bei unterbrochener Abschreckung<sup>[4]</sup>; (a) maximale Dehngrenze; (b) maximale Zähigkeit; (c) interkristalliner Bruch

Später gebildete Ausscheidungen, die an Dispersoide und/oder Versetzungen ankeimen (siehe Abbildung 21), entziehen dem Aluminium-Mischkristall die gelösten Legierungselemente relativ gleichmäßig, sodass die Dehngrenze erniedrigt und die Zähigkeit der Matrix erhöht wird<sup>[4]</sup>.



**Abbildung 21:** Zeit-Temperatur-Keimbildungsdiagramm für Aluminiumlegierung 2024; Abschrecken von 2024 auf erhöhte Temperatur im Salzbad (250-475°C)<sup>[7]</sup>

Mit ausgedehnter Ausscheidung innerhalb der Körner, entweder als Folge einer noch geringeren Abschreckrate oder einer Überalterung, sinkt auch die Festigkeit<sup>[15]</sup>.

Aus Abbildung 22 ist ersichtlich, dass die Zähigkeit an Korngrenzenausscheidungen bei Zunahme des Flächenanteils abfällt<sup>[21]</sup>.



Abbildung 22: Bruchzähigkeit in Abhängigkeit des Flächenanteils an Korngrenzenausscheidungen bei konstanter Dehngrenze für die Aluminiumlegierung Al-3Li-0,5Mn und Al-6Zn-3Mg<sup>[21]</sup>

#### 3.2.4 Einfluss einer Kaltverformung auf das Aushärtungsverhalten

Durch Kaltverformung nach der Lösungsglühung wird die Anzahl und Dichte der Gitterfehler erhöht (siehe Abbildung 23a). Die aufgrunddessen ermöglichte Verkürzung der Warmauslagerungszeit zum Erreichen der maximalen Festigkeit (siehe Abbildung 23b) erlaubt es auch Anzahl und Größe der Korngrenzenausscheidungen zu reduzieren Wegen dieser Verringerung wird wiederum auch die Breite der ausscheidungsfreien Bereiche an den Korngrenzen verkleinert und damit das Verhältnis von Festigkeit zu Bruchzähigkeit verbessert.<sup>[11, 27, 32, 33]</sup>



**Abbildung 23:** (a) Anzahl an Al<sub>2</sub>CuLi( $T_1$ )-Ausscheidungen pro Fläche und (b) Festigkeit der Aluminiumlegierung 2090 als Funktion des Reckgrades und der Auslagerungszeit bei 463 °C<sup>[27]</sup>

Kaltausgelagerte Bleche der Legierung 2024, welche durch submikroskopische GP-Zonen aushärten, entwickeln eine höhere Zähigkeit als überalterte, deren Gefüge aus groben, intermetallischen Ausscheidungen besteht<sup>[41, 42]</sup>. Kaltverformung vor der Warmauslagerung verfeinert die kristallinen Phasen, dennoch entwickeln unteralterte 2024-Bleche eine höhere Zähigkeit als auf das gleiche Festigkeitsniveau überalterte (siehe Abbildung 24) <sup>[3]</sup>.



Dehngrenze [KSI], Prüfrichtung LT

**Abbildung 24:** Einfluss, der bei der Aushärtung entstandenen Ausscheidungen auf das Verhältnis aus Kerbzugfestigkeit und Dehngrenze bei Blechen der Aluminiumlegierung 2024<sup>[3]</sup>

# 4 Korrosionsverhalten

### 4.1 Interkristalline Korrosion (IK)

Die IK tritt entlang von Korngrenzen auf. Diese Form der Korrosion kann sehr gefährlich sein, da der Angriff unentdeckt durch das Material gehen kann, dadurch einen weitgehenden Rückgang in der Festigkeit bewirkt und zum Werkstoffversagen ohne sichtbare Anzeichen von Korrosion führt.<sup>[43, 44]</sup>

Untersuchungen haben gezeigt, dass durch die Auflösung von 5 % Kupfer im Aluminium-Mischkristall einer Verschiebung des elektrischen Potenzials um 200 mV in die kathodische Richtung erfolgt. Die anschließende Ausscheidung von kupferreichen, intermetallischen Phasen aus dem übersättigten Aluminium-Mischkristall ändert das Potenzial in die anodische Richtung, wo ausgeprägte elektrochemische Unterschiede in der Mikrostruktur entstehen können.<sup>[30, 45]</sup>

Die ersten intermetallischen Ausscheidungen bilden sich an den Korngrenzen und dadurch entstehen kupferverarmte Bereiche in der Nähe der Korngrenzen. Die kupferreichen Phasen verhalten sich kathodisch zu den an Kupfer verarmten Gebieten, wodurch ein korrosiver Angriff begünstigt wird. Die Anfälligkeit für interkristallinen Korrosionsangriff wird primär durch den Kupfer-Konzentrationsgradienten innerhalb des Aluminium-Kupfer-Mischkristalls im Bereich der Korngrenzen beeinflusst.<sup>[30]</sup>

In Abbildung 25 ist das elektrochemische Potenzial und der elektrische Stromfluss zwischen Korngrenzbereich und -inneren von grobkörnigem Material dargestellt. Dabei wurde die Änderung des elektrochemischen Potenzials zwischen Korngrenze und -innerem bei einer hochreinen Al-4Cu-Legierung, in Abhängigkeit von der Zeit während der Warmauslagerung, aufgenommen.<sup>[30, 46, 47]</sup>


Abbildung 25: Das elektrochemische Potenzial von Korninnerem und -grenzen einer Aluminiumlegierung mit einem Kupfergehalt von 4 %, geglüht bei 495 °C, abgeschreckt in kaltem Wasser und bei 191 °C ausgelagert<sup>[47]</sup>

Abbildung 25 zeigt, dass sich Ausscheidungen schneller an den Korngrenzen als im -inneren bilden und dabei die Grenzen anodisch im Vergleich zum Mischkristall werden. Die Ausscheidungskinetik wird durch Kaltverformung erhöht.<sup>[30, 46, 47]</sup>

Die grundlegenden Faktoren, welche die Ausscheidung und damit die Anfälligkeit gegenüber IK von Aluminium-Kupfer-Legierungen beeinflussen, sind:

- der Gesamtlegierungsgehalt<sup>[9, 11, 30]</sup>
- die Abschreckgeschwindigkeit nach dem Lösungsglühen<sup>[48-50]</sup>
- die plastische Deformation nach der Abschreckung<sup>[30, 51]</sup>
- die Warmauslagerung bei erhöhten Temperaturen<sup>[30]</sup>
- Korngröße und -form<sup>[44]</sup>

Die maximale Beständigkeit gegenüber Korrosion wird bei den Aluminium-Kupfer-Legierungen in den kaltausgelagerten Zuständen T3 und T4 nach Abschreckung mit kaltem Wasser erreicht<sup>[30]</sup>.

Überaltern des Werkstoffes AA2024 verbessert die Korrosionsbeständigkeit dahingehend, dass anstelle IK eher Lochfraßkorrosion auftritt. Diese Veränderung im Korrosionsmechanismus wird dadurch erklärt, dass aufgrund des Überalterns Ausscheidungen gebildet werden und die Entmischung des Aluminiummischkristalls nicht nur an den Korngrenzen, sondern auch im Korninneren stattfindet. Diese gleichmäßige Kupferverarmung der Aluminium-Matrix verringert den elektrochemischen Unterschied zwischen Korngrenze und -inneren. Abbildung 26 beschreibt schematisch die Entmischung des Aluminium-Mischkristalls entlang der Korngrenze einer Aluminium-Kupfer-Legierung als Funktion der Warmauslagerungszeit. Abbildung 26a zeigt dabei den unteralterten Zustand, in welchem an der Korngrenze der größte Unterschied zwischen der an Kupfer entmischter Matrix und dem übersättigten Aluminium-Mischkristall vorliegt. Bei höchster Festigkeit beginnen sich die an Kupfer entmischten Zonen um die kupferhältigen Ausscheidungen sowohl an den Korngrenzen als auch in der Matrix zu überlagern. Dies führt in Summe zu einer Abnahme des Gehaltes an zwangsgelöstem Kupfer im Aluminium-Mischkristall (siehe Abbildung 26b). Ein durchgehender, kupferentmischter Pfad entlang der Korngrenze fördert den IK-Angriff in diesem Zustand. Abbildung 26c zeigt schematisch den an Kupfer entmischten Mischkristall bei einem extrem überhärteten Zustand.<sup>[52]</sup>



Abbildung 26: Schematische Darstellung der Entmischung in der Umgebung von kupferhältigen Ausscheidungen entlang von Korngrenzen und in der Matrix<sup>[52]</sup>

Im Laufe der Warmauslagerung bilden sich feinste Ausscheidungen im Bereich weniger Nanometer. Sobald der an Kupfer entmischte Pfad entlang der Korngrenze, bedingt durch Korngrenzenausscheidungen, beseitigt ist, wird unter korrosiver Belastung eher Lochfraß beobachtet als IK.<sup>[52]</sup>

### 4.2 Spannungsrisskorrosion (Sprk)

Aluminiumwerkstoffe sind in der Nähe oder leicht unterhalb der maximalen Festigkeit empfindlicher für Sprk (siehe Abbildung 27). Überaltern wird bei den 7xxx-Legierungen häufig angewendet, ist bei den 2xxx-Legierungen aber nicht von praktischen Bedeutung.<sup>[53-55]</sup>



Abbildung 27: Schematische Darstellung der Änderung in der Spannungsrisskorrosionsbeständigkeit und Festigkeit als Funktion der Auslagerungstemperatur und -zeit<sup>[55]</sup>

Die Empfindlichkeit gegen Spannungsrisskorrosion wird mit den Ausscheidungen im Korninneren, der Breite der ausscheidungsfreien Zone, der Größe der Korngrenzenphasen und dem Gehalt an gelösten Legierungselementen in der ausscheidungsfreien Zone in Verbindung gebracht. All diese Faktoren ändern sich im Laufe der Wärmebehandlung gleichzeitig und machen daher die Interpretation der Ergebnisse zumeist schwierig.<sup>[56-58]</sup>

Die Legierungszusammensetzung hat einen moderaten Einfluss auf die Sprk-Beständigkeit. Im Allgemeinen wird diese durch Steigerung des Anteils an Hauptlegierungselementen, gelöst im Aluminium-Mischkristall, erhöht. Geringe Zugaben an Chrom, Mangan und Zirkon neigen zur Bildung von intermetallischen Ausscheidungen, welche die Korngrenze fixieren, die Kornstruktur stabilisieren und durch Veränderung der Korngröße und -form die Sprk-Empfindlichkeit beeinflussen. Außerdem kann dies auch aufgrund der Elemente Chrom und Mangan durch Beeinflussung der Aushärtungskinetik und der Partikelmorphologie verändert werden.<sup>[54, 59]</sup>

#### 4.3 Einfluss der Gefügestruktur

#### 4.3.1 Korrosionsbeständigkeit

Die interkristalline Korrosion ist stark von Korngröße und -form abhängig. Hochfeste Aluminiumlegierungen haben oftmals eine in Walzrichtung gestreckte Kornform und sind daher in den Eigenschaften anisotrop (siehe Abbildung 28).<sup>[60]</sup>



**Abbildung 28:** Schematische Darstellung der Kornstruktur kaltverformter Aluminiumlegierungen, bei der Schichtkorrosion auftreten kann<sup>[60]</sup>.

Die IK-Wachstumsgeschwindigkeit ist bei gewalzten 2024-Blech und -Plattenprodukten unterschiedlich – relativ zur Walzrichtung mit den höchsten Werten in der Längsrichtung (L) oder in der Querrichtung (T) und der geringsten Geschwindigkeit in der Dickenrichtung (S) (siehe Abbildung 29). <sup>[44, 61-65]</sup>



**Abbildung 29:** IK-Eindringtiefe in Abhängigkeit der Kornorientierung bei einemanisotropen in Walzrichtung gestreckten Korngefüge<sup>[65]</sup>

Der Grund hierfür ist der geradlinige IK-Pfad in der L- und T-Richtung und der verzweigte Pfad in der S-Richtung (siehe Abbildung 30).<sup>[44, 61, 62]</sup>



Abbildung 30: Kürzester IK-Pfad in der L- oder T-Richtung und in der Richtung S<sup>[44]</sup>

Die Anisotropie der IK-Wachstumsgeschwindigkeit ist auf die verschiedenen Korngrößen in den drei Richtungen zurückzuführen, wobei angenommen wird, dass die lokale IK-Wachstumsgeschwindigkeit überall identisch ist und somit die höchste IK-Geschwindigkeit der kürzesten Weglänge entspricht. Bei Betrachtung eines Korrosionsangriffes in S-Richtung kann der IK-Pfad entweder in die L- oder T-Richtung verzweigen, wobei die Weglänge in der T-Richtung kürzer ist, weil typischerweise die Kornlänge in der T-Richtung kleiner ist als in der L-Richtung (siehe Abbildung 31).<sup>[44]</sup>



**Abbildung 31:** Darstellung eines Korrosionspfades in einem Aluminiumblech in der Dickenrichtung S<sup>[44]</sup>

#### 4.3.2 Rissfortschrittsverhalten

In Abbildung 32 ist dargestellt, wie die Risswachstumsgeschwindigkeit mit zunehmender Korngröße verkleinert wird. Diese Verringerung wird dabei zum einen auf die stärkere Rissverzweigung bei Grobkornmaterial zurückgeführt (siehe Abbildung 32) und zum anderen auf die höhere Oberflächenrauhigkeit, welche ein früheres Rissschließen verursacht und damit den effektiven  $\Delta$ K-Bereich an der Rissspitze verringert.<sup>[29, 66-72]</sup>



**Abbildung 32:** Risswachstumsgeschwindigkeit und Risspfad von (a) Feinkornmaterial und (b) Grobkornmaterial in T-L-Prüfrichtung<sup>[29]</sup>

## 5 Methoden der Werkstoffcharakterisierung

Im Folgenden wird ein kurzer Überblick von den angewandten Methoden zur Charakterisierung der Werkstoffeigenschaften der Legierung 2024 gegeben. Hinsichtlich des Nachweises der Korrosionsbeständigkeit hat sich insbesondere der Test auf Beständigkeit gegen interkristallinen Korrosionsangriff in der Praxis bewährt, da aufgrund der hohen Abschreckempfindlichkeit der IK-Test ein äußerst sensibler Maßstab für die Qualität der Abkühlung nach dem Lösungsglühen darstellt. Es wird somit aufgrund der hohen Aussagekraft des IK-Tests auf weitere Methoden zur Bestimmung der Korrosionsbeständigkeit in dieser Arbeit verzichtet.

#### 5.1 Interkristalline Korrosion

Der Test auf Beständigkeit gegen interkristalline Korrosion (IK) wird gemäß Spezifikation AMS 2772<sup>[20]</sup> und Arbeitsanweisung Q\_10\_091\_MP<sup>[74]</sup> durchgeführt. Es wird dabei eine Probe mit den Abmessungen 40 x 30 mm aus dem zu prüfenden Blech entnommen und unter folgenden Testbedingungen korrodiert (siehe Tabelle 1):

NaCl	g	57
$H_2O_2$	ml	10
H <sub>2</sub> O	ml	1000
Tauchzeit	h	6
Prüftemperatur	°C	30 ± 5

Tabelle 1: Konzentration und Testparameter der IK-Prüfung

Die korrodierte Probe wird anschließend im Längsschliff metallographisch präpariert und unter dem Mikroskop auf einer Länge von 20 mm unter 100-facher Vergrößerung begutachtet. Es erfolgt dabei die Beurteilung der Art des Korrosionsangriffes und auch die Messung der maximalen Korrosionstiefe. Die Art des Korrosionsangriffes wird ermittelt, indem der unter dem Mikroskop sichtbare Korrosionsangriff mit Referenzbildern verglichen wird (siehe Abbildung 33). Die Referenzbilder sind dabei folgendermaßen definiert:

- Note 1: Lochfraßkorrosion
- Note 2: Lochfraß und interkristalline Korrosion (dominierend: Lochfraß)
- Note 3: Interkristalline- und Lochfraßkorrosion (dominierend: IK)
- Note 4: Interkristalline Korrosion nicht flächendeckend einzelne Nester
- Note 5: Interkristalline Korrosion quasi flächendeckend



**Abbildung 33:** Bewertung des lokalen Korrosionsangriffes anhand von Vergleichsbildern (Lochfraß, interkristalline Korrosion)<sup>[74]</sup>

#### Angaben zur Messunsicherheit:

Korrosionstiefe: ± 10 %

Korrosionsart: Wenn einzelne Körner durch einen starken IK-Angriff gänzlich herausgelöst worden sind, so kann dies unter Umständen als Lochfraß fehlinterpretiert werden.

## 5.2 Nasschemische Analyse

Die optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (Inductively-Coupled-Plasma Optical-Emission-Spektrometrie, abgekürzt mit ICP-OES-Analyse)<sup>[75]</sup> zählt zu den nasschemischen Analyseverfahren.

Dabei wird die zu analysierende Substanz in das ionisierte Plasmagas eingeführt. Die bestehenden chemischen Verbindungen in der Probe werden auf Grund der hohen Temperaturen innerhalb des Plasmas (bis zu 10.000 Kelvin) aufgespalten. Ionen und Atome gehen dabei in angeregt Zustände über und emittieren elektromagnetische Wellen (Licht). Die dabei entstehenden diskreten Emissionslinien ermöglichen den Nachweis und die Quantifizierung der zu analysierenden Elemente.<sup>[76]</sup>

Prinzipiell können alle Elemente des Periodensystems, mit Ausnahme von Argon und Stickstoff, bestimmt werden. Das ICP-OES-Verfahren bietet dabei eine hohe Selektivität und eine gute Reproduzierbarkeit<sup>[75]</sup>.

Die in dieser Arbeit präsentierten Analyseergebnisse sind entsprechend Spezifikation EN 14242 ermittelt worden<sup>[77]</sup>. Dafür wurde ein ARL Emissionsquantometer des Typs 3580-ICP herangezogen.

### 5.3 Thermodynamische Berechnungen

Die durchgeführten thermodynamischen Berechnungen wurden mittels des Softwarepakets PANDAT 8.1 ausgewertet. Dieses bietet die Möglichkeit zur Kalkulation von Phasendiagrammen und erlaubt Eigenschaftsanalysen von Multikomponenten-Systemen. Für die Berechnungen in dieser Arbeit wurde das Datenpaket PanAl9 angewendet.

### 5.4 Metallographie

Die Probenaufbereitung für die metallographische Analyse erfolgte mittels halbautomatischen Präparationssystems (Abramin, Struers). Das Schleifen wurde dabei unter einer Anpresskraft von 150 N und mit den Körnungen 320, 800 und 1200 durchgeführt. Die Polierstufen umfassten 6 μm, 3 μm und OP-S-Suspension.

Zur Kontrastierung der mikrostrukturellen Metalloberfläche wurde einer Dix-Keller-Ätzung<sup>[78]</sup> herangezogen. Die dazu eingesetzten Ätzchemikalien sind im Folgenden angeführt:

- 12,6 ml HF (38-%ig)
- 15 ml HCl (37-%ig)
- 26,1 ml HNO (65-%ig)
- 947 ml H<sub>2</sub>O (dest.)

Die verwendete Lösung wurde unter einem Verhältnis von 1:1 verdünnt. Die vorgegebene Ätzdauer betrug 6 Sekunden.

Zur metallographischen Analyse der Proben kam ein Lichtmikroskop der Firma Olympus BX61 zum Einsatz. Die Bildverarbeitung erfolgte mittels Softwarepaket der Firma Aquinto AG.

## 5.5 Transmissionselektronenmikroskopie

Bei der Analyse mittels Transmissionselektronenmikroskop (TEM) können Gitterfehler und Phasengrenzen dargestellt werden. Weiteres besteht die Möglichkeit, das Beugungsgitter des Kristallsystems einer Probe darzustellen und so eine Orientierungsbestimmung durchzuführen.

Die zur Bildgebung herangezogenen Elektronen werden von einer Wolframkathodenwendel emittiert und durch die angelegte Anodenspannung zur Probe hin beschleunigt. Die Fokussierung des Elektronenstrahls erfolgt dabei mittels elektromagnetischer Linsensysteme. Trifft der Elektronenstrahl auf die Probe, kommt es zu Wechselwirkungen mit den Probenatomen und es entstehen Beugungsminima oder -maxima, welche zur Bilderzeugung dienen. Die Gefügeunterschiede werden dabei durch Sekundärelektronen und mit durchgestrahlten Elektronen (Hell- und Dunkelfeld) ermittelt. Zur Phasenidentifizierung wird die Elektronenbeugungsanalyse mit begleitender EDX-Analyse (siehe Punkt 5.5.1) herangezogen.<sup>[79]</sup>

Um die Untersuchung mittels TEM zu ermöglichen, müssen sehr dünne Folien des Probenmaterials hergestellt werden. Dazu wurden die verwendeten Proben nach dem Schleifen elektropoliert (25 % Schwefelsäure in Methanol bei -10 °C).

Die anschließende Analyse erfolgte mittels CM20STEM von Philips und wurde unter einer Beschleunigungsspannung von 200 kV durchgeführt.

#### 5.5.1 Energiedispersive Röntgenspektroskopie

Zur Identifizierung der unterschiedlichen Elemente wird in konventionellen TEM häufig energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX) eingesetzt. Dabei werden die einzelnen Atome in der Probe mittels Elektronenstrahl angeregt und senden anschließend die für das jeweilige Element charakteristische Röntgenstrahlung aus.<sup>[80]</sup>

#### 5.5.2 High Resolution Transmission Electron Microscopy (HRTEM)

Beim HRTEM wird die Interferenz zwischen gebeugtem und nicht gebeugtem Strahl zur Analyse herangezogen. Dabei spielt die Phasenverschiebung des Elektronenstrahls beim Durchgang durch Materie eine entscheidende Rolle.<sup>[81]</sup>

## 5.6 Rasterelektronenmikroskopie

Bei der Rasterelektronenmikroskopie (REM) werden Probenoberflächen mittels sehr fein gebündelten Elektronenstrahlen abgerastert<sup>[82]</sup>.

Die für diese Arbeit durchgeführten rasterelektronischen Untersuchungen wurden an einem REM der Firma Zeiss, dem EVO 40 mit Oxford Analysesystem (Oxford Inca-sight) und der Software Smart SEM durchgeführt. Die dargestellte Soll-Auflösung des Messgerätes beträgt 20 bis 4 nm, die Ist-Auflösung ist um eine Zehnerpotenz schlechter (ca. 20 bis 40 nm).<sup>[83]</sup>

## 5.7 Bruchzähigkeit

Die Bruchzähigkeit ist eine bedeutende Eigenschaft in der Konstruktion eines Flugzeuges, insbesondere dann, wenn eine hohe Bruchzähigkeit mit einer guten Festigkeit einhergeht. Bei einer Struktur, die mit einem Riss behaftet ist, hängt die Festigkeit von der aktuellen Länge des Risses, von der Geometrie der Struktur und von der Bruchzähigkeit des Werkstoffes ab, welche als der Widerstand gegen instabile Rissausbreitung bei Bruch des Bauteils unter Zugbeanspruchung verstanden werden kann.<sup>[84, 85]</sup>

Die Bestimmung der Bruchzähigkeit erfolgt mittels Risswiderstandskurve (R-Kurve) unter Verwendung von Center-Cracked-Tension (CCT-Proben) nach ASTM E 561<sup>[86]</sup> mit folgenden Dimensionen:

- Probenbreite: 400 mm
- Freie Länge zwischen den Einspannvorrichtungen: 800 mm
- Gesamtlänge der Probe 920 mm

Die Proben werden mittig mit einem Loch, Durchmesser 30 mm, versehen. Die Ausgangskerbe mit einer Gesamtlänge von 125 mm wird mit einem Laserschnitt eingebracht. Als Vorbereitung auf den eigentlichen Versuch erfolgt eine schwingende Belastung, wodurch aus der durch den Laserschnitt eingebrachten Ausgangskerbe ein Ermüdungsriss wächst, mit anschließender Belastung der Probe mit konstanter Beanspruchungsgeschwindigkeit bis zum Bruch. Wird die Risslänge bei maximaler Last zur Berechnung des Spannungsintensitätsfaktors herangezogen, so ist der Spannungsintensitätsfaktor als Bruchzähigkeit Kc zu bezeichnen.<sup>[84, 85, 87, 88]</sup> Die Proben für die Prüfung der Bruchzähigkeit sind üblicherweise in der T-L-Richtung. Dies bedeutet, dass die Probe quer zur Walzrichtung entnommen wird und in der T-Richtung die Zugbelastung erfolgt, während der eingebrachte Riss normal zur Belastungsrichtung in der Walzrichtung L wächst (siehe Abbildung 34).



Abbildung 34: T-L-Bruchzähigkeitsprobe nach der Prüfung und Detailaufnahme der Bruchfläche

Die im Rahmen der Probenpräparation eingebrachte Anfangsrisslänge mit Ermüdungsriss und die durch das Risswachstum entstandene plastische Zone ist schematisch in Abbildung 35 dargestellt. Die bruchmechanischen Kennwerte sind dabei folgendermaßen definiert <sup>[88]</sup>:

Symbol	Einheit	Beschreibung
K <sub>co</sub>	MPa√m	scheinbare Risszähigkeit; Berechnung Risszähigkeit bezogen
		auf Anfangsrisslänge a <sub>0</sub>
K <sub>cp</sub>	MPa√m	physikalische Risszähigkeit
K <sub>ce</sub>	MPa√m	effektive Risszähigkeit; Berechnung Risszähigkeit bezogen auf
		die Endrisslänge a <sub>e</sub>
a <sub>0</sub>	mm	Wert der Risslänge a bei Beginn des Versuchs
a <sub>p</sub>	mm	physikalischer Wert der Risslänge a
a <sub>e</sub>	mm	effektiver Wert der Risslänge a
Δa	mm	$= a_p - a_0$
r <sub>y</sub>	mm	Radius der plastischen Zone vor der Rissspitze



Abbildung 35: Begriffsdefinitionen für die Bestimmung der Risslänge<sup>[88]</sup>

#### 5.8 Risswachstum

Das Risswachstum als Resultat von wiederholten Belastungs- und Entlastungszyklen tritt an einem Flugzeug als Folge von sich nach oben und unten biegenden Flügeln auf und durch das Aufweiten und Schrumpfen des Flugzeugrumpfes infolge des Druckausgleichs. Die hier einwirkenden Lasten sind typischerweise kleiner als die Zugfestigkeit und die Streckgrenze, aufgenommen im statischen Zugversuch. Aufgrund der zyklischen Belastung ist es nun möglich, dass ein sich in der Struktur befindlicher Riss zu Wachsen beginnen, was zu katastrophalem Bauteilversagen durch instabile Rissausbreitung führen kann, wenn die Kombination aus Rissgröße und Belastung ausreichend ist, dass die Bruchzähigkeit des Werkstoffes überschritten wird.<sup>[89]</sup>

Die Risswachstumsgeschwindigkeit wurde entsprechend Prüfnorm ASTM E647<sup>[90]</sup> mit folgenden Testparametern geprüft (siehe Abbildung 36).

- Probenbreite: 160 mm, Länge der gesamten Probe: 400 mm
- Spannungsverhältnis R = 0,1; Testfrequenz  $\approx$  3 Hz



Abbildung 36: Übersicht - Risswachstumsprobe

39

Die Probe mit zuvor eingebrachtem Starterriss wird zyklische belastet, wodurch der Riss an beiden Enden des Starterrisses normal zur Belastungsrichtung zu wachsen beginnt. Wenn nun eine vorher festgelegte Mindestlänge erreicht ist, so erfolgt die Messung in periodischen Abständen. Die Risswachstumsgeschwindigkeit kann für eine bestimmte Schrittweite an Rissverlängerung mittels Division der Änderung in der Risslänge (bezeichnet als da) durch die Anzahl an Lastzyklen (bezeichnet als dN) berechnet werden. Die Risswachstumsgeschwindigkeit wird durch da/dN mit der Einheit mm/Zyklus ausgedrückt.<sup>[85, 87, 89, 91]</sup>

# 6 Chemische Zusammensetzung als Funktion der Fertigungsschritte

Im Rahmen von thermodynamischen Berechnungen soll die chemische Zusammensetzung der Aluminiumlegierung 2024 dahingehend optimiert werden, dass bei den Hochtemperaturglühungen im Verlauf der Prozesskette (Homogenisierung, Lösungsglühung) bei einer Temperatur nahe der Solidustemperatur die Auflösung eines möglichst hohen Anteils der Hauptlegierungselemente im Al-Mischkristall erreichbar ist. Dabei muss ausgeschlossen werden können, dass es durch eine zu hohe Temperatur zu eutektischen Anschmelzungen kommt. Jedes Legierungselement von AA2024 hat ein definiertes Toleranzfenster und die darauf abgestimmten nachfolgenden Hochtemperaturglühungen dürfen auch unter ungünstigen Legierungselementkombinationen zu keinen Anschmelzungen führen. In den anschließenden thermodynamischen Berechnungen soll daher unter anderem simuliert werden, welche Legierungselementkombinationen aufgrund des 2024-Toleranzfensters möglich sind und ob es dadurch lokal zu eutektischen Anschmelzungen durch die nachfolgenden Hochtemperaturglühungen kommen kann. Die vor dem Abguss des Walzbarren bestimmte mittlere chemische Zusammensetzung der Schmelze führt jedoch aufgrund von Makroseigerungen im Walzbarren zu einer von der mittleren chemischen Zusammensetzungen abweichenden Analyse. Es muss somit auch garantiert sein, dass die aufgrund von Makroseigerungen verursachten lokalen Abweichungen in der chemischen Zusammensetzung zu keinen eutektischen Anschmelzungen in den Nachfolgeprozessen führen. Daher erfolgt die Messung der Makroseigerung für jedes einzelne Hauptlegierungselement. Auf Basis dieser Untersuchungen soll ein Toleranzfenster für jedes einzelne Legierungselement für die thermodynamischen Berechnungen definiert werden, innerhalb dessen es keine Legierungselementkombination geben darf, die bei den nachfolgenden Hochtemperaturglühungen zu Anschmelzungen führen kann.

Es wird dabei die Entwicklung der Makroseigerung durch die gesamte Prozesskette im Walzwerk verfolgt:

- Analyse der Hauptlegierungselemente über die Barrenbreite und -dicke am homogenisierten Walzbarren
- Verteilung der Legierungselemente über die Plattendicke bei 100 mm nach dem Warmwalzen
- Verteilung der Legierungselemente über die Blechdicke bei 1,60 mm am Endprodukt
- Gegenüberstellung der Chargenanalyse und des Mittelwert der chemischen Zusammensetzung über die Dicke, in Abhängigkeit der Prozessschritte

# 6.1 Verteilung der Legierungselemente im homogenisierten Walzbarren

Es wurde aus einem homogenisierten 2024-Walzbarren im eine Querschnittsprobe herausgesägt (siehe Abbildung 37) und über die Plattenbreite und -dicke in definierten Abständen mit einem Bohrer Probenmaterial entnommen, welches für die nasschemische Bestimmung der Analyse Einsatz fand.



 $\leftarrow$ Barrenbreite  $\rightarrow$ 



Die Anzahl und Position dieser Entnahmestellen aus dem Walzbarren und deren Nomenklatur für die anschließenden Auswertungen sind schematisch in Abbildung 38 dargestellt.



Abbildung 38: Schematische Darstellung der Probenpositionen über den Barrenquerschnitt verwendet für die nasschemische Analyse der Hauptlegierungselemente

In den folgenden Tabellen (siehe Tabelle 2, Tabelle 3 und Tabelle 4) sind für die Hauptlegierungselemente Kupfer, Magnesium und Mangan die Ergebnisse der Untersuchungen im Detail dargestellt. Dieselbe Systematik der Auswertung wurde auch bei der Bestimmung des Makroseigerungsverlaufs für die Elemente Eisen, Silizium und Zink angewendet. Aus Gründen der Übersichtlichkeit sind diese Ergebnisse im Anhang angeführt (siehe Kapitel 14.1, 14.2, 14.3).

#### 6.1.1 Kupferverteilung

In Tabelle 2 ist der Cu-Gehalt des homogenisierten Walzbarrens über die Barrendicke und -breite entsprechend der Probenentnahmematrix (siehe Abbildung 38) dargestellt. In der für diesen Versuch herangezogenen Charge, aus welcher der analysierte Walzbarren stammt, wurde der Cu-Gehalt mit 4,33 % bestimmt.

Kupferve	rteilung im W	alzbarren				Barrenbreite				Differenz min-max
			1	2	3	Mitte	5	6	7	über Barrenbreite
0er	Ober	seite	4,32	4,32	4,30	4,37	4,29	4,27	4,29	0,10
g ük		2/7	4,29 4,26		4,22	4,18	4,27	4,22	4,35	0,17
r. zun licke	0	3/7	4,34	4,22	4,20	4,17	4,17 4,24 4,19		4,25	0,17
hen nset end	Tiefe	4/7	4,28	3,79	3,72	3,72	3,73	3,85	4,28	0,56
C mei 3arr		5/7	4,31	4,15	4,21	4,18	4,20	4,21	4,26	0,16
F		6/7	4,31	4,18	4,17	4,17	4,24	4,26	4,38	0,21
snz	Unter	rseite	4,45	4,44	4,34	4,28	4,33	4,06	4,11	0,39
	Differenz über Bar	min-max rendicke	0,17	0,65	0,62	0,65	0,60	0,42	0,24	min-max Gesamt 3,72 % - 4,45 % = 0,73 %

Tabelle 2: Kupferverteilung in Gewichtsprozent (Gew.%) über die Barrendicke und -breite im homogenisierten Walzbarren

Aufgrund der Verteilung des Kupfergehaltes über die Walzbarrendicke und -breite, ergibt sich folgende Abweichung von der Chargenanalyse: **4,33** % <sup>+0,12/-0,61</sup> % Unter Berücksichtigung von typischen Schwankungsbreiten des Ist-Gehaltes im industriellen Prozess und unter Berücksichtigung der dadurch bedingten Makroseigerungen im abgegossenen Walzbarren ist eine ΔCu<sub>max</sub> von 1 % zu erwarten.

#### 6.1.2 Magnesiumverteilung

In Tabelle 3 ist der Mg-Gehalt des homogenisierten Walzbarrens über die Barrendicke und -breite entsprechend der Probenentnahmematrix (siehe Abbildung 38) dargestellt. In der für diesen Versuch herangezogenen Charge, aus welcher der analysierte Walzbarren stammt, wurde der Mg-Gehalt mit 1,41 % bestimmt.

Magnesium	verteilung im	Walzbarren				Barrenbreite				Differenz min-max
			1	2	3	Mitte	5	6	7	über Barrenbreite
0er	Ober	seite	1,44	1,45	1,45	1,47	1,45	1,44	1,45	0,03
g ük		2/7	1,42	1,41	1,40	1,39	1,43	1,41	1,45	0,06
r. zun icke		3/7	1,47	1,44	1,43	1,43	1,44	1,43	1,45	0,04
hen nset end	liefe	4/7	1,42	1,30	1,29	1,29	1,29	1,33	1,43	0,14
C mei 3arr		5/7	1,41	1,37	1,39	1,38	1,39	1,39	1,41	0,04
E		6/7	1,45	1,41	1,41	1,41	1,42	1,43	1,46	0,05
snz	Unte	rseite	1,48	1,49	1,46	1,46	1,48	1,41	1,40	0,09
	Differenz über Bar	min-max rendicke	0,07	0,19	0,17	0,18	0,19	0,11	0,06	min-max Gesamt 1,29 % - 1,49 % = 0,20 %

Tabelle 3: Magnesiumverteilung in Gew.% über die Barrendicke und -breite im homogenisierten Walzbarren

Aufgrund der Verteilung des Magnesiums über die Walzbarrendicke und -breite ergibt sich folgende Abweichung von der Chargenanalyse: **1,41** % <sup>+0,08/-0,12</sup> % Unter Berücksichtigung von typischen Schwankungsbreiten des Ist-Gehaltes im industriellen Prozess und unter Berücksichtigung der dadurch bedingten Makroseigerungen im abgegossenen Walzbarren ist eine ΔMg<sub>max</sub> von 0,5 % zu erwarten.

#### 6.1.3 Manganverteilung

In Tabelle 4 ist der Mn-Gehalt des homogenisierten Walzbarrens über die Barrendicke und-breite entsprechend der Probenentnahmematrix (siehe Abbildung 38) dargestellt. In der für diesen Versuch herangezogenen Charge, aus welcher der analysierte Walzbarren stammt, wurde der Mn-Gehalt mit 0,43 % bestimmt.

Mangane	rteilung im W	'alzbarren				Barrenbreite				Differenz min-max
			1	2	3	Mitte	5	6	7	über Barrenbreite
ber	Ober	rseite	0,42	0,42	0,41	0,42	0,42	0,42	0,42	0,01
ß üt		2/7	0,42	0,41	0,41	0,41	0,41	0,41	0,43	0,02
ר. zun licke	0	3/7	0,42	0,42	0,42	0,42	0,42	0,42	0,42	0,00
hen nset end	liefe	4/7	0,42	0,41	0,42	0,42	0,41	0,41	0,41	0,01
C mei 3arr	F	5/7	0,42	0,42	0,42	0,42	0,42	0,42	0,42	0,00
sam		6/7	0,42	0,42	0,42	0,42	0,41	0,41	0,41	0,01
snz	Unterseite		0,41	0,41	0,40	0,41	0,41	0,41	0,41	0,01
	Differenz über Bar	min-max rendicke	0,01	0,01	0,02	0,01	0,01	0,01	0,02	min-max Gesamt 0,40 % - 0,43 % = 0,03 %

Tabelle 4: Manganerteilung in Gew.% über die Barrendicke und -breite im homogenisierten Walzbarren

Aufgrund der Verteilung des Mangans über die Walzbarrendicke und -breite ergibt sich folgende Abweichung von der Chargenanalyse: 0,43 % <sup>+0,00/-0,03 %</sup> Unter Berücksichtigung von typischen Schwankungsbreiten des Ist-Gehaltes im industriellen Prozess und unter Berücksichtigung der dadurch bedingten Makroseigerungen im abgegossenen Walzbarren ist eine ΔMn<sub>max</sub> von 0,25 % zu erwarten.

## 6.2 Verteilung der Legierungselemente über die Plattendicke

Da sich an den Makroseigerungsmessungen am homogenisierten Walzbarren bereits gezeigt hat, dass die größten Abweichungen von der Chargenanalyse über die Barrendicke verzeichnet werden, wird bei den weiteren Messungen im Verlauf der Prozesskette auf die Bestimmung der chemischen Zusammensetzung über die Breite verzichtet und diese nur mehr über die Barrendicke aufgenommen. Bezogen auf den Barrenquerschnitt bedeutet dies, dass lediglich die Position Mitte (Positionsbezeichnung siehe Abbildung 38) für die Messung der Makroseigerung über die Barrendicke Berücksichtigung fand.

Die Probennahme für diese Untersuchung erfolgte nach dem Aufheizen des homogenisierten Barrens auf Warmwalztemperatur mit anschließendem Walzen auf Zieldicke 100 mm. In Tabelle 5 sind die Ergebnisse der nasschemischen Bestimmung des Legierungsgehaltes für die untersuchten Elemente über die Plattendicke dargestellt.

V	erteilung d	er		Proben e	entnommen	aus der Pla	ttenmitte	
Legie über die Pl	erungselem attendicke	ente = 100 mm	Si [%]	Fe [%]	Cu [%]	Mn [%]	Mg [%]	Ti [%]
ber	Ober	seite	0,07	0,12	4,33	0,43	1,46	0,02
e ül		2/7	0,07	0,11	4,17	0,42	1,42	0,02
ר zun <sub>i</sub>	0	3/7	0,07	0,11	4,13	0,43	1,42	0,02
hem nset cend	liefe	4/7	0,06	0,10	3,80	0,42	1,35	0,02
C mer latt		5/7	0,07	0,11	4,33	0,42	1,49	0,02
E		6/7	0,06	0,11	4,18	0,42	1,46	0,02
snz	Unte	rseite	0,07	0,11	4,21	0,42	1,46	0,02
				r	r	1	1	1
	Differenz über Plat	min-max ttendicke	0,01	0,02	0,53	0,01	0,14	0,00

Tabelle 5: Verteilung der Legierungselemente über die Plattendicke = 100 mm

## 6.3 Verteilung der Legierungselemente über die Blechdicke

Analog zur vorhergehenden Analyse der Legierungselemente über die Plattendicke wurde der Verlauf der Elemente am kaltgewalzten Endprodukt bei einer Dicke von 1,6 mm im Zustand T3 nach dem Lösungsglühen aufgenommen. Die Herstellung der Proben für die nasschemische Analyse fand ausgehend von der Oberfläche durch Abtrag in 0,2-mm-Schritten statt. Dadurch ergeben sich im Unterschied zu den vorhergehenden Untersuchungen nun acht anstelle von sieben Proben über die Blechdicke. Die dadurch erhaltenen Messwerte sind in Tabelle 6 wiedergegeben.

V	erteilung d	er		Prober	entnomme	en aus der B	andmitte	
Legie am Endp	erungselem produkt (Di mm)	ente cke 1,60	Si [%]	Fe [%]	Cu [%]	Mn [%]	Mg [%]	Zn [%]
ng	Ober	seite	0,07	0,12	4,35	0,43	1,43	0,06
:tzu e		2/8	0,07	0,11	4,24	0,42	1,41	0,06
ense dick		3/8	0,07	0,11	4,24	0,42	1,41	0,06
ame	Tiefe	4/8	0,06	0,10	3,98	0,42	1,36	0,06
sam Ble		5/8	0,06	0,10	3,98	0,42	1,36	0,06
. Zu iber		6/8	0,07	0,11	4,23	0,42	1,41	0,06
ë		7/8	0,07	0,11	4,26	0,42	1,41	0,06
ch	Unte	rseite	0,07	0,11	4,33	0,42	1,42	0,06
	n			1	1		1	r
	Differenz bei Endd m	min-max icke 1,60 m	0,01	0,02	0,37	0,01	0,07	0,00

**Tabelle 6:** Verteilung der Legierungselemente über die Blechdicke am Endprodukt bei einer Dickevon 1,60 mm

#### 6.4 Diskussion

Generell stellt man nahe der Oberfläche des Walzbarrens gegenüber der Chargenanalyse leicht erhöhte Analysen der Hauptlegierungselemente Kupfer und Magnesium fest, während in der Barrenmitte deutlich geringere gemessen werden. Der Bereich 1/4 unter der Oberfläche und 1/3 in der Barrenbreite ist in der chemischen Zusammensetzung repräsentativ für die Chargenanalyse. Die ermittelten Unterschiede in der Analyse über die Barrendicke und -breite bleiben bis zum Endprodukt bestehen. Es konnte ein gewisser Ausgleich der Makroseigerungen am Endprodukt mit 1,6 mm Dicke festgestellt werden (siehe Abbildung 39). Es ist jedoch eher davon auszugehen, dass die Zone mit den stärksten Makroseigerungen, in der Mitte des Barrenquerschnitts, bei einer Dicke von 1,60 mm nicht präzise getroffen wird und somit die umgebenden Materialbereich bei der Analyse mit vermessen werden. Die Darstellung in Abbildung 39 gibt die Differenz zwischen maximalem und minimalem Analysewert über die Dicke für die Hauptlegierungselemente Kupfer, Magnesium und Mangan wieder.



Abbildung 39: Darstellung maximaler minus minimaler Analysewert über die Dicke für die Hauptlegierungselemente Cu, Mg und Mn

Alle Wärmebehandlungsschritte über die gesamte Fertigungskette müssen dahingehend ausgelegt werden, dass bei keiner Legierungskombination innerhalb des 2024-Toleranzfeldes und des bedingt durch Makroseigerungen erweiterten Toleranzfeldes, Anschmelzungen im Gefüge auftreten (siehe *Pandat*-Berechnungen – Kapitel 7).

Die hier gemessenen Abweichungen von der Chargenanalyse über die Barrendicke mit einem Minimum in der Barrenmitte ist ein bekanntes Phänomen beim Gießen von Walzbarren und wird als umgekehrte Blockseigerung bezeichnet. Das durch die Erstarrungsschrumpfung bedingte Einsickern von Restschmelze in Richtung Solidusfläche verursacht dabei das für Stranggussbarren charakteristische Phänomen. Es bewirkt, dass in der Mittelzone die meisten Legierungselemente eine bis zu 10 % niedrigere Konzentration aufweisen können als in der Außenzone (siehe Abbildung 39). <sup>[43, 92-95]</sup>



Abbildung 40: Umgekehrte Blockseigerung im System Al-Cu<sup>[92]</sup>

Erfolgt die Erstarrung beim Stranggießen mit tiefem Sumpf, also bei großen Barrendurchmessern und hohen Gießgeschwindigkeiten, so ist diese interdendritische Restschmelzebewegung stark von innen nach außen gerichtet, da sie senkrecht zur Liquidusfläche verläuft. Die Legierungselemente werden also vom Barreninneren in die Außenzonen transportiert, wo entsprechende Anreicherungen nachzuweisen sind. Dem entspricht eine Verarmung der Legierungselemente in der Barrenmitte. Durch langsames Gießen mit flachem Sumpf lässt sich die umgekehrte Blockseigerung einschränken<sup>[43]</sup>.

## 7 Thermodynamische Berechnungen

Im vorhergenden Kapitel wurde durch Messung der Verteilung der Legierungselemente über die Barrendicke und -breite eine Abweichung des Ist-Gehaltes von der mittleren Chargenanalyse festgestellt. Diese Veränderung ist insbesondere für die Hauptlegierungselemente Kupfer und Magnesium besonders deutlich ausgeprägt. Für jedes der analysierten Elemente ist bei der Erschmelzung von AA2024 ein Toleranzfenster angegeben, innerhalb dessen die Chargenanalyse liegen muss. Die chemische Zusammensetzung der betrachteten Modelllegierung ist in Tabelle 7 angegeben. Beim anschließenden Abguss kommt es jedoch aufgrund des Phänomens der umgekehrten Blockseigerung zu einer starken lokalen Abweichung im erstarrten Block von dieser Chargenanalyse. Durch Bestimmung dieser systematischen Veränderung des Ist-Legierungsgehaltes im erstarrten Block von der Chargenanalyse ist es möglich einen Streubereich zu definieren, innerhalb dessen die Elemente variieren können (siehe Kapitel 6).

Chemische Zusammensetzung – Legierung 2024 Varianten in Gew.%													
AI	Al Si Fe Cu Mn Mg Cr Zn Ti												
	Chemische Zusammensetzung der Modelllegierung für PANDAT Berechnung												
93,446 0,05 0,10 4,30 0,50 1,45 0,025 0,10 0,029													

# **Tabelle 7:** Chemische Zusammensetzung der für die PANDAT Berechnung herangezogeneModelllegierung

Dieser für jedes Legierungselement definierte Streubereich dient nun als Berechnungsfenster für die thermodynamischen Kalkulationen, da sichergestellt werden muss, dass keine nachfolgende Wärmebehandlungen aufgrund ungünstiger durch Makroseigerungen bedingter lokaler Legierungselementkombinationen zu Anschmelzungen führt.

Die analysierte Modelllegierung ist stöchiometrisch mit Kupfer unterlegiert. Die maximale Kupferlöslichkeit beträgt in diesem System 4,6 % (siehe Abbildung 41). Dies bedeutet hinsichtlich des Cu-Gehaltes der Modelllegierung (Cu-Gehalt 4,30 %), dass unter Berücksichtigung der in den Primärausscheidungen abgebundenen Menge an Legierungselementen die maximale Festigkeit nicht erreicht werden kann. Bei optimaler Temperaturführung können hingegen alle Elemente vollständig im Aluminium-Mischkristall aufgelöst werden, ohne dass ein Überschuss an den Korngrenzen, in Form von intermetallischen Phasen ausgeschieden, vorliegt. Grobe Ausscheidungen leisten keinen Beitrag zur Festigkeit, bilden einen bevorzugten Risspfad entlang den Korngrenzen und verschlechtern dadurch die dynamischen Eigenschaften Bruchzähigkeit und Rissfortschritt. Die Modelllegierung bietet die Möglichkeit zur Verbesserung der dynamischen

Eigenschaften bei gleichzeitigem Nicht-Ausschöpfen des vollen Legierungspotenzials hinsichtlich der statischen mechanischen Eigenschaften, da bei optimaler Temperaturführung kein Legierungselementüberschuss vorhanden ist.



Abbildung 41: Phasendiagramm mit Variation des Cu-Gehaltes der gewählten Modelllegierung

Die für die Bruchzähigkeit kritische S-Phase (Al<sub>2</sub>CuMg) löst sich im Legierungsfenster der gewählten chemischen Zusammensetzung bei durchschnittlichen Magnesiumgehalten bei ~ 475 °C auf (siehe schwarze Linie in Abbildung 42). Die Homogenisierung sollte bei einer Temperatur, welche eine vollständige Auflösung der S-Phase ermöglicht, ablaufen. Eine entsprechende Temperaturerhöhung bei der Homogenisierung, auf Werte deutlich oberhalb der S-Phasen-Auflösungslinie, wird daher in diesem Legierungssystem positive Auswirkungen auf die Produkteigenschaften haben.



Abbildung 42: Phasendiagramm mit Variation des Kupfergehaltes der Modelllegierung; schwarz eingezeichnet die Auflösungslinie der S-Phase

Die Auflösungslinie der S-Phase ist stark vom aktuellen Magnesiumgehalt abhängig (siehe Abbildung 43). Aufgrund der starken Temperaturabhängigkeit der S-Phasen-Auflösungslinie kann geschlossen werden, dass als optimale Homogenisierungstemperatur > 490 °C gewählt werden sollte, um unabhängig von der aktuellen Magnesiumzusammensetzung eine vollständige Auflösung der S-Phase zu gewährleisten.



Abbildung 43: Phasendiagramm mit Variation des Mg-Gehalte; schwarz hervorgehoben die Auflösungslinie der S-Phase in Abhängigkeit des Magnesiumgehaltes

Der Kupfer- und Magnesiumgehalt hat einen signifikanten Einfluss auf die Solidustemperatur, wohingegen der Mangangehalt nur geringen Auswirkungen besitzt (siehe Abbildung 44). Mit steigenden Gehalten an Kupfer und Magnesium sinkt die Solidustemperatur stark ab (siehe Abbildung 41 und Abbildung 43).



Abbildung 44: Phasendiagramm mit Variation des Mangangehaltes

Basierend auf den Erkenntnissen, dass die Hauptlegierungsbestandteile Kupfer und Magnesium den deutlichsten Einfluss auf die Solidustemperatur haben, werden diese beiden Elemente bei konstanter Temperatur variiert, um festzustellen, ob ungünstige Kupfer-Magnesium-Verhältnisse unter Prozessbedingungen zu Anschmelzungen führen können.

Bei einer Temperatur von 510 °C sind bei der Modelllegierung Anschmelzungen unter Berücksichtigung des Legierungsfensters und der damit verbundenen Makroseigerungen nur im Bereich hoher Kupfer- und Magnesiumgehalte zu erwarten (siehe Abbildung 45). Eine Temperatur von 510 °C darf daher in keinem Prozessschritt erreicht bzw. überschritten werden.



Abbildung 45: Isothermer Schnitte bei 510 °C mit Variation des Kupfer- und Magnesiumgehaltes für das gewählte Legierungssystem

Eine Temperatur von 505 °C sollte, basierend auf diesen Kalkulationen im gewählten Legierungssystem auch unter Betriebsbedingungen realisierbar sein. Es wurden hierbei alle Begleitelemente bei der Berechnung auf deren Maximalwert gemäß Legierungstoleranzfeld gesetzt, um die möglichen Legierungsextrema und deren Einfluss auf die Solidustemperatur zu testen (siehe Abbildung 46).



Abbildung 46: Isothermer Schnitt bei 505 °C mit Variation des Kupfer- und Magnesiumgehaltes im gewählten Legierungssystem; alle Begleitelemente am Maximum gemäß Legierungstoleranzfeld

Isotherme Schnitte mit Variation der Elemente Magnesium und Mangan sowie der Elemente Eisen und Silizium zeigen, dass diese Legierungselementkombinationen keinen entscheidenden Einfluss auf die Solidustemperatur haben. Bei Variation Magnesium und Mangan treten bis zu einer Temperatur von 510 °C sowie bei Variation Eisen und Silizium bis 515 °C keine Anschmelzungen auf (siehe Abbildung 47).



Abbildung 47: Isothermer Schnitte im gewählten Legierungssystem (a) bei 510 °C mit Variation des Magnesium- und des Mangangehaltes und (b) 515 °C mit Variation des Eisen- und Siliziumgehaltes

54

# 8 Homogenisierung

Die thermodynamischen Berechnungen haben aufgezeigt, dass bei der Modelllegierung auch unter den ungünstigsten Legierungselementkombinationen bis zu einer Temperatur von 505 °C keine Anschmelzungen auftreten. In Laborversuchen galt es daher auszutesten, wie sich die Homogenisierungstemperatur auf das Mikrogefüge auswirkt und schließlich der Einfluss dessen auf die Werkstoffeigenschaften im Endzustand T3 zu charakterisieren.

## 8.1 Charakterisierung des Gefüges

#### 8.1.1 Gusszustand

In einem Barren der Legierung AA2024 werden im Gusszustand in der Regel Al(Mn,Fe)Si-, Mg<sub>2</sub>Si-, Al<sub>2</sub>Cu- und Al<sub>2</sub>CuMg- und mitunter (Fe,Mn)Al<sub>3</sub>- oder (Mn,Fe)Al<sub>6</sub>-Phasen vorgefunden. In Abbildung 48 ist ein Ausschnitt über jene Bereiche dargestellt, welche im erstarrten Zustand üblicherweise vorliegen. Die Mengenanteile der mangan- und eisenhaltigen Bestandteile kann durch Abbildung 49 nicht repräsentativ wiedergegeben werden, da diese Ausscheidungen gleichmäßig über den gesamten Barren vorliegen.<sup>[15, 96-98]</sup>



**Abbildung 48:** Exemplarische Opticast-Probe, genommen beim Abguss einer Charge 2024; REM-LIM Aufnahme ungeätzt; bei ~ 500-facher Vergrößerung<sup>[96]</sup>

In diesem Legierungssystem beginnt sich das ursprüngliche dendritische Netzwerk bereits in einem frühen Stadion der Erstarrung auszubilden. Die Dendriten sind daher während des Abguss über einen weiten Temperaturbereich in direktem Kontakt mit dem flüssigen Metall, wodurch es zu ausgeprägten Mikroseigerungen kommt.

#### 8.1.2 Nach der Homogenisierung

Nach der Homogenisierung gilt es, die im Gusszustand erzeugten Konzentrationsunterschiede auszugleichen, um dadurch eine Vergleichmäßigung der Materialeigenschaften zu erzielen. Diese Wärmebehandlung wird üblicherweise bei Temperaturen knapp unterhalb der Solidustemperatur durchgeführt mit dem Ziel, möglichst alle löslichen Gefügebestandteile vollständig aufzulösen. Es wird dabei ein Großteil der kupfer- und magnesiumhaltigen Ausscheidungen aufgelöst, wobei geringe Anteile der Phasen Al<sub>2</sub>Cu und Al<sub>2</sub>CuMg unaufgelöst im Gefüge zurückbleiben. Al(Mn,Fe)Si ist die prinzipielle eisenhaltige Verbindung und nicht auflösbar. Alle eisenhaltigen Phasen werden jedoch im Laufe der Homogenisierung langsam in Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe umgewandelt, wobei Anteile von Mg<sub>2</sub>Si erhalten bleiben. Gleichzeitig wird Mangan aus dem Mischkristall als Cu<sub>2</sub>Mn<sub>3</sub>Al<sub>20</sub> ausgeschieden. <sup>[15, 97-99]</sup>

Ein Beispiel für die nach der Homogenisierung entstandene Mikrostruktur ist in Abbildung 49 dargestellt. Die sichtbaren groben Sekundärausscheidungen sind aufgrund der langsamen Barrenabkühlung nach der Homogenisierung entstanden und können der Phase Al<sub>2</sub>CuMg zugeordnet werden.<sup>[15, 96]</sup>





56

## 8.2 Laborhomogenisierungsversuche

Dazu wurde eine Charge der Legierung 2024 abgegossen und auf Raumtemperatur abgekühlt. Im abgegossenen Zustand kann aus Sicherheitsgründen (Kaltrissneigung der Barren) keine Probe genommen werden. Daher wurde ein Barren einer Entspannungsglühung unterzogen und aus diesem Material eine Scheibe über den gesamten Barrenquerschnitt herausgesägt. Diese konnte für die anschließenden Laborhomogenisierungsversuche herangezogen werden. Die Probennahme erfolgt dabei aus der Position W/3 (W = Breite des Gussbarrens) und T/4 (T = Dicke des Gussbarrens), da sich im Rahmen der Analyse der Makroseigerungen gezeigt hat (siehe Kapitel 6), dass diese Position hinsichtlich der Seigerungsverläufe eine repräsentative Position darstellt. Bei Dicke T/4 ist der Barren aufgrund der Makroseigerungen an Legierungselementen angereichert und wird deshalb am deutlichsten auf Auflösungs- und Ausscheidungsvorgänge reagieren. Die Position T/2 ist aufgrund der umgekehrten Blockseigerung an Legierungselementen deutlich verarmt (siehe Kapitel 6) und daher auch nicht jener Bereich im Barren, der am empfindlichsten auf Wärmebehandlungen reagiert (siehe *Pandat*-Berechnungen Kapitel 7). <sup>[100]</sup>

Weiteres erfolgte beim Abgießen der Barren aus der Gießrinne eine Probenentnahme (Opticast Probe), um das Gussgefüge zu charakterisieren. Von besonderer Bedeutung ist diese Probe auch dahingehend, weil anhand dieser die Auswirkungen einer Homogenisierung auf das Mikrogefüge nach dem Abguss dargestellt werden kann.

#### 8.2.1 Versuchsdurchführung und Auswertung

Die aus dem entspannungsglühten Barren entnommen Proben wurden mit einer Aufheizrate, die typischerweise bei industriellen Bedingungen an einem Walzbarren mit 8 t gemessen wird, auf die gewünschte Homogenisierungstemperatur gebracht und nach einer Haltezeit von 25 h mit kaltem Wasser auf Raumtemperatur abgeschreckt. Das schnelle Abkühlen dient dazu, das Entstehen von Sekundärausscheidungen zu unterdrücken, sodass bei der anschließenden Auswertung der Gefügebilder eine Verfälschung durch sich bei der Abkühlung der Probe ausbildende Phasen vermieden wird. Daher erfolgt bei einer bildanalytischen Auswertung am REM ausschließlich das Vermessen des Flächenanteils der Primärphasen.

Die Homogenisierung im Labor erfolgte mit folgenden Temperatur-Zeit-Zyklen:

- 430 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser
- 470 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser
- 480 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser
- 490 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser
- 500 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser

Es wird auf den folgenden Seiten anhand der Homogenisierungsvarianten 430 °C / 25 h und 500 °C / 25 h die Methodik der Auswertung erläutert und die Auswirkung der Homogenisierungstemperatur auf die Mikrostruktur dargestellt. Aus Gründen der Übersichtlichkeit sind die Detailergebnisse der anderen Messungen (470 °C, 480 °C und 490 °C) dem Anhang zu entnehmen.

#### Vergleichende Darstellung des Gefüges in Abhängigkeit von der Homogenisierungstemperatur:

Die Beurteilung der Gefügebilder erfolgte am Lichtmikroskop (siehe Abbildung 50 und Abbildung 51), da man sich dadurch einen guten Überblick von den Auswirkungen der unterschiedlichen Wärmebehandlungszyklen auf das Mikrogefüge hinsichtlich des Flächenanteils unaufgelöster Primärphasen machen kann.



Abbildung 50: Lichtmikroskopische Aufnahmen nach einer Homogenisierung im Labor mit 430 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser



Abbildung 51: Lichtmikroskopische Aufnahmen nach einer Homogenisierung im Labor mit 500 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser

Eine detaillierte Auswertung sowohl über den Flächenanteil der im Gefüge vorliegenden Phasen als auch über deren chemische Zusammensetzung erfolgte am Rasterelektronenmikroskop mit EDX-Analyse der Ausscheidungen. Dabei wurde am REM eine Fläche definiert, innerhalb derer mittels EDX eine Charakterisierung jeder vorhandene Phase erfolgte. Repräsentative Auszüge aus den am REM untersuchten Gefügebildern sind in Abbildung 52 und Abbildung 53 angeführt.



Abbildung 52: Repräsentativer Auszug für die statistische Auswertung am REM verwendeter Bilder; Homogenisierung 430 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser.



Abbildung 53: Repräsentativer Auszug für die statistische Auswertung am REM verwendeter Bilder; Homogenisierung 500 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser

In Abbildung 54 ist eine statistische Auswertung über jede vorliegende Phase angeführt, wobei anhand der roten Punkte, die für Phasen des Typs Al-Cu-Mg stehen, sichtbar wird, dass auf diesen Ausscheidungstyp der Großteil entfällt. Ebenso sind die Phasen vom Typ Al-Cu-Fe (grün) und Al-Cu (blau) dargestellt.



**Abbildung 54:** Verteilung der Primärausscheidungen; (a) Homogenisierung 430 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser; (b) Homogenisierung 500 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser

Mittels EDX-Analyse wurde von jeder im Gefüge vorliegenden intermetallischen Phase die chemische Zusammensetzung bestimmt und deren jeweilige Fläche vermessen. Die vorgefundenen Bereiche wurden entsprechend ihrer chemischen Zusammensetzung bestimmten Typen von Ausscheidungen zugeordnet. Durch Kombination der Informationen über die mittlere chemische Zusammensetzung des jeweiligen Phasentyps und dem Gesamtflächenanteil von diesem im Gefüge kann abgeschätzt werden, wie hoch der Anteil der Hauptlegierungselemente ist, der in den Ausscheidungen abgebunden ist. Durch Subtrahieren des Anteils von der Chargenzusammensetzung des jeweiligen Elements kann der Anteil an Legierungselementen beurteilt werden, der nicht in den Primärausscheidungen abgebunden ist und somit für die Aushärtung nach der Lösungsglühung zur Verfügung steht. In den Tabellen Tabelle 8 bis Tabelle 11 ist für die beiden hier beschriebenen Homogenisierungsvarianten die Berechnung im Detail wiedergegeben. Die Detailergebnisse von den anderen Homogenisierungsvarianten sind im Anhang angeführt.

			Al in G	ew.%		(	Cu in G	ew.%		N	1g in G	ew.%	, D	N	1n in G	ew.%	, D	F	e in Ge	w.%		Si	in Gew.	%
		min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Øσ
	Al-Fe,Mn-Si	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
Ч	Mg-Si	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
/ 25	Al-Cu-Mg	46,1	76,8	59,5	6,3	17,3	42,8	32,1	5,1	5,0	13,0	8,5	1,6	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
ာ့င	A-Cu-Fe	51,4	69,1	59 <i>,</i> 8	6,7	22,8	36,6	30,5	4,9									4,2	6,5	5,6	0,8	-	-	
43(	Al-Cu-Mn	65,2	74,0	68,7	4,7	18,3	24,9	22,5	3,7					4,7	5,3	5,0	0,3					-	-	
	Al-Cu	61,0	85,1	75,4	5,4	11,5	39,0	20,7	5,6	3,0	5,0	4,1	0,6	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	

Tabelle 8: Chemische Zusammensetzung der im Gefüge sichtbaren Phasen; REM-Auswertung, Probe: 430 °C / 25 h

		Phasenanteil an	In den Primärpha	sen gebundene Hauptleg	ierungselemente
		Gesamtfläche	Cu in Gew. %	Mg in Gew. %	Mn in Gew.%
	Al-Fe,Mn-Si	0,000	0,000	0,000	0,000
	Mg-Si	0,000	0,000	0,000	0,000
	Al-Cu-Mg	4,833	1,551	0,411	0,000
25h	Al-Cu-Fe	0,057	0,017		
c / 2	Al-Cu-Mn	0,005	0,001		0,000
30 °C	Al-Cu	0,481	0,100	0,020	0,000
43	Gesamt	5,376	1,669	0,431	0,000
	Charger	analyse	4,370	1,480	0,470
	Nicht in den F gebundener Legier	Primärphasen ungselementanteil	2,701	1,049	0,470

 Tabelle 9: Anteil an Legierungselementen gebunden in den detektierten Primärphasen, Probe: 430 °C / 25 h. Berechnung basiert auf der durchschnittlichen chemischen Zusammensetzung aus Tabelle 8.

→ <u>Annahme</u>: Direkte Umrechnung von Flächenprozent in Gewichtsprozent, z.B.: Kupfergehalt in der Al-Cu-Mg-Phase: 4,833 x 0,321 = 1,551 %
			Al in G	ew.%		(	Cu in G	ew.%		N	1g in G	ew.%	/ D	N	In in G	ew.%	/ D	F	e in Ge	ew.%		Si	in Gew.	%	
		min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ
	Al-Fe,Mn-Si	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1	-	-	-	-	1	-	-	-	1
h 5	Mg-Si	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
/ 21	Al-Cu-Mg	38,5	71,2	49,4	6,4	22,0	46,1	38,3	4,6	5,1	12,7	9,8	1,6	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
с С	A-Cu-Fe	50,1	76,1	59,2	6,9	18,1	38,7	30,5	5,0									4,4	9,0	6,5	1,0	-	-	-	-
50(	Al-Cu-Mn	51,8	77,1	64,1	10,8	18,7	37,3	28,0	8,5					3,8	5,5	4,7	0,7					-	-	-	-
	Al-Cu	57,7	82,1	75,5	8,5	15,7	37,7	21,4	7,5	2,0	4,7	3,0	1,3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Tabelle 10: Chemische Zusammensetzung der im Gefüge sichtbaren Phasen; REM-Auswertung, Probe: 500 °C / 25 h

		Phasenanteil an	In den Primärphasen gebundene Hauptlegierungselemente						
		Gesamtfläche	Cu in Gew. %	Mg in Gew. %	Mn in Gew.%				
	Al-Fe,Mn-Si	0,000	0,000	0,000	0,000				
	Mg-Si	0,000	0,000	0,000	0,000				
	Al-Cu-Mg	0,862	0,330	0,084	0,000				
5h	Al-Cu-Fe	0,411	0,125						
c / 2	Al-Cu-Mn	0,034	0,010		0,002				
), 0(	Al-Cu	0,007	0,001	0,000	0,000				
50	Gesamt	1,314	0,467	0,085	0,002				
	Chargenanalyse		4,370	1,480	0,470				
	Nicht in den Primärphasen		3 903	1 395	0 468				
	gebundener Legier	rungselementanteil	3,303	1,355	0,700				

**Tabelle 11:** Anteil an Legierungselementen gebunden in den detektierten Primärphasen, Probe: 500 °C / 25 h. Berechnung basiert auf der<br/>durchschnittlichen chemischen Zusammensetzung aus Tabelle 10.

→ <u>Annahme</u>: Direkte Umrechnung von Flächenprozent in Gewichtsprozent, z.B.: Kupfergehalt in der Al-Cu-Mg-Phase: 0,862 x 0,383 = 0,330 %

#### 8.2.2 Diskussion

Erhöhte Homogenisierungstemperaturen wirken sich signifikant positiv auf das Gefüge aus. Es erfolgt dabei eine Singularisierung, Einformung und Auflösung von Primärausscheidungen.

Im Gussgefüge ist die Phase Al-Cu-Mg dominierend, deren Flächenanteil durch die Homogenisierung deutlich reduziert werden kann. Es ist möglich die Verbindung Al-Cu durch die Homogenisierung gänzlich aufzulösen und ab einer Homogenisierungstemperatur von 490 °C / 25 h kann diese im Gefüge praktisch nicht mehr als Primärphase detektiert werden (siehe Abbildung 55). Im Verlauf der Homogenisierung erfolgt desweiteren ein durchgehender Anstieg des Flächenanteils der Al-Cu-Fe-Phase, welche nach einer Homogenisierung bei 500 °C / 25 h neben Ausscheidungen des Typs Al-Cu-Mg dominierend im Gefüge vorliegt.



Abbildung 55: Anteil Primärphasen an der Gesamtfläche in Abhängigkeit der Laborhomogenisierung (siehe Tabelle 31)

Mit der deutlichen Reduzierung des Gesamtflächenanteils der intermetallischen Phasen nimmt auch der in den Primärphasen gebundene Anteil der Hauptlegierungselemente Kupfer und Magnesium deutlich ab. Daraus ergeben sich bessere Ausgangsbedingungen zur Ausschöpfung des Werkstoffpotenzials (siehe Abbildung 56). Durch das Absinken des Anteils an gebundenen Legierungselementen steigt der für die Aushärtung zur Verfügung stehende Anteil an Legierungselementen an<sup>[9, 15]</sup>. Es ist somit zu erwarten, dass bei vermehrter Auflösung der

Primärphasen auch bessere mechanische Kennwerte am Endprodukt, bei unveränderter chemischer Zusammensetzung, erreicht werden können. Neben einer Steigerung der mechanischen Kennwerte, bei gleichem Legierungsgehalt ist auch eine Verbesserung der Zähigkeit zu erwarten, da weniger spröde Ausscheidungen an den Korngrenzen vorliegen <sup>[3, 9, 15]</sup>. Weiteres kann zur Steigerung der Bruchzähigkeit, bei gleichbleibenden mechanischen Kennwerten, auch der Gehalt an Legierungselementen abgesenkt werden.



Abbildung 56: Anteil der Hauptlegierungselemente Kupfer und Magnesium gebunden in den Primärphasen in Abhängigkeit der Homogenisierung

Nach einer Homogenisierung mit 500 °C / 25 h errechnet sich der Anteil des abgebundenen Kupfers in den Primärphasen zu 0,467 %. Bei einer Chargenanalyse von 4,33 % Kupfer ist der für die Aushärtung zur Verfügung stehende Kupfergehalt somit ~ 3,9 % (siehe Tabelle 11).

Bei keiner der Homogenisierungsvarianten sind Anschmelzungen im Gefüge nachweisbar.

#### Metallkundliche Interpretation:

Homogenisierung ist erst möglich, wenn die Diffusionswege ausreichend kurz sind und die Legierungselemente über eine ausreichend große Diffusionsgeschwindigkeit verfügen. Die Länge der Diffusionswege ist durch die Dendritenarmabstände gegeben, deren Größe wird wiederum durch eine steigende Erstarrungsgeschwindigkeit verringert<sup>[18, 99, 101]</sup>. Elemente mit einer geringen Löslichkeit liegen im Aluminium-Mischkristall nach der Erstarrung übersättigt vor, vorausgesetzt ihr nominelle Gehalt ist höher als die Gleichgewichtslöslichkeit bei ausreichend hoher Erstarrungsgeschwindigkeit. Die Elemente Eisen und Mangan sind nach industrieller Erstarrung mittels Strangguss, insbesondere in den rasch abgekühlten Außenzonen, stark übersättigt<sup>[18]</sup>. Die Homogenisierung bewirkt ein Verschieben der Mikrostruktur in Richtung des thermodynamischen Gleichgewichtes. Jedoch kann bei den langsam diffundierenden Elementen Mangan, Eisen und Chrom ein Konzentrationsausgleich, selbst bei Homogenisierung knapp unterhalb der Solidustemperatur, auch nach langen Haltezeiten (mehrere Tage), noch nicht erreicht sein<sup>[101]</sup>.

Anhand des Legierungssystems Al-Fe und Al-Si wurde in zahlreichen Studien die Eisenübersättigung im Aluminium-Mischkristall in Abhängigkeit von der Erstarrungsgeschwindigkeit nachgewiesen<sup>[99, 101-103]</sup>. In Abbildung 57 ist der Abbau der Eisenübersättigung durch Homogenisierung anhand der Legierungssysteme Al-0,43Fe und Al-0,43Fe-0,56Si dargestellt. Die Verringerung der Übersättigung wird dabei durch Siliziumzugabe, erhöhte Temperatur und Kaltverformung beschleunigt <sup>[18, 101]</sup>.



**Abbildung 57:** Ausscheidung von Eisen aus an Fe-Übersättigten AlFe(Si)-Legierungen durch Homogenisierung<sup>[101]</sup>

66

Es wird daher vermutet, dass der kontinuierliche Anstieg der Al-Cu-Fe-Phase im Verlauf der Wärmebehandlung nun durch zwei Phänomene bedingt ist:

- Das Eisen liegt im Aluminium-Mischkristall übersättigt vor und wird im Laufe der Homogenisierung in Form der intermetallischen Phase Al-Cu-Fe ausgeschieden. Aufgrund der langsamen Diffusionsgeschwindigkeit des Eisens kann davon ausgegangen werden, dass selbst nach einer Homogenisierung bei 500 °C / 25 h noch nicht das thermodynamische Gleichgewicht erreicht ist und im Verlauf jeder weiteren Wärmebehandlung eine Ausscheidung des Eisens aus dem Aluminium-Mischkristall erfolgt. Dies wird aufgrund des der Homogenisierung folgende Warm- und Kaltwalzens noch beschleunigt.
- Durch das Auflösen der Al-Cu-Mg- und Al-Cu-Phase nimmt der Kupfer- und Magnesiumgehalt im Aluminium-Mischkristall zu, wodurch sich die Eisenlöslichkeit verringert. Daher wird das zuvor noch gelöste Eisen zur Ausscheidung gebracht, was zu einer Zunahme der Eisenphase führt.

Anhand thermodynamischer Berechnungen mit dem Simulationsprogramm PANDAT im System Al-Cu-Fe kann dieser prinzipielle Zusammenhang gezeigt werden. Bei gleichbleibendem Eisengehalt von 0,12 % und bei konstanter Temperatur von 495 °C (Homogenisierungstemperatur) wurde der Kupfergehalt zwischen 0 und 4,5 % variiert. Es erfolgte anschließend die Berechnung der im System bei 495 °C auftretenden Phasen und die Auswertung des Gehalts der Elemente Kupfer und Eisen im Aluminium-Mischkristall (FCC).

Dabei zeigt sich, dass bei steigendem Gehalt an im Aluminium-Mischkristall gelöstem Kupfer (siehe Abbildung 58a) die Eisenlöslichkeit absinkt (siehe Abbildung 58b).



Abbildung 58: PANDAT Berechnung der Elementlöslichkeit im Aluminium-Mischkristall bei 495 °C in Abhängigkeit des Kupfergehaltes in System Al-Cu-Mg bei konstantem Eisengehalt (Fe = 0,12 %); (a) gelöster Kupferanteil und (b) gelöster Eisengehalt im Aluminium-Mischkristall

# 9 Einfluss der Korngröße und -form auf die Materialeigenschaften

Wie im Literaturteil dieser Arbeit beschrieben (siehe Kapitel 4) ist die Aluminiumlegierung AA2024 aufgrund des Kupfergehaltes stark abschreckempfindlich und zeigt eine hohe Anfälligkeit für interkristallinen Korrosionsangriff bei unzureichend rascher Abkühlung auf Raumtemperatur direkt nach dem Lösungsglühen. In einem industriellen Prozess ist es aufgrund der Verwerfungen, die sich durch einen hohen Abschreckgradienten am Band ausbilden, nur bedingt möglich, mit der für beste IK-Beständigkeit notwendigen Abkühlleistung zu produzieren. Daher gilt es durch Änderung der Mikrostruktur das Material abschreckunempfindlicher zu gestalten, ohne jedoch die Legierungstoleranzen für AA2024 zu verletzen.

# 9.1 Versuchsdurchführung

Es wurden zwei Barren aus derselben Charge und somit identer chemischer Zusammensetzung (siehe Tabelle 12) von der AMAG rolling GmbH abgegossen und mit dem schematisch in Abbildung 59 dargestellten Walz- und Wärmebehandlungszyklen produziert <sup>[105]</sup>.

Element	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	
	[Gew.%]	[Gew.%]	[Gew.%]	[Gew.%]	[Gew.%]	[Gew.%]	[Gew.%]	[Gew.%]	
	Aktuelle chemische Zusammensetzung								
	93,49	0,09	0,12	4,32	0,45	1,41	-	0,08	

Tabelle 12: Chemische Zusammensetzung der verwendeten Charge<sup>[104, 105]</sup>

Um den Einfluss der Korngröße und- form auf die Materialeigenschaften zu testen, wurde bei Variante "B" vor der Lösungsglühung eine Zwischenglühung mit dem Ziel eingefügt, die durch die vorangegangene Kaltwalzung entstandenen Streckung des Gefüges in Walzrichtung zu erhalten. Variante "A" wurde hingegen direkt nach dem Kaltwalzen auf die Enddicke von 1,60 mm lösungsgeglüht.<sup>[105]</sup>



**Abbildung 59:** Schematische Darstellung des Herstellprozesses (a) von Variante "A" (Feinkorn, globular) und (b) von Zustand "B" (Grobkorn, in Walzrichtung gestreckt)<sup>[104, 105]</sup>

### 9.2 Korngrößenverteilung

An Blechen im Endzustand T3 wurde von beiden Versuchsvarianten Proben entnommen und anhand dieser die Kornstruktur analysiert, welche sich aufgrund der unterschiedlichen Fertigungsroute im Material eingestellt hat. Eine dreidimensionale Darstellung der unterschiedlichen Korngröße und Kornform der feinkörnigen Variante "A" und dem grobkörnigen und in Walzrichtung (L) gestreckten Zustand "B" ist in Abbildung 60 gezeigt. <sup>[104, 105]</sup>



Abbildung 60: Dreidimensionale Darstellung der Mikrostruktur (a) von Variante "A" (feinkörnig, globular) und (b) "Variante "B" (grobkörnig, in Walzrichtung gestreckt)
 Nomenklatur: L – längs zur Walzrichtung; T – quer zur Walzrichtung; S – in Dickenrichtung<sup>[104, 105]</sup>

Die Unterschiede in der Korngröße in Abhängigkeit von der Walzrichtung wurden im Detail durch Bestimmung der Korngrößenverteilung analysiert. Dabei erfolgte in der jeweiligen Prüfrichtung (L, T und S) am Lichtmikroskop eine repräsentative Aufnahme der Kornstruktur sowie das Anlegen von Messlinien über den Bildausschnitt (siehe schematische Darstellung der Prüfmethode in Abbildung 61). An sämtlichen Kreuzungspunkten dieser Messlinie mit Korngrenzen wurde die Länge des jeweiligen Abschnitts bestimmt. Für die Auswertung kommt es zur Definition von Korngrößenintervalle und der Ermittlung der Anzahl von Körnern, welche diesen jeweiligen Kategorien zugeordnet werden können.



Abbildung 61: Schematische Darstellung der Methode zur Bestimmung der Korngrößenverteilung in der Längsrichtung mit eingezeichneten Messlinien

### 9.2.1 Kornlänge, -breite und -dicke

Die Anzahl der Körner in der jeweiligen Korngrößenkategorie wurde anschließend gegen die definierten Intervalle aufgetragen und mittels Trendlinien der Verlauf wiedergegeben. Diese Darstellung im direkten Vergleich zwischen der feinkörnigen und der grobkörnigen Variante ist in den Prüfrichtungen L, T und S in Abbildung 62, Abbildung 64 und Abbildung 66 angeführt.

Die am Lichtmikroskop aufgenommen Bilder der Kornstruktur in der jeweiligen Prüfrichtung sind in den Abbildung 63 und Abbildung 65 dargestellt. Die statistische Auswertung der mittleren Korngröße mit der Standardabweichung von diesem durchschnittlichen Wert ist in Tabelle 13, Tabelle 14 und Tabelle 15 angegeben.

Ein direkter Vergleich der Korngrößenverteilungen für Kornlänge, -breite und -dicke in Abbildung 62, Abbildung 64 und Abbildung 66 zeigt deutlich, dass bei der grobkörnigen Variante die Mittelwerte zu höheren Werten verschoben sind. Die Steigerung der Korngröße in den Richtungen L, T und S ist in der Gegenüberstellung der Gefügebilder im Längsschliff und Querschliff in Abbildung 63 und Abbildung 65 zu sehen. Die Korndicke ist dabei sowohl in den Aufnahmen in der L-Richtung als auch in der T-Richtung erkennbar. Die Ergebnisse der statistischen Auswertung der Korngrößenverteilung sind in Tabelle 13, Tabelle 14 und Tabelle 15 zusammengefasst und verdeutlicht, dass nicht nur die mittlere Korngröße in den Richtungen L, T und S zunimmt, sondern auch die Streuung von diesem Mittelwert.

#### Kornlänge:



**Abbildung 62**: Korngrößenverteilung in Abhängigkeit von der Kornlänge von Variante "A" (Feinkorn) und "B" (Grobkorn)<sup>[105]</sup>



#### Abbildung 63: Kornstruktur von (a) Variante "A" (Feinkorn) und (b) "B" (Grobkorn) im Längsschliff

	Variante "A" Feinkorn	Variante "B" Grobkorn
Mittelwert	19,1 μm	48,9 μm
Standardabweichung	± 9,2 μm	± 35,7 μm

**Tabelle 13:** Mittelwert und Standardabweichung der feinkörnigen Variante "A" sowie dem<br/>grobkörnigen Zustand "B"<sup>[105]</sup>

### Kornbreite:



**Abbildung 64**: Korngrößenverteilung in Abhängigkeit von der Kornbreite von Variante "A" (Feinkorn) und "B" (Grobkorn)<sup>[105]</sup>



### Abbildung 65: Kornstruktur von (a) Variante "A" (Feinkorn) und (b) "B" (Grobkorn) im Querschliff

	Variante "A" Feinkorn	Variante "B" Grobkorn
Mittelwert	19,1 μm	38,6 μm
Standardabweichung	± 11,5 μm	± 21,6 μm

**Tabelle 14:** Mittelwert und Standardabweichung der feinkörnigen Variante "A" sowie dem<br/>grobkörnigen Zustand "B"<sup>[105]</sup>

### Korndicke:



### **Abbildung 66**: Korngrößenverteilung in Abhängigkeit der Korndicke von Variante "A" (Feinkorn) und "B" (Grobkorn)<sup>[105]</sup>

	Variante "A" Feinkorn	Variante "B" Grobkorn
Mittelwert	13,0 μm	17,0 μm
Standardabweichung	± 6,2 μm	± 7,4 μm

**Tabelle 15:** Mittelwert und Standardabweichung der feinkörnigen Variante "A" sowie dem<br/>grobkörnigen Zustand "B"<sup>[105]</sup>

Die jeweilige Korndicke ist in Abbildung 63 und Abbildung 65 ersichtlich.

### 9.2.2 Diskussion der Korngrößenverteilung

Die vergleichende Analyse der Korngrößenverteilung in Richtung L, T und S zeigt sehr deutlich, dass Variante "A" nicht nur die durchschnittliche Korngröße geringere Werte als bei Variante "B" annimmt, sondern dass auch die Streuung von diesem Mittelwert kleiner ist (Standardabweichung). Dies zeigt sich dadurch, dass die Korngrößenverteilungen von Zustand "A" spitzer sind, wohingegen jene von Variante "B" eine breite Verteilung mit einer großen Streuung von der mittleren Korngröße aufweist.<sup>[105]</sup>

Durch Berechnung des Streckungsverhältnisses wird ersichtlich, dass Variante "B" nicht nur eine gröbere Struktur "A" aufweist, sondern auch in Walzrichtung gestreckt ist, wohingegen Zustand "A" feinkörnig und mit einem Streckungsverhältnis von 1,5 nahezu globular erscheint (siehe Tabelle 16). <sup>[105]</sup>

Los		Korngröße [µm]		Streckungsverhältnis		
	L	т	S	L/S		
Variante "A"	19	19	13	1,5		
Variante "B"	49	39	17	2,9		

**Tabelle 16:** Durchschnittliche Korngröße von Variante "A" und "B" in Richtung L, T und Sund das daraus berechnete Streckungsverhältnis

# 9.3 Interkristalline Korrosion

Aus Literaturangaben ist bekannt (siehe Kapitel 4.3), dass die Kornform einen Einfluss auf die Korrosionsbeständigkeit haben kann. Die beiden mit unterschiedlicher Korngröße und -form hergestellten Lose wurden daher dem Test auf Beständigkeit gegenüber interkristallinem Korrosionsangriff im Endzustand T3 unterzogen.

#### Ergebnis des IK-Tests:

In Abbildung 67 ist das typische Aussehen des Korrosionsangriffes dargestellt. Es zeigt sich bei der feinkörnigen Variante "A" Lochfraß und interkristalliner Korrosionsangriff (Note 2-3) und bei dem grobkörnigen Zustand "B" Lochfraßkorrosion mit nur sehr geringen Anteilen an IK (Note 1-2). Die durchschnittliche Korrosionstiefe beträgt: <sup>[104, 105]</sup>

- Variante "A": 119 μm
- Variante "B": 106 μm





**Abbildung 67:** (a) Typisches Aussehen von Lochfraß und IK von (a) Variante "A" (Feinkorn) und (b) "B" (in WR gestrecktes Grobkorn)<sup>[104, 105]</sup>

### 9.3.1 TEM-Charakterisierung

Im Literaturteil dieser Arbeit wurde auf den Mechanismus der interkristallinen Korrosion eingegangen und insbesondere auf die Bedeutung der Ausscheidungen an den Korngrenzen hingewiesen, die sich durch eine unzureichend schnelle Abschreckung von Lösungsglühtemperatur auf Raumtemperatur bilden können (siehe Kapitel 4). Diese intermetallischen Phasen und die zu langsame Abkühlung bewirken einen ausscheidungsfreien Saum unmittelbar im Anschluss an die Korngrenze. Auf Grund der hohen Bedeutung dieser Ausscheidungen für das Korrosionsverhalten wurde mittels TEM-Analyse untersucht, ob zum einen diese Phasen an den Korngrenzen nachgewiesen werden können und zum anderen, ob diese für die gefundenen Unterschiede in der IK-Beständigkeit zwischen der feinkörnigen und grobkörnigen Variante verantwortlich sein können.

#### Variante "A", globulares Feinkorn:

Feinste Ausscheidungen mit einer durchschnittlichen Größe von ~ 30 nm sind bei Variante "A" teilweise durchgehend entlang der Korngrenze vorhanden (siehe Abbildung 68). Mittels EDX wurde neben Aluminium eine Anreicherung an Kupfer und Magnesium festgestellt und entsprechend Literaturangaben sind diese daher der Al<sub>2</sub>CuMg-Phase zuzuordnen. Es konnte dabei weder direkt angrenzend an diese intermetallischen Phasen ein ausscheidungsfreier Saum visualisiert werden, noch in unmittelbarer Nähe zur Korngrenze. Auch ist keine Kupferverarmung entlang der Korngrenze gemessen zu messen, welche beim Korrosionstest bevorzugt angegriffen und für die interkristalline Korrosion verantwortlich gemacht wird. <sup>[104, 105]</sup>



Abbildung 68: (a) TEM-Gefügeaufnahme einer Korngrenze der feinkörnigen Variante "A",
 (b) vergrößerte Darstellung der Korngrenzenausscheidungen<sup>[104]</sup>

#### Variante "B", in Walzrichtung gestrecktes Korn:

Die feinsten Sekundärausscheidungen an den Korngrenzen wurden auch bei der Variante "B" entdeckt, jedoch in einer weniger dichten Belegung als bei Zustand "A". In der TEM-Dunkelfeldaufnahme (siehe Abbildung 69) ist gut zu erkennen, dass bei Variante "B" die Korngrenze perlschnurartig mit Ausscheidungen belegt ist, jedoch in geringerer Ausprägung als bei "A". Eine ausscheidungsfreien Zone konnte auch hier nicht festgestellt werden. <sup>[104, 105]</sup>



Abbildung 69: TEM-Gefügeaufnahme von Korngrenzenausscheidungen und Dispersoiden, Variante "B"

Ein EDX-Mapping einer repräsentativen Korngrenze ist in Abbildung 70 dargestellt. Die Korngrenzenausscheidungen wurden als reich an Aluminium, Kupfer und Magnesium identifiziert, weshalb es sich gemäß Literaturangaben am wahrscheinlichsten um S-Phasen (Al<sub>2</sub>CuMg) handelt. Dabei sind auch die stäbchenförmigen Ausscheidungen zu erkennen, welche eine Anreicherung an Aluminium, Mangan und Kupfer aufweisen und in der Literatur als Al<sub>20</sub>Cu<sub>2</sub>Mn<sub>3</sub> angeführt werden. Diese Dispersoide liegen im gesamten Gefüge vor und haben eine durchschnittliche Länge von ~ 200 nm. Sie treten scheinbar gleichmäßig verteilt auf und es ist keine bevorzugte Ausscheidung an den Korngrenzen erkennbar. <sup>[104, 105]</sup>



Abbildung 70: EDX-Mapping von Korngrenzenausscheidungen und Dispersoiden<sup>[104]</sup>

### 9.3.2 Seigerung innerhalb des Korns

Mittels EDX-Messungen am REM wurde untersucht, ob es innerhalb eines Korns einen Konzentrationsgradienten vom Korninneren zur Korngrenze hin gibt und weiteres, ob dieser in Abhängigkeit von der Korngröße unterschiedlich ist. Es wurde dabei am REM in einer vergleichenden Untersuchung ein Feinkornmaterial einem Grobkornmaterial gegenübergestellt und jeweils an einigen ausgewählten Körnern durch einen EDX-Line-Scan die Konzentration innerhalb des Korns gemessen. In Abbildung 71 und Abbildung 72 sind REM-Aufnahmen der Mikrostruktur in der L-Richtung angeführt. Es erfolgte die Messung der Konzentrationsgradient innerhalb eines Korns in der Richtung L und normal dazu in der Blechdickenrichtung. Dabei wurden beim Feinkornmaterial die EDX-Messpunkte im Abstand von 2  $\mu$ m voneinander gesetzt (siehe Abbildung 71), während beim grobkörnigen Gefüge im Abstand von 4  $\mu$ m mittels EDX-Analyse die chemische Zusammensetzung bestimmt worden ist (siehe Abbildung 72).

#### Variante "A", globulares Feinkorn:

Abbildung 71 zeigt jenes Korn, welches für die Bestimmung des Konzentrationsprofils mittels EDX-Messung am REM herangezogen worden ist, mit der entsprechenden graphischen Auswertung des Anteils der Hauptlegierungselemente Cu, Mg und Mn innerhalb des Korns entlang der beiden eingezeichneten Linien LS1 und LS2.





Abbildung 71: REM-Darstellung eines Korns und Auswertung der EDX-Analysen in der L- und ST-Richtung einer feinkörnigen Probe

### Variante "B", in Walzrichtung gestrecktes Korn:

Analog der Darstellung der feinkörnigen Variante "A" ist in Abbildung 72 der Anteil der Elemente Cu, Mg und Mn innerhalb des Korns entlang der beiden eingezeichneten Linien LS1 und LS2 aufgetragen.





Abbildung 72: REM-Darstellung eines Korns und Auswertung der EDX-Analysen in der L- und ST-Richtung einer grobkörnigen Probe

### 9.3.3 Korngrenzenausscheidungen vor und nach dem Lösungsglühen

In der Fertigungsroute der Bänder bilden sich bedingt durch die langsame Abkühlung des Bandes auf Raumtemperatur nach dem Warmwalzen im Gefüge die Sekundärausscheidungen in grober Form aus. Im Zustand walzhart vor der Lösungsglühung ist die Mikrostruktur demnach aufgrund des Vorhandenseins von intermetallischen Ausscheidungen gekennzeichnet. Im nachfolgenden Prozessschritt des Lösungsglühens müssen alle leicht auflösbaren Phasen im Aluminium-Mischkristall aufgelöst werden, wobei die Haltezeit auf Temperatur hierbei im industriellen Prozess anlagenbedingt limitiert ist. Die nicht auflösbaren Ausscheidungen bleiben in der Mikrostruktur übrig.

Es wurde in der Fertigungsroute einer feinkörnigen und einer grobkörnigen Charge jeweils eine Probe im Zustand walzhart vor dem Lösungsglühen genommen und eine im Endzustand T3 und anschließend im Lichtmikroskop und am REM gezielt auf Ausscheidungen an den Korngrenzen untersucht.

Es ist an beiden Proben im Zustand walzhart keine bevorzugte Position der Ausscheidungen im Gefüge erkennbar, sondern diese sind regellos verteilt (siehe Abbildung 73). Die intermetallischen Phasen sind nicht speziell an den Korngrenzen ausgeschieden.



Abbildung 73: Darstellung der Korngröße und der Ausscheidungen im Zustand walzhart vor der Lösungsglühung; (a) feinkörniges Material, (b) grobkörniges Material

Während der Lösungsglühung rekristallisiert das feinkörnige Material um und schafft ein feinkörniges und nahezu globulares Korn. Der grobkörnige Werkstoff bildet hingegen bereits während der Zwischenglühung eine vergleichsweise gröbere und in Walzrichtung gestreckte Kornstruktur aus (siehe Abbildung 74). Man kann im Vergleich der Abbildung 73b und Abbildung 74b erkennen, dass die Korngröße und -form des grobkörnigen Gefüges bereits vor der Lösungsglühung ausgebildet ist.



Abbildung 74: Darstellung der Korngröße nach der Lösungsglühung im Endzustand T3 (a) feinkörniges Material, (b) grobkörniges Material

Bei der Untersuchung der Korngrenzen am REM im Endzustand T3 konnten weder beim feinkörnigen noch beim grobkörnigen Muster Ausscheidungen an der Korngrenze detektiert werden (siehe Abbildung 75). Es muss jedoch festgehalten werden, dass die Ausscheidungen eine Mindestgröße von ca. 500 nm aufweisen müssen, um am REM dargestellt werden zu können. Die bei den TEM-Untersuchungen gefundenen Partikel haben eine mittlere Größe von 30 nm und belegen zum Teil durchgehend die Korngrenze.



Abbildung 75: Detailaufnahme der Korngrenze bei höchster REM-Auflösung im Endzustand T3; (a) feinkörniges Muster, (b) grobkörniges Muster

### 9.3.4 Diskussion der interkristallinen Korrosion

Wie in Kapitel 9.3.1 ausgeführt, ist zwar die Dichte an intermetallischen Ausscheidungen an den Korngrenzen bei der feinkörnigen Variante höher als bei der grobkörnigen (siehe Abbildung 76), es wird jedoch nicht angenommen, dass die festgestellten Unterschiede im interkristallinen Korrosionsverhalten alleine dadurch zustande kommen.<sup>[104, 105]</sup>



**Abbildung 76:** TEM-Aufnahme im Hell- und Dunkelfeld von Variante (a) "A" (Feinkorn) und (b) "B" (Grobkorn)<sup>[105]</sup>

Anstelle des chemischen Einflusses auf das unterschiedliche IK-Verhalten, liegt die Ursache möglicherweise bei einem geometrischen Faktor, wie von Robinson und Jackson publiziert<sup>[63]</sup>. Deren "Brick wall model" beschreibt die unterschiedliche Korrosionsanfälligkeit von stark facettierten Mikrostrukturen in Abhängigkeit der Prüfrichtung (siehe Abbildung 77). <sup>[104, 105]</sup>



Abbildung 77: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Kornlänge (a) Variante "A" (Feinkorn); (b) Variante "B" (Grobkorn). Unterschiedliches IK-Verhalten in stark texturieren Mikrostrukturen anhand des "Brick wall model"<sup>[104]</sup>

Die in der Literatur beschriebenen Legierungen<sup>[61-64]</sup> zeigen Körner, die in Richtung L oder T verlängert und in S verkürzt sind. Auch Variante "B" zeigt diese Eigenschaften. Hierbei wurde eine anisotrope Korrosionsrate mit der schnellsten Rate in L und T und der langsamsten in S beobachtet. Dieses Verhalten kann durch den geraden Weg entweder in L- oder T-Richtung und dem längeren Wachstumspfad in S-Richtung erklärt werden. Unter der Annahme, dass die lokale IK-Wachstumsrate überall dieselbe wäre, korrespondiert der größte IK-Angriff mit der geringsten IK-Weglänge. Durch die nahezu globulare Mikrostruktur von Zustand "A" findet der IK-Angriff von der Oberfläche ausgehend in Dickenrichtung einen direkten Wachstumspfad entlang den Korngrenzen vor, wohingegen bei Variante "B" aufgrund der Streckung in der Walzrichtung es zu einer Wegverlängerung kommt und dadurch ein geringerer Korrosionsangriff beobachtet wird (siehe Abbildung 77).<sup>[104, 105]</sup>

Aus der unterschiedlichen mittleren Korngröße der betrachteten Materialien folgt, dass das Volumen der einzelnen Körner stark unterschiedlich ist. Das Volumen und die Fläche eines einzelnen Korn, idealisiert angenommen als Quader, kann mit den aus der Korngrößenverteilung bekannten mittleren Werten für Kornlänge, -dicke und -breite errechnet werden (siehe Tabelle 17).

85

Los		Korngröße [µm]	2	Volumen [μm³]	Fläche [µm²]
	L T S				
Variante "A"	19	19	13	4693	1710
Variante "B"	49	39	17	32487	3407

**Tabelle 17:** Mittlere Korngröße in Prüfrichtung L, T und S und das daraus berechnete Volumen und<br/>die Fläche des als Quader idealisiert angenommenen Korns.

Das Volumen eines einzelnen Korns ist somit gemäß Tabelle 17 bei Versuchsvariante "B" um den Faktor 6,9, die Fläche um den Faktor 2 größer als beim feinkörnigen Zustand "A", das heißt die eingenommene Korngrenzenfläche des feinkörnigen Gefüges pro Volumeneinheit\* errechnet sich zu  $6,9 \times 1710 \ \mu\text{m}^2 = 11799 \ \mu\text{m}^2$ .

Wird nun die eingenommene Fläche pro Volumeneinheit\* des feinkörnigen Gefüges dem grobkörnigen Gefüge gegenübergestellt, so ist ersichtlich, dass sich die Korngrenzenfläche im genannten Fall um den Faktor 3,5 erhöht (32487/11799 = 3,5). Dies hat zur Folge, dass dadurch auch die Menge an ausscheidungsfreien Zonen an den Korngrenzen sich entsprechend um den Faktor 3,5 vergrößert und bei gleicher Abschreckgeschwindigkeit die Anzahl der intermetallischen Ausscheidungen an den Korngrenzen im selben Ausmaß erhöht wird.

Es kann somit angenommen werden, dass sich die Verbesserung in der IK-Beständigkeit aus folgenden zwei Faktoren zusammensetzt:

- (1) Verlängerung der Weglänge durch das in Walzrichtung gestreckte Korn und dadurch geringere Eindringtiefe nach definiertem Korrosionsangriff<sup>[104, 105]</sup>.
- (2) Es wird die zur Verfügung stehende Korngrenzenfläche durch Vergrößerung des Korn verkleinert, wodurch sich bei einer definierten Abschreckgeschwindigkeit entsprechend die Anzahl der an den Korngrenzenflächen gebildeten intermetallischen Ausscheidungen verringert und somit auch entsprechend die ausscheidungsfreien Zonen reduziert werden. Dies erklärt die Veränderung der Art des Korrosionsangriffes von interkristallinem Angriff hin zu reinem Lochfraß bei unveränderter Abschreckgeschwindigkeit

Die Messung der Seigerung innerhalb eines Korns beschrieben in Kapitel 9.3.2 hat gezeigt, dass keine lokale Anreicherung eines Hauptlegierungselementes festgestellt werden kann bzw. haben sich keine Unterschiede zwischen einem kleinem Korn und einem großen Korn gezeigt. Die leichten Schwankungen des Konzentrationsverlaufes (siehe Abbildung 71 und Abbildung 72) rühren daher, dass die Anregungsbirne bei der EDX-Messung bei der gewählten Beschleunigungsspannung ca. 4 µm beträgt. Dies bedeutet, dass ein Bereich von 4 µm unterhalb der sichtbaren Oberfläche mit angeregt wird und daher Teile von an der Oberfläche nicht sichtbaren intermetallischen Ausscheidungen teilweise mit gemessen werden. Die verbesserte Korrosionsbeständigkeit durch Steigerung der mittleren Korngröße und des Streckungsverhältnisses kann somit nicht darauf zurückgeführt werden, dass bedingt durch eine Abreicherung der Hauptlegierungselemente nahe der Korngrenze die Triebkraft für die Bildung von Ausscheidungen an den Korngrenzen geringer ist und es dadurch zur Steigerung der IK-Beständigkeit kommt.

Weiteres kann mit großer Sicherheit ausgeschlossen werden, dass die im Endzustand T3 mittels TEM detektierten intermetallischen Phasen Reste von Ausscheidungen sind, die bereits vor der Lösungsglühung an der Korngrenze vorhanden waren und im Rahmen der zur Verfügung stehenden Zeit bei der Lösungsglühung nicht gänzlich aufgelöst werden konnten. Weder ist eine bevorzugte Positionierung der Ausscheidungen im Zustand walzhart im Bereich der Korngrenzen zu erkennen, noch legt die Größe und Anordnung der im TEM detektierten Phasen an den Korngrenzen den Schluss nahe, dass diese bereits zuvor an dieser Stelle waren. Die Art der intermetallischen Phasen an den Korngrenzen gefunden und nicht im Korninneren. Da die Ausscheidungen im Zustand walzhart jedoch regellos im Gefüge vorliegen, so müssten diese im TEM detektierten Phasen demnach auch im Korninneren zu finden sein, wenn es Restbestandteile nicht aufgelöster Bestandteile sind. Literaturergebnisse (siehe Kapitel 3) sprechen eindeutig dafür, dass sich die Korngrenzenausscheidungen durch eine zu langsame Abschreckung auf Raumtemperatur während des Abkühlens gebildet haben.

## 9.4 Risswachstumsverhalten

Ermüdungsrisse entstehen im Flugbetrieb durch wiederholtes Be- und Entlasten. Rissausbreitung wird durch diese Lastzyklen verursacht und gemessen als Rissverlängerung pro Zyklus (da/dN) gegen ΔK aufgetragen, welches sich auf die Differenz zwischen maximaler und minimaler Last bezieht. Die Ergebnisse der Risswachstumsprüfung sind in Abbildung 78 zusammengefasst. Ein T-L-Riss ist in der Längsrichtung des Flugzeugs orientiert, ein L-T-Riss im rechten Winkel dazu.



### 9.4.1 Risswachstumskurven



Beide Varianten zeigen allgemein ein zufriedenstellendes Risswachstumsverhalten, welches das Material für Außenhautqualität in Luftfahrtanwendungen geeignet macht. Dennoch, die Risswachstumsgeschwindigkeit ist im in Walzrichtung gestreckten Gefüge von Variante "B" geringer als bei der feinkörnigen Variante "A". Zusätzlich zeigt Zustand "B" eine vergleichbare

Risswachstumsgeschwindigkeit in T-L- und L-T-Richtung und ist daher isotroper im Risswachstumsverhalten als "A".<sup>[105]</sup>

### 9.4.2 Bruchverlauf der Risswachstumsprobe

Der Riss wächst in der Blechebene beider Varianten unter einem Winkel von  $\sim$  35° (siehe Abbildung 79 und Abbildung 80).



**Abbildung 79:** Bruchverlauf der Risswachstumsprobe im Prüfbereich, Längsschliff ungeätzt (a) Variante "A (globulares Feinkorn) und (b) "B" (in Walzrichtung gestrecktes Korn)



Abbildung 80: Bruchverlauf der Risswachstumsprobe im Prüfbereich, Längsschliff mit Barker Ätzung (a) Variante "A" (globulares Feinkorn) und (b) "B" (in Walzrichtung gestrecktes Korn)

### 9.4.3 Diskussion des Risswachstumsverhalten

In Abbildung 81 ist der Unterschied im Risspfad nach der Risswachstumsprüfung der beiden Versuchsvarianten "A" und "B" dargestellt. Bei allen  $\Delta$ K-Werten zeigt das grobkörnige Material eine geringere Risswachstumsgeschwindigkeit<sup>[105]</sup>. Bei der Interpretation dieses Verhaltens müssen zwei Tatsachen bedacht werden:

- Die Verringerung der Risswachstumsgeschwindigkeit kann nicht auf Unterschiede in der Bruchzähigkeit zurückgeführt werden, da beide Zustände ähnliche Kc-Werte aufweisen, wie in Abbildung 83 ersichtlich ist. Es ist zu beachten, dass ein hoher Bruchzähigkeitswert die da/dN-Kurve zu höheren ΔK-Werten am oberen Ende der Paris-Bereichs verschieben kann<sup>[105].</sup>
- Die Korngrenzausscheidungen spielen vermutlich eine untergeordnete Rolle, da sie in beiden Varianten vorliegen <sup>[105]</sup>.

Wie in Abbildung 81 und Abbildung 82 ersichtlich, ist der Rissausbreitungspfad in der grobkörnigen Variante "B" mehr in Zick-Zack-Form als in der feinkörnigen Variante "A". Von Harris et. al.<sup>[29]</sup> wurde berichtet, dass die Verbesserung im Risswachstumsverhalten bei steigender Korngröße zum einen auf den verlängerten Risspfad zurückgeführt werden kann und zum anderen auf Rissschließeffekte bedingt durch die erhöhte Oberflächenrauhigkeit, wodurch der effektiv an der Rissspitze wirkende  $\Delta$ K-Bereich reduziert wird.<sup>[29, 105]</sup>



**Abbildung 81:** Bruchverlauf der Risswachstumsprobe im Prüfbereich, Draufsicht ungeätzt (a) Variante "A" (globulares Feinkorn) und (b) "B" (in Walzrichtung gestrecktes Korn)<sup>[105]</sup>



—100 µm—

—100 µm—

**Abbildung 82:** Bruchverlauf der Risswachstumsprobe im Prüfbereich, Draufsicht in Barker Ätzung (a) Variante "A" (globulares Feinkorn) und (b) "B" (in Walzrichtung gestrecktes Korn)

### 9.5 Bruchzähigkeit und mechanische Kennwerte

Durch die Veränderung der Korngröße und -form kann weder eine Verbesserung noch eine merkliche Verschlechterung der Bruchzähigkeit beobachtet werden. Die bestimmte scheinbare Bruchzähigkeit K<sub>CO</sub> ergibt bei beiden Varianten identische Ergebnisse mit einem Wert von 99 MPavm. <sup>[105]</sup> Wird die T-L-Bruchzähigkeit gegen die LT-Dehngrenze aufgetragen, so ist eine leichte Verschlechterung insofern gegenüber der globularen Feinkornvariante "A" feststellbar, als dass bei gleicher Bruchzähigkeit geringere Festigkeitswerte gemessen werden (siehe Abbildung 83).



Abbildung 83: Gegenüberstellung LT-Dehngrenze Rp<sub>0,2</sub> und T-L-Bruchzähigkeit K<sub>co</sub>

Da aus den Ergebnissen der Zugprüfung in Prüfrichtung längs (L) und quer zur Walzrichtung (LT) beim grobkörnigen Zustand "B" eine leichte Verschlechterung in der Gleichmaßdehnung und Bruchdehnung A50 gegenüber "A" beobachtet wird (siehe Tabelle 18), so kann dies als Indikator für eine schlechtere Umformbarkeit angesehen werden.

Loc	Logiorung	Droho	F	Prüfrichtun	ig: LT		Prüfrichtung: L				
LOS	Legierung	Probe	R <sub>m</sub>	Rp <sub>0,2</sub>	A50	Ag	R <sub>m</sub>	Rp <sub>0,2</sub>	A50	Ag	
			[MPa]	[MPa]	[%]	[%]	[MPa]	[MPa]	[%]	[%]	
		1	469	348	18	15,5	485	374	19	17,5	
Variante "A"	AA2024	2	467	346	19	15,2	-	-	-	-	
		3	470	350	18	14,9	486	373	18	17,1	
		Ø	469	348	18	15,2	486	374	19	17,3	
		1	462	342	17	14,4	477	366	16	15,1	
Varianto R"	A A 2 O 2 A	2	463	342	17	15,1	-	-	-	-	
Variante "B"	AAZUZ4	3	463	343	17	14,7	475	363	17	15,6	
		Ø	463	342	17	14,7	476	365	17	15,4	

**Tabelle 18:** Mechanische Kennwerte in der Prüfrichtung L und LT von Variante "A" (globularesFeinkorn) und "B" (in Walzrichtung gestrecktes Korn)

Es wurde daher anhand des Biegeversuches vergleichend getestet, ob die gemessenen Unterschiede in den Dehnungswerten in Form von verschiedenen minimalen Biegeradien bei 180°-Biegung zur Folge haben. Die Bewertung der Biegefähigkeit der beiden Varianten ist in Tabelle 19 zusammengestellt. Durch die Veränderung in der Kornform ist keine Verschlechterung in der Biegefähigkeit der 1,6 mm dicken Bleche im Endzustand T3 aufgetreten. Der minimale Biegeradius beträgt sowohl quer als auch längs zur Walzrichtung 2,5 mm.

	Varian	te "A"	Variante "B"		
Biegeversuch 180°	Biegelinie längs	Biegelinie quer	Biegelinie längs	Biegelinie quer	
r = 3,0mm	i.O.	i.O.	i.O. (leichte Orangenhaut)	i.O. (leichte Orangenhaut)	
r = 2,5mm	i.O.	i.O.	i.O. (leichte Orangenhaut)	i.O. (leichte Orangenhaut)	
r = 2,0mm	n.i.O. (Risse)	n.i.O. (Risse)	n.i.O. (Risse)	n.i.O. (Risse)	

**Tabelle 19:** Bestimmung minimaler Biegeradius bei 180°-Biegung mit der Biegelinie längs und querzur Walzrichtung, Variante "A" im Vergleich zu Variante "B"

Durch die Veränderung der Korngröße und -form kann jedoch bei der grobkörnigen Variante "B" eine leichte Verschlechterung der Oberflächenqualität in Form von Orangenhaut an der Biegekante beobachtet werden (siehe Abbildung 84).



Abbildung 84: Biegelinie quer zur Walzrichtung mit Biegeradius 2,5 mm, Oberflächenbeurteilung der Biegekante: (a) Variante "A" (globulares Feinkorn), (b) "B" (in WR gestrecktes Korn) mit leichter Orangenhaut an der Oberfläche

Bei einem Biegeradius von 2,0 mm treten sowohl beim feinkörnigen Zustand "A" als auch bei Variante "B" Risse an der Biegkante auf (siehe Abbildung 85).



Abbildung 85: Biegelinie quer zur Walzrichtung jeweils mit Biegeradius 2,5 und 2,0 mm: (a) Variante "A" (globulares Feinkorn), (b) "B" (in WR gestrecktes Korn)

# 10 Zusammenfassung und Ausblick

Das Bestreben der Luftfahrtindustrie Blechwerkstoffe mit verbesserten bruchmechanischen Kennwerten und Korrosionseigenschaften einzusetzen, um eine Verlängerung der Wartungsintervalle und die Erhöhung der Betriebssicherheit im Flugbetrieb zu gewährleisten, führt zu steigenden Anforderungen an die Werkstoffe. Die Aluminiumlegierung AA2024 ist dabei der am häufigsten eingesetzte Blechwerkstoff für diese Anwendung. Die Betrachtungen im Rahmen dieser Arbeit standen dabei unter der Prämisse, keine Änderungen in der chemischen Zusammensetzung vorzunehmen, die das AA2024-Toleranzfenster verletzen würden. Vielmehr galt es jene Prozessschritte in der Fertigungsroute zu identifizieren und in der Folge zu optimieren, welche die bruchmechanischen Kennwerte wesentlich beeinflussen.

Die Bestimmung der Makroseigerung entlang der gesamten Herstellkette beginnend beim Walzbarren bis zum kaltgewalzten Blech im Wärmebehandlungszustand T3 bildete die Grundlage zur Festlegung des Toleranzfensters für jedes Hauptlegierungselemente unter Berücksichtigung der Makroseigerung. Auf Basis dieser Daten wurde die chemische Zusammensetzung durch Verwendung Simulationssoftware PANDAT hinsichtlich der thermodynamischen Optimierung der bruchmechanischen Kennwerte verbessert. Die Homogenisierungstemperatur konnte erhöht werden, sodass der Anteil der Hauptlegierungselemente Kupfer und Magnesium, welche in den Primärausscheidungen abgebunden sind, minimiert wird. Durch die PANDAT-Berechnungen wurde die chemische Zusammensetzung dahingehend verändert, dass bei optimaler Temperaturführung möglich war, alle Hauptlegierungselemente im Aluminium-Mischkristall in Lösung zu bringen können und es aufgrunddessen zu einer optimalen Ausnutzung der Legierungselemente für die Aushärtung Mit Hilfe beim Lösungsglühen kommt. von statistischen Auswertungen am Rasterelektronenmikroskop wurde der Effekt der gesetzten Maßnahmen im direkten Vergleich zum Ausgangszustand sichtbar gemacht. Erste weiterführende Untersuchungen haben gezeigt, dass die Erkenntnisse aus diesen experimentellen Versuchen in entsprechend adaptierter Form auf andere Legierungen der 2xxx-Reihe übertragen werden können (z.B. EN-AW 2017, EN-AW 2014, AA2219, etc.).

Für die Korrosionsbeständigkeit und die Zähigkeit der Bleche im Endzustand T3 ist in weiterer Folge die Abschreckung mit Wasser auf Raumtemperatur nach der Lösungsglühung wesentlich. Durch Modifizierung der Korngröße und -form von einer globular feinkörnigen hin zu einer gröberen und in Walzrichtung gestreckten Mikrostruktur, konnte eine entscheidende Verbesserung in der Korrosionsbeständigkeit erreicht werden. Durch TEM-Messungen wurde nachgewiesen, dass sowohl in der feinkörnigen als auch in der grobkörnigen Variante feinste Sekundärausscheidungen

95

perlschnurartig an der Korngrenze zu finden sind, die im Allgemeinen die Ursache für die Verschlechterung in der Beständigkeit gegen interkristallinen Korrosionsangriff darstellen. Da jedoch die feinkörnige Variante deutlich schlechtere Korrosionseigenschaften zeigte, können diese Ausscheidungen an der Korngrenze nicht der alleinige maßgebende Faktor dafür sein. Die Verbesserung in der IK-Beständigkeit wurde durch zwei Ansätze erklärt. Die grobkörnige Variante zeigt nicht nur ein allgemein gröberes Gefüge, sondern auch eine deutliche Streckung in der Walzrichtung im Vergleich zur globularen Kornstruktur des feinkörnigen Vergleichmaterials. Bei einem Korrosionsangriff in der Dickenrichtung, das heißt von der Oberfläche des Bleches in das Material eindringend, kommt es durch das gestreckte Gefüge nun zu einer Wegverlängerung und dadurch zu einer Begrenzung in der IK-Eindringtiefe. Im Gegensatz dazu gibt es beim globularen Material einen direkten und kürzeren Pfad entlang der Korngrenze, wodurch es zu einem intensiveren Korrosionsangriff kommt. Dies kann durch das "Brick Wall"-Modell erklärt werden. Zusätzlich folgt aus den verschiedenen mittleren Korngrößen der beiden betrachteten Materialien, dass das Volumen der einzelnen Körner stark unterschiedlich ist. Durch Steigerung der Korngröße wird demnach die zur Verfügung stehende Korngrenzenfläche verringert, wodurch sich bei einer definierten Abschreckgeschwindigkeit entsprechend die Anzahl der an den Korngrenzenflächen gebildeten intermetallischen Ausscheidungen verringert und somit auch die ausscheidungsfreien Zonen verkleinert werden. Dies erklärt die Veränderung der Art des Korrosionsangriffes von interkristallinem Angriff hin zu reinem Lochfraß bei unveränderter Abschreckgeschwindigkeit.

Neben der Verbesserung der Korrosionsbeständigkeit konnte gezeigt werden, dass diese Vergrößerung des Korns, verbunden mit der Streckung in Walzrichtung positive Auswirkungen auf das Risswachstumsverhalten hat. Es kommt bei der Rissausbreitung unter schwingender Belastung ebenso wie beim Korrosionsangriff zu einer Wegverlängerung, da die Rissausbreitung in einem stärkeren Zick-Zack-Muster verläuft als bei der feinkörnigen Variante.

Die Bestimmung des Flächenanteils der Primärphasen an den unterschiedlichen im Labor hergestellten Homogenisierungsvarianten hat gezeigt, dass es durch die verbesserte Auflösung der Cu- und Mg-haltigen Ausscheidungen bedingt durch die höhere Homogenisierungstemperatur zu einer verstärkten Ausscheidung von eisenhaltigen Phasen kommt. Den Maßnahmen zur Steigerung der bruchmechanischen Kennwerte sind somit insofern Grenzen gesetzt, als dass weitere signifikante Verbesserungen eine Absenkung des Eisengehaltes voraussetzen.

96

# 11 Literaturverzeichnis

- [1] K. Engmann: Technologie des Flugzeuges, Vogel Buchverlag, (2007)
- [2] J. Yan: Strength Modelling of Al-Cu-Mg Type Alloys, University of Southampton, Faculty of Engineering, Science & Mathematics, School of Engineering Sciences, Materials Research Group, University of Southampton Research Repository eprints SOTON, (2006)
- [3] J.T. Staley: Microstructure and Toughness of High-Strength Aluminium Alloys, Properties related to Fracture Toughness, ASTM STP 605, American Society for Testing and Materials, pp. 71-103, (1976)
- [4] I.J. Polmear: Light Alloys-Metallurgy of the Light Metals, 3<sup>rd</sup> ed, Butterworth-Heinemann,
  Oxford, UK, (1995)
- [5] J.T Staley: Metallurgical Aspects affecting strength of heat treatable alloy products used in the aerospace industry, Proc. 3<sup>rd</sup> Int. Conf.: Aluminium Alloys – their physical and mechanical properties (ICAA3), Vol. 3, Norwegian Institute of Technology, Trondheim, Norway, pp. 107-143, (1992)
- [6] C.M. Carmen, D.F. Armiento and H. Markus: Transactions, American Society of Mechanical Engineers, pp. 904-916, (1965)
- [7] D.E. Piper, W.E. Quist and W.E. Anderson: Application of Fracture toughness to structural metals, Volume 31, Gordon and Breach, New York, pp. 227-280, (1966)
- [8] R.H. Van Stone, R.H. Marchant., and J.R. Low, Jr.: Fatigue and Fracture toughness Cryogenic
  Behaviour, ASTM STP 556, American Society for Testing and Materials, pp. 93-124, (1974)
- [9] G.E. Totten, D. Scott MacKenzie: Handbook of Aluminium, Volume 1, Physical Metallurgy and Processes, Marcel Dekker, pp. 126-127, (2003)
- [10] J.A. Walsh, K.V. Jata, E.A. Starke: The Influence of Mn Dispersoid Content and stress state on ductile fracture of 2134 type alloys, Acta metal. Vol. 37, No. 11, Pergamon Press, Great Britain, pp. 2861-2871, (1989)
- [11] W. Zhang, G.S. Frankel: Transitions between pitting and intergranular corrosion in AA2024, Electrochimica Acta 48, pp. 1193-1210, (2003)

- [12] M. Nakai, T. Eto: New aspects of development of high strength aluminium alloys for aerospace applications, Materials Science and Engineering A285, pp. 62-68, (2000)
- S. Cheng, Y.H. Zhao, Y.T. Zhu, E. Ma: Optimizing the strength and ductility of fine structured
  2024 Al alloy by nano-precipitation, Acta Materialia 55, pp. 5822-5832, (2007)
- [14] D. Doppalapudi, P. Venkatachalam, S. Ramesh Kumar, B. Ravisankar, K. Jayashankar: Improving the mechanical properties of 2024 Al alloy by cryo rolling, Transaction of the Indian Institute of metals, Vol. 63, Issue 1, pp. 31-34, (2010)
- [15] J.E. Hatch: Aluminium Properties and Physical Metallurgy, American Society for metals, pp. 170-171, (1984)
- [16] V. Guillaumin, G. Mankowski: Localized corrosion of 2024-T351 aluminium alloy in chloride media, Corrosion science 41, pp. 421-438, (1999)
- [17] E. A. Starke, Jr.: Heat treatable Aluminium alloys, Aluminium Alloys Contemporary Research and Applications, Treatise on Materials Science and Technology, Volume 31, Academic Press, Inc., pp. 35-63, (1989)
- [18] D. Altenpohl: Aluminium und Aluminiumlegierungen, Reine und angewandte Metallkunde in Einzeldarstellungen, Springer Verlag, (1965)
- [19] E.A. Starke, Jr.: Aluminium Alloys of the 70's: Scientific Solutions to Engineering Problems. An invited Review, Materials Science and Engineering, 29, pp. 99-115, (1977)
- [20] AMS 2772E: Heat Treatment of Aluminium Alloy Raw Materials, Aerospace Material Specification, SAE Aerospace, (2008)
- [21] A.k. Vasudevan, R.D. Doherty: Fracture and Fatigue Characteristics in Aluminium Alloys, Aluminium Alloys – Contemporary Research and Applications, Treatise on Materials Science and Technology, Volume 31, Academic Press, Inc., pp. 445-462, (1989)
- [22] G.T. Hahn and A.R. Rosenfield: Metallurgical Factors affecting Fracture toughness of Aluminium Alloys, Metallurgical Transactions A, Volume 6A, pp. 653-668, (1975)
- [23] E. Hornbogen, E.A. Starke, Jr.: Theory assisted design of high strength low alloy aluminium,
  Acta metal. mater., Vol. 41, No. 1, Pergamon Press, Great Britain, pp. 1-16, (1993)
- [24] L.F. Mondolfo: Aluminium Alloys: Structures and properties, Butterworth, London, England, (1976)
- [25] N. Ryum: Physical metallurgy of heat treatable alloys, Engineering Materials Advisory Services
   Ltd., West Midlands, United Kingdom, pp. 1511-1545, (1986)
- [26] A. Kelly, R.B. Nicholson: Precipitation Hardening, Progress in Materials science, Vol. 10, Pergamon Press, New York, pp. 151-391, (1963)
- [27] E.A. Starke, Jr and J.T. Staley: Application of modern Aluminium Alloys to Aircraft, Prog. Aerospace Sci. Vol. 32, pp. 131-172, (1996)
- [28] E.A. Starke, Jr.: Heat-Treatable Aluminium Alloys, Aluminium Alloys Contemporary Research and Applications, Treatise on Materials Science and Technology, Volume 31, Academic Press, Inc., pp. 35-63, (1989)
- [29] S.J. Harris, B. Noble and K. Dinsdale: Fatigue crack propagation in Al-Li-Mg-Cu-Zr (8090) alloys, Aluminium Technology `86, Proceedings of Conference, The Institute of Metals, pp. 451-458, (1986)
- [30] B.W. Lifka and D.O. Sprowls: Significance of Intergranular Corrosion in High-Strength Aluminium Alloy Products, Localized Corrosion – Cause of Metal Failure, ASTM STP 516, American Society for Testing and Materials, pp. 120-144, (1972)
- [31] G. Gottstein: Physikalische Grundlagen der Materialkunde, Springer Verlag, (2001)
- [32] T. Ahrens and E.A. Starke, Jr.: Effect of stretch on grain boundary precipitation in 8090, Aluminium-Lithium Alloys, Proceedings of the 5th International Aluminium-Lithium Conference, Williamsburg, Virginia, pp. 385-396, (1989)
- [33] D.S. Thompson and A. Levy: Special Processing of Al-Cu-Mg Aircraft Alloys, Light Metal Age, pp. 11-15, (1977)
- [34] Deutsche Gesellschaft für Metallkunde e.V., Wärmebehandlung, Fachberichte zum Symposium der deutschen Gesellschaft für Metallkunde in Bad Nauheim, (1973)
- [35] V.G. Davydov, I.I. Novikov, E.D. Zakharov: C-Curves of the Decomposition of a supersaturated Solid Solution in Duralumin-Type Alloys, Mosk. Inst. Stali Splavov, Moscow, Izv. Vyssh. Ucheb. Zaved., Tsvet. Met. Vol 11, No. 4, pp. 117-123, (1968)
- [36] J.T. Staley: Quench Factor Analysis of Aluminium Alloys, Materials Science and Technology, Vol 3, pp. 923-935, (1987)

- [37] J.T. Staley: Effect of quench path on properties of aluminium alloys, Aluminium Technology
   `86, Proceedings of Conference, The Institute of Metals, pp. 396-407, (1986)
- [38] D.A. Porter, K.E. Eastering: Phase Transformations in Metals and Alloys, Chapman&Hall, pp. 303-306, (1981)
- [39] K. Spiradek, M. Brabetz, S. Höfinger: TEM-Untersuchungen von Oberflächenfehler black spots, interner Ergebnisbericht zu einem Auftrag der AMAG rolling GmbH, (2005)
- [40] D.A. Porter, K.E. Eastering: Phase Transformations in Metals and Alloys, Chapman&Hall, pp. 271-278, (1981)
- [41] J.T. Staley: Fracture Toughness and Microstructure of High-Strength Aluminium Alloys, American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, Institute of Metals Division, Spring Meeting, (1974)
- [42] A.R. Rosenfield, C.W. Price, C.V. Martin, D.N. Williams, D.C. Drenn, A.S. Thompson and R.E.
   Zinkham: AFML-TR-72-199, Part III, Air Force Materials Laboratory, Dayton, Ohio, (1973)
- [43] D. Altenpohl: Aluminium von Innen Das Profil eines modernen Metalles, Aluminium Verlag, (1993)
- [44] S. Zao, D.A. Wolfe, T.S Huang and G.S. Frankel.: Generalized model for IGC growth in aluminium alloys, Journal of Statistical Planning and Interference 137, pp. 2405-2412, (2007)
- [45] R.H. Brown, W.L. Fink and M.S Hunter: Transactions, American Institute of Mining and Metallurgical engineers, TAMMA, Volume 143, pp. 115, (1941)
- [46] R.H. Brown and R.B. Mears: Transactions, Electrochemical Society, TESOA, Volume 74, pp. 495, (1938)
- [47] R.B. Mears, R.H. Brown and E.H. Dix.: Stress Corrosion Cracking of Metals, published jointly by American Society for Testing and Materials and American Institute of Mining and Metallurgical Engineers, pp. 329, (1944)
- [48] E.H. Dix, Jr.: Physical Metallurgy of Aluminium Alloys, American Society for Metals, pp. 214, (1949)
- [49] S.J. Ketcham and F.H. Haynie: Corrosion, SBIIA, Volume 19, No.7, pp. 242, (1963)
- [50] S.J. Ketcham: Corrosion Science, CRRSA, Volume 7, No. 6, pp. 305, (1967)

- [51] X. Liu and G.S. Frankel: Effects of compressive stress on localiozed corrosion in AA2024-T3, Corrosion Science 48, pp. 3309-3329, (2006)
- [52] S. Ghosh: Effect of stress on initiation and propagation of localized corrosion in aluminium alloys, Metallurgy and Materials, School of Engineering, University of Birmingham, University of Southampton Research Repository eprints SOTON, (2007)
- [53] J.M. Shults: Material selection and evaluation for advanced metallic aircraft structures, AIAA/ASME/SAE 15<sup>th</sup> Structures, Structural Dynamics and Materials Conf., Las Vegas, Nevada, (1974)
- [54] M.V. Hyatt, M.O. Speidel: Stress corrosion cracking of high strength aluminium alloys, Advances in corrosion science and Technology, Vol. 2, Plenum Press, New York, pp. 115, (1972)
- [55] M.O. Speidel: Stress corrosion cracking of aluminium alloys, Met. Trans. A6A, pp. 631-642, (1975)
- [56] R.J.H. Wanhill: Microstructural Influences on fatigue and fracture resistance in high strength structural materials, Engineering Fracture mechanics, Vol. 5, Pergamon Press, Great Britain, pp. 337-357, (1978)
- [57] A.J. Sedriks, P.W. Slattery, E.N. Pugh: Precipitate fee zones and stress corrosion cracking in a ternary Al-Zn-Mg alloy, Trans. ASM 62, pp. 238, (1969)
- [58] D.E. Ward, G.W. Lorimer: The stress susceptibility of Al-Zn-Mg alloys, Proc. of the 3<sup>rd</sup> Int.
   Conf. on the strength of metals and alloys, Institute of metals, London, pp. 488, (1973)
- [59] A.W. Thompson, I.M. Bernstein: Environmental fracture of aluminium alloys and stainless steels as a function of composition and microstructure, Science centre, Rockwell International, Thousand Oaks, California, pp. 74-99, (1974)
- [60] J.P. Wloka: Korrosionsuntersuchungen an scandiumhaltigen AlZnMgCu-Legierungen unter besonderer Berücksichtigung des Einflusses intermetallischer Phasen, Dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg, (2007)
- [61] T.S. Huang and G.S. Frankel: Intergranular corrosion morphology and growth kinetics in AA7075 and AA7178, Proceedings of the 206<sup>th</sup> Meeting of the electrochemical Society, (2004)
- [62] X. Liu, G.S. Frankel, B. Zoofan and S.I. Rokhlin: Effect of applied tensile stress on intergranular corrsoion of AA2024-T3, Corrosion Science 46, pp. 405-425, (2004)

- [63] M.J. Robinson and N.C. Jackson: The Influence of grain structure and intergranular corrosion rate on exfoliation and stress corrosion cracking of high strength Al-Cu-Mg alloys, Corrosion Science 41, pp. 1013-1028, (1999)
- [64] X. Liu, G.S. Frankel, B. Zoofan, S.I. Rokhlin: Transition from intergranular corrosion to intergranular stress corrosion cracking in AA2024-T3, Journal of the electrochemical society, 153 (2) pp. 42-51, (2006)
- [65] W. Zhang, G.S. Frankel: Localized corrosion growth kinetics in AA2024 alloys, Journal of the electrochemical society, 149 (11) pp. 510-519, (2002)
- [66] Y.Xu, P.J. Gregson, I. Sinclair: Dispersoid and grain size effects on fatigue crack growth in AA2024-Type alloys, Materials Science Forum, Vols. 331-337, Trans Tech Publications, Switzerland, pp. 1525-1530, (2000)
- [67] R. Bürgel: Festigkeitslehre und Werkstoffmechanik, Band 2, Vieweg Studium Technik, Kapitel 5, pp. 214-228, (2005)
- [68] F.D.S. Marquis: Microstructural Control of Fracture Toughness and Fatigue Strength in High strength Aluminium based alloys, Proceedings from Materials Solutions Conference, pp. 119-124, (2001)
- [69] C.T Hahn, R. Simon: A review of fatigue crack growth in high strength aluminium alloys and the relevant metallurgical factors, Engineering Fracture mechanics, Vol. 5, Pergamon Press, Great Britain, pp. 523-540, (1973)
- [70] S.M. El-Soudani, R.M.N. Pelloux: Influence of Inclusion content on fatigue crack propagation in aluminium alloys, Met. Trans. 4, pp. 519, (1973)
- [71] R.M.N. Pelloux: Fractographic analysis of the influence of constituent particles on fatigue crack propagation in aluminium alloys, Trans. ASM 57, pp. 511, (1964)
- [72] D. Broeck: The effect of Intermetallic particles on fatigue crack propagation in aluminium alloys, Proc. of the 2<sup>nd</sup>. Int. Conf. on Fracture, Chapman and Hall, London, pp. 754, (1969)
- [73] E. A. Starke, Jr.: The causes and effects of denuded or precipitate free zones at grain boundaries in aluminium base alloys, Journal of Met. 22, No. 1, pp. 54-63, (1970)
- [74] R. Rachlitz: Prüfanweisung Anfälligkeit gegen IK, Q\_10\_091\_MP, AMAG rolling GmbH, interne Arbeitsanweisung, (2012)

- [75] S. Kromidas: Handbuch Validierung in der Analytik, Wiley-VCH Verlag, (2011)
- [76] D. Merten: Entwicklung von Direkt- und Verbundverfahren zur Analyse keramischer Pulver auf der Basis von ZrO<sub>2</sub> unter Einsatz der schnellen sequentiellen Atomemissionsspektrometrie mit dem induktiv gekoppelten Plasma, Dissertation, Universität Dortmund, Fachbereich Chemie, (1998)
- [77] SN EN 14242: Aluminium und Aluminiumlegierungen Chemische Analyse Optische Emissionsspektralanalyse mit induktiv gekoppelter Plasmaanregung, (2004)
- [78] S. Hasse: Gießerei Lexikon, Fachverlag Schiele & Schön GmbH, ISBN 3-7949-0655-1, (2000)
- [79] H. Stagl: Ausscheidungsverhalten der Al-Mg-Si-Legierung 6061: Korrelation von Ausscheidungszuständen mit thermoanalytischen Messungen, Diplomarbeit, Institut für Werkstofftechnologie des Österreichischen Forschungszentrums Seibersdor in Zusammenarbeit mit der Technischen Universität Wien, (1992)
- [80] L. Belkoura, L.M. Liz-Marzán und J. Crawshaw: Energie Dispersive X-ray Microanalysis, University of Cologne, Schlumberger – Maitland, (2006)
- [81] M. Rose: Spacing measurements of lattice fringes in HRTEM images using digital darkfield decomposition, University of Missouri St. Louis, (2006)
- [82] L. Reimer und G. Pfefferkorn: Rasterelektronenmikroskopie, Springer Verlag, ISBN 978-3540061021, (1977)
- [83] S. Koch: Einfluss der Homogenisierung auf die Festigkeitseigenschaften bei AlMgSi-Legierungen, Diplomarbeit, Montanuniveristät Leoben, Lehrstuhl für Nichteisenmetallurgie, (2005)
- [84] D. Gross and Th. Seelig: Bruchmechanik Mit einer Einführung in die Mikromechanik, Springer Verlag Berlin Heidelberg New York, (2011)
- [85] W. Piersig: Aluminium ein Metall mit kurzer Geschichte, aber mit großer Zukunft, Beiträge zur Technikgeschichte (7), GRIN Verlag, (2009)
- [86] ASTM E 561: Standard Test method for K-R Curve determination, ASTM International, (2010)
- [87] H. Dietrich: Mechanische Werkstoffprüfung Grundlagen, Prüfmethode, Anwendung, expert
   Verlag, (1994)

- [88] QVA-Z10-39-02: Qualitätssicherungsverfahrensanweisung Bestimmung der R-Kurve und der Risszähigkeiten bei Verwendung von CCT-Proben, DaimlerChrysler Aerospace, 2. Ausgabe, (1999)
- [89] F. Ostermann: Anwendungstechnologie Aluminium, Springer Verlag Berlin Heidelberg New York, (2007)
- [90] ASTM E 647: Standard Test method for Measurement of Fatigue crack growth rates, ASTM International, (2008)
- [91] P. Mey: Bruchmechanische Charakterisierung von Aluminium-Luftfahrtwerkstoffen bei zyklischer Beanspruchung, Studienarbeit, Institut für Werkstoffwissenschaft und technologie, (2004)
- [92] S. Chang and D.M. Stefanescu: A Model for inverse segregation: The case of directionally solidified Al-Cu alloys, Acta mater. Vol. 44, No. 6, pp. 2227-2235, (1996)
- [93] J.H. Chen and H.L. Tsai: Inverse segregation for an unidirectional solidification of aluminiumcopper alloys, Int. J. Heat Mass Transfer Vol. 36, No. 12, pp. 3069-3075 (1993)
- [94] Z. Zhao, J. Cui, J. Dong and B. Zhang: Effect of low frequency electromagnetic field on macrosegregation of horizontal direct chill casting aluminium alloys, J. Mater. Sci. Technol., Vol. 21 No. 1, (2005)
- [95] R. Nadella, D.G. Eskin, Q. Du and L. Katgerman: Macrosegregation in direct-chill casting of aluminium alloys, Progress in materials science 53, pp. 421-480, (2008)
- [96] R. Rachlitz: Gefügeatlas Legierung 2024, AMAG rolling, interner Bericht, (2010)
- [97] J.R. Davis: Aluminium and Aluminium Alloys, ASM Speciality Handbook, ASM International The Materials Information Society, (1993)
- [98] Metallographie Handbook, Wrought Aluminium Alloys, Kaiser Aluminium, (1967)
- [99] L. Bäckerud, E. Krol, J. Tamminen: Soldification Characteristics of Aluminium Alloys, Volume1: Wrought Alloys, Skan Aluminium Universitetsforlaget AS, (1990)
- [100] R. Prillhofer: Einfluss der Homogenisierung und des Lösungsglühens auf Luftfahrtplatten,Diplomarbeit Montanuniversität Leoben, (2010)

- [101] H.D. Merchant, J. Crane, E.H. Chia: Homogenization and Annealing of Aluminium and Copper Alloys, Proceedings of a Symposium of the Non-Ferrous Metals Committee of the Metallurgical Society and the Annealing and Recovery Committee of MSD/ASM International, Cincinnati, Ohio, (1987)
- [102] J. Lakner: Non-Equilibrium Solubility of Iron in Aluminium , Key Engineering Materials Vols.
   44&45, Trans Tech Publications, Switzerland, pp. 135-146, (1990)
- [103] S. Komatsu, M. Ikeda, T. Muramatsu, M. Matsuo: Estimation of Solute Fe Concentration in commercial pure Aluminium, Key Engineering Materials Vols. 44&45, Trans Tech Publications, Switzerland, pp. 31-56, (1990)
- [104] J. Berneder, R. Rachlitz, P. Schulz, C. Melzer: Influence of microstructure and Cr additions on corrosion behavior of AA2024-T3 sheet material, Aluminium two thousand – 7<sup>th</sup> World congress, Bologna, Italy, (2011)
- [105] J. Berneder, R. Rachlitz, C. Melzer, H. Antrekowitsch, P.J. Uggowitzer: Influence of the grain size on the IGC, crack propagation and fracture toughness behavior of AA2024-T3 sheet material, Supplemental Proceedings: Volume 1: Materials, Processing and Properties, TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), pp. 31-39, (2010)

# 12 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Konzentration und Testparameter der IK-Prüfung	3
Tabelle 2: Kupferverteilung in Gewichtsprozent (Gew.%) über die Barrendicke und -breite im	
homogenisierten Walzbarren	3
Tabelle 3: Magnesiumverteilung in Gew.% über die Barrendicke und -breite im homogenisierten	
Walzbarren 44	1
Tabelle 4: Manganerteilung in Gew.% über die Barrendicke und -breite im homogenisierten	
Walzbarren	5
Tabelle 5: Verteilung der Legierungselemente über die Plattendicke = 100 mm       46	5
Tabelle 6: Verteilung der Legierungselemente über die Blechdicke am Endprodukt bei einer	
Dicke von 1,60 mm	7
Tabelle 7: Chemische Zusammensetzung der für die PANDAT Berechnung herangezogene	
Modelllegierung	)
Tabelle 8: Chemische Zusammensetzung der im Gefüge sichtbaren Phasen; REM-Auswertung,	
Probe: 430 °C / 25 h	2
Tabelle 9: Anteil an Legierungselementen gebunden in den detektierten Primärphasen,	
Probe: 430 °C / 25 h. Berechnung basiert auf der durchschnittlichen chemischen	
Zusammensetzung aus Tabelle 8	2
Tabelle 10: Chemische Zusammensetzung der im Gefüge sichtbaren Phasen; REM-Auswertung,	
Probe: 500 °C / 25 h	3
Tabelle 11: Anteil an Legierungselementen gebunden in den detektierten Primärphasen,	
Probe: 500 °C / 25 h. Berechnung basiert auf der durchschnittlichen chemischen	
Zusammensetzung aus Tabelle 10	3
Tabelle 12: Chemische Zusammensetzung der verwendeten Charge         69	)
Tabelle 13: Mittelwert und Standardabweichung der feinkörnigen Variante "A" sowie dem	
grobkörnigen Zustand "B"	2
Tabelle 14: Mittelwert und Standardabweichung der feinkörnigen Variante "A" sowie dem	
grobkörnigen Zustand "B"	3
Tabelle 15: Mittelwert und Standardabweichung der feinkörnigen Variante "A" sowie dem	
grobkörnigen Zustand "B"	1
Tabelle 16: Durchschnittliche Korngröße von Variante "A" und "B" in Richtung L, T und S und	
das daraus berechnete Streckungsverhältnis	5
Tabelle 17: Mittlere Korngröße in Prüfrichtung L, T und S und das daraus berechnete Volumen	
und die Fläche des als Quader idealisiert angenommenen Korns.	5

Tabelle 18: Mechanische Kennwerte in der Prüfrichtung L und LT von Variante "A" (globulares
Feinkorn) und "B" (in Walzrichtung gestrecktes Korn)92
Tabelle 19: Bestimmung minimaler Biegeradius bei 180°-Biegung mit der Biegelinie längs und
quer zur Walzrichtung, Variante "A" im Vergleich zu Variante "B"
Tabelle 20: Eisenverteilung in Gew.% über die Barrendicke und -breite im homogenisierten
Walzbarren 114
Tabelle 21: Siliziumverteilung in Gew.% über die Barrendicke und -breite im homogenisierten
Walzbarren 115
Tabelle 22: Zinkverteilung in Gew.% über die Barrendicke und -breite im homogenisierten
Walzbarren 116
Tabelle 23: Chemische Zusammensetzung der im Gefüge sichtbaren Phasen; REM Auswertung,
Probe: 470 °C / 25 h
Tabelle 24: Anteil an Legierungselementen gebunden in den detektierten Primärphasen,
Probe: 470 °C / 25 h. Berechnung basierend auf der durchschnittlichen chemischen
Zusammensetzung aus Tabelle 23118
Tabelle 25: Chemische Zusammensetzung der im Gefüge sichtbaren Phasen; REM Auswertung,
Probe: 480 °C /25 h
Tabelle 26: Anteil an Legierungselementen gebunden in den detektierten Primärphasen,
Probe: 480 °C /25 h. Berechnung basierend auf der durchschnittlichen chemischen
Zusammensetzung aus Tabelle 25 120
Tabelle 27: Chemische Zusammensetzung der im Gefüge sichtbaren Phasen; REM Auswertung,
Probe: 490 °C / 25 h
Tabelle 28: Anteil an Legierungselementen gebunden in den detektierten Primärphasen,
Probe: 490 °C / 25 h. Berechnung basierend auf der durchschnittlichen chemischen
Zusammensetzung aus Tabelle 27121
Tabelle 29: Chemische Zusammensetzung der im Gefüge sichtbaren Phasen; REM-Auswertung,
Opticast Probe
Tabelle 30: Anteil an Legierungselementen gebunden in den detektierten Primärphasen,
Opticast Probe. Berechnung basierend auf der durchschnittlichen chemischen
Zusammensetzung aus Tabelle 29 124
Tabelle 31: Gegenüberstellung der mittels REM detektierten Phasen und deren Anteil an der
Gesamtfläche in Abhängigkeit der Laborhomogenisierung125

# 13 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Einfluss des Verunreinigungsgehalts auf die Bruchzähigkeit bei Blechen der
Aluminiumlegierung 2024 <sup>[3]</sup>
Abbildung 2: Einfluss der Al <sub>2</sub> CuMg-Partikelgröße auf die Zähigkeit bei Blechen der
Aluminiumlegierung 2024 <sup>[3]</sup>
Abbildung 3: TEM-Aufnahme von stäbchenförmige Al <sub>20</sub> Mn <sub>3</sub> Cu <sub>2</sub> -Dispersoiden; (a) AA2024-T8 <sup>[11]</sup> ,
(b) AA2024-T3 <sup>[12]</sup>
<b>Abbildung 4:</b> Grobes $AI_7Cu_2Fe$ -Partikel umgeben von einer $AI_{20}Mn_3Cu_2$ - dispersoid-freien Zone <sup>[16]</sup> 6
Abbildung 5: Risswachstumsenergie bei Blechen der Aluminiumlegierung 7075- aufgetragen
gegen die dispersoide Teilchendichte <sup>[3]</sup> 7
Abbildung 6: Einfluss des Chrom-Gehaltes auf Dehngrenze und Risswachstumsenergie <sup>[3]</sup> 7
Abbildung 7: Schematische Darstellung der Zähigkeit in Abhängigkeit von der Dehngrenze für
Legierungen mit (a) wenig ausgeprägter Veränderung der Zähigkeit von UA $ ightarrow$ PA $ ightarrow$ OA und
(b) für Legierungen mit ausgeprägter Änderung der Zähigkeit in Abhängigkeit des
Wärmebehandlungszustandes; Nomenklatur: UA – Unteraltert; PA – maximale Festigkeit; OA –
Überaltert <sup>[21]</sup> 9
Abbildung 8: Schematische Darstellung der Schubspannung als Funktion des Partikelradius;
ab dem kritischen Radius (r $_{ m c}$ ) werden die Partikel von den Versetzungen umgangen statt
geschnitten <sup>[17]</sup>
Abbildung 9: GP-Zonen und $\beta$ -Löslichkeitslinie, dargestellt in einem Phasendiagramm des
hypothetischen Legierungssystems A-B; für die Zusammensetzung (a) gibt $\Delta T_1$ den
Temperaturbereich für die Lösungsglühung an und $\Delta T_2$ den Temperaturbereich für die
Ausscheidungshärtung <sup>[17]</sup>
Abbildung 10: Kritische Temperatur als Funktion der Mischkristallkonzentration für
Leerstellenkonzentrationen bei thermodynamischen Gleichgewicht und mit einem
Leerstellenüberschuss <sup>[17]</sup>
Abbildung 11: Ausscheidungsfreier Saum bedingt durch Leerstellendiffusion an eine Korngrenze
während des Abschreckens <sup>[38]</sup>
Abbildung 12: TEM-Aufnahme der Legierung 7475 im Zustand T761; Sekundärphasen an den
Korngrenzen und im Korninneren; relativ dichte Korngrenzenbelegung; schmale
ausscheidungstreie Zone <sup>ers</sup>
Abbildung 13: Schematische Darstellung des Temperatureinflusses auf die Faktoren (S, D und P),

Abbildung 14: Einfluss der Dispersoideart und Legierungsanteil auf die
Abschreckempfindlichkeit von 7xxx-Blechen im Zustand T6 als Funktion der
Abschreckgeschwindigkeit; berechnet im Temperaturbereich zwischen 400 °C und 290 °C <sup>[9]</sup>
<b>Abbildung 15:</b> Einfluss von $\cos \theta$ auf die Aktivierungsenergie ( $\Delta G_{het}^*$ ) für
Korngrenzenkeimbildung im Vergleich zu homogener Keimbildung <sup>[40]</sup> 19
Abbildung 16: Definition des Benetzungswinkels $\theta^{[31]}$
Abbildung 17: Einfluss der Abschreckgeschwindigkeit auf die Bruchzähigkeit bei Platten der
Aluminiumlegierung 7075 bei verschiedenen Dehngrenzen <sup>[21]</sup>
Abbildung 18: Dehngrenze und Zähigkeit über Quench-Faktor bei einem Strangpressprodukt
der Aluminiumlegierung 6351 <sup>[37]</sup>
<b>Abbildung 19:</b> Methode zur Bestimmung des Quenchfaktors $\tau$ aus einer Abkühlkurve und
einem Zeit-Temperatur-Eigenschaftsschaubild (C-Kurve) <sup>[15]</sup> 21
Abbildung 20: Eigenschaften von Aluminiumlegierung 6963 als Funktion der Zeit und
Temperatur bei unterbrochener Abschreckung <sup>[4]</sup> ; (a) maximale Dehngrenze;
(b) maximale Zähigkeit; (c) interkristalliner Bruch 22
Abbildung 21: Zeit-Temperatur-Keimbildungsdiagramm für Aluminiumlegierung 2024;
Abschrecken von 2024 auf erhöhte Temperatur im Salzbad (250-475°C) <sup>[7]</sup> 23
Abbildung 22: Bruchzähigkeit in Abhängigkeit des Flächenanteils an
Korngrenzenausscheidungen bei konstanter Dehngrenze für die Aluminiumlegierung
Al-3Li-0,5Mn und Al-6Zn-3Mg <sup>[21]</sup>
Abbildung 23: (a) Anzahl an Al <sub>2</sub> CuLi( $T_1$ )-Ausscheidungen pro Fläche und (b) Festigkeit der
Aluminiumlegierung 2090 als Funktion des Reckgrades und der Auslagerungszeit bei 463 °C <sup>[27]</sup> 24
Abbildung 24: Einfluss, der bei der Aushärtung entstandenen Ausscheidungen auf das
Verhältnis aus Kerbzugfestigkeit und Dehngrenze bei Blechen der Aluminiumlegierung 2024 <sup>[3]</sup> 25
Abbildung 25: Das elektrochemische Potenzial von Korninnerem und -grenzen einer
Aluminiumlegierung mit einem Kupfergehalt von 4 %, geglüht bei 495 °C, abgeschreckt in kaltem
Wasser und bei 191 °C ausgelagert <sup>[47]</sup> 27
Abbildung 26: Schematische Darstellung der Entmischung in der Umgebung von kupferhältigen
Ausscheidungen entlang von Korngrenzen und in der Matrix <sup>[52]</sup>
Abbildung 27: Schematische Darstellung der Änderung in der Spannungsriss-
korrosionsbeständigkeit und Festigkeit als Funktion der Auslagerungstemperatur und -zeit <sup>[55]</sup>
Abbildung 28: Schematische Darstellung der Kornstruktur kaltverformter Aluminiumlegierungen,
bei der Schichtkorrosion auftreten kann <sup>[60]</sup>
Abbildung 29: IK-Eindringtiefe in Abhängigkeit der Kornorientierung bei einemanisotropen in
Walzrichtung gestreckten Korngefüge <sup>[65]</sup>

Abbildung 30: Kürzester IK-Pfad in der L- oder T-Richtung und in der Richtung S <sup>[44]</sup>	31
Abbildung 31: Darstellung eines Korrosionspfades in einem Aluminiumblech in der	
Dickenrichtung S <sup>[44]</sup>	31
Abbildung 32: Risswachstumsgeschwindigkeit und Risspfad von (a) Feinkornmaterial und (b)	
Grobkornmaterial in T-L-Prüfrichtung <sup>[29]</sup>	32
Abbildung 33: Bewertung des lokalen Korrosionsangriffes anhand von Vergleichsbildern	
(Lochfraß, interkristalline Korrosion) <sup>[74]</sup>	34
Abbildung 34: T-L-Bruchzähigkeitsprobe nach der Prüfung und Detailaufnahme der Bruchfläche	38
Abbildung 35: Begriffsdefinitionen für die Bestimmung der Risslänge <sup>[88]</sup>	39
Abbildung 36: Übersicht - Risswachstumsprobe	39
Abbildung 37: Gesägte Probe aus dem homogenisierten Walzbarren	42
Abbildung 38: Schematische Darstellung der Probenpositionen über den Barrenquerschnitt	
verwendet für die nasschemische Analyse der Hauptlegierungselemente	42
Abbildung 39: Darstellung maximaler minus minimaler Analysewert über die Dicke für die	
Hauptlegierungselemente Cu, Mg und Mn	48
Abbildung 40: Umgekehrte Blockseigerung im System Al-Cu <sup>[92]</sup>	49
Abbildung 41: Phasendiagramm mit Variation des Cu-Gehaltes der gewählten Modelllegierung	51
Abbildung 42: Phasendiagramm mit Variation des Kupfergehaltes der Modelllegierung; schwarz	
eingezeichnet die Auflösungslinie der S-Phase	51
Abbildung 43: Phasendiagramm mit Variation des Mg-Gehalte; schwarz hervorgehoben die	
Auflösungslinie der S-Phase in Abhängigkeit des Magnesiumgehaltes	52
Abbildung 44: Phasendiagramm mit Variation des Mangangehaltes	52
Abbildung 45: Isothermer Schnitte bei 510 °C mit Variation des Kupfer- und	
Magnesiumgehaltes für das gewählte Legierungssystem	53
Abbildung 46: Isothermer Schnitt bei 505 °C mit Variation des Kupfer- und Magnesiumgehaltes	
im gewählten Legierungssystem; alle Begleitelemente am Maximum gemäß	
Legierungstoleranzfeld	54
Abbildung 47: Isothermer Schnitte im gewählten Legierungssystem (a) bei 510 °C mit	
Variation des Magnesium- und des Mangangehaltes und (b) 515 °C mit Variation des Eisen- und	
Siliziumgehaltes	54
Abbildung 48: Exemplarische Opticast-Probe, genommen beim Abguss einer Charge 2024;	
REM-LIM Aufnahme ungeätzt; bei $\sim$ 500-facher Vergrößerung <sup>[96]</sup>	55
Abbildung 49: Exemplarische Probe der Legierung 2024; REM-LIM-Aufnahme <sup>[96]</sup>	56
Abbildung 50: Lichtmikroskopische Aufnahmen nach einer Homogenisierung im Labor	59
Abbildung 51: Lichtmikroskopische Aufnahmen nach einer Homogenisierung im Labor	59

Abbildung 52: Repräsentativer Auszug für die statistische Auswertung am REM verwendeter
Bilder; Homogenisierung 430 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser
Abbildung 53: Repräsentativer Auszug für die statistische Auswertung am REM verwendeter
Bilder; Homogenisierung 500 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser60
Abbildung 54: Verteilung der Primärausscheidungen; (a) Homogenisierung 430 °C / 25 h +
Abschrecken in Wasser; (b) Homogenisierung 500 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser
Abbildung 55: Anteil Primärphasen an der Gesamtfläche in Abhängigkeit der
Laborhomogenisierung (siehe Tabelle 31)64
Abbildung 56: Anteil der Hauptlegierungselemente Kupfer und Magnesium gebunden in den
Primärphasen in Abhängigkeit der Homogenisierung65
Abbildung 57: Ausscheidung von Eisen aus an Fe-Übersättigten AlFe(Si)-Legierungen durch
Homogenisierung <sup>[101]</sup>
Abbildung 58: PANDAT Berechnung der Elementlöslichkeit im Aluminium-Mischkristall bei
495 °C in Abhängigkeit des Kupfergehaltes in System Al-Cu-Mg bei konstantem Eisengehalt
(Fe = 0,12 %); (a) gelöster Kupferanteil und (b) gelöster Eisengehalt im Aluminium-Mischkristall 68
Abbildung 59: Schematische Darstellung des Herstellprozesses (a) von Variante "A" (Feinkorn,
globular) und (b) von Zustand "B" (Grobkorn, in Walzrichtung gestreckt)
Abbildung 60: Dreidimensionale Darstellung der Mikrostruktur (a) von Variante "A" (feinkörnig,
globular) und (b) "Variante "B" (grobkörnig, in Walzrichtung gestreckt)
Abbildung 61: Schematische Darstellung der Methode zur Bestimmung der
Korngrößenverteilung in der Längsrichtung mit eingezeichneten Messlinien
Abbildung 62: Korngrößenverteilung in Abhängigkeit von der Kornlänge von Variante "A"
(Feinkorn) und "B" (Grobkorn)
Abbildung 63: Kornstruktur von (a) Variante "A" (Feinkorn) und (b) "B" (Grobkorn) im
Längsschliff
Abbildung 64: Korngrößenverteilung in Abhängigkeit von der Kornbreite von Variante "A"
(Feinkorn) und "B" (Grobkorn)73
Abbildung 65: Kornstruktur von (a) Variante "A" (Feinkorn) und (b) "B" (Grobkorn) im
Querschliff
Abbildung 66: Korngrößenverteilung in Abhängigkeit der Korndicke von Variante "A"
(Feinkorn) und "B" (Grobkorn)74
Abbildung 67: (a) Typisches Aussehen von Lochfraß und IK von (a) Variante "A" (Feinkorn) und
(b) "B" (in WR gestrecktes Grobkorn)76
Abbildung 68: (a) TEM-Gefügeaufnahme einer Korngrenze der feinkörnigen Variante "A", (b)
vergrößerte Darstellung der Korngrenzenausscheidungen77

Abbildung 69: TEM-Gefügeaufnahme von Korngrenzenausscheidungen	. 78
Abbildung 70: EDX-Mapping von Korngrenzenausscheidungen und Dispersoiden	. 78
Abbildung 71: REM-Darstellung eines Korns und Auswertung der EDX-Analysen in der L- und ST-	
Richtung einer feinkörnigen Probe	. 80
Abbildung 72: REM-Darstellung eines Korns und Auswertung der EDX-Analysen in der L- und ST-	
Richtung einer grobkörnigen Probe	. 81
Abbildung 73: Darstellung der Korngröße und der Ausscheidungen im Zustand walzhart vor der	
Lösungsglühung; (a) feinkörniges Material, (b) grobkörniges Material	. 82
Abbildung 74: Darstellung der Korngröße nach der Lösungsglühung im Endzustand T3	. 83
Abbildung 75: Detailaufnahme der Korngrenze bei höchster REM-Auflösung im Endzustand T3;	. 83
Abbildung 76: TEM-Aufnahme im Hell- und Dunkelfeld von Variante (a) "A" (Feinkorn) und	
(b) "B" (Grobkorn)	. 84
Abbildung 77: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Kornlänge (a) Variante "A" (Feinkorn); (b)	
Variante "B" (Grobkorn). Unterschiedliches IK-Verhalten in stark texturieren Mikrostrukturen	
anhand des "Brick wall model"	. 85
<b>Abbildung 78</b> : (a) da/dN-ΔK-Diagramm für Variante "A" (Feinkorn) und "B" (Grobkorn) in	
Prüfrichtung T-L; (b) da/dN-ΔK-Diagramm für Zustand "A" (Feinkorn) und "B" (Grobkorn) in	
Prüfrichtung L-T	. 88
Abbildung 79: Bruchverlauf der Risswachstumsprobe im Prüfbereich, Längsschliff ungeätzt	. 89
Abbildung 80: Bruchverlauf der Risswachstumsprobe im Prüfbereich, Längsschliff mit Barker	
Ätzung	. 89
Abbildung 81: Bruchverlauf der Risswachstumsprobe im Prüfbereich, Draufsicht ungeätzt	. 90
Abbildung 82: Bruchverlauf der Risswachstumsprobe im Prüfbereich, Draufsicht in Barker	
Ätzung	. 91
Abbildung 83: Gegenüberstellung LT-Dehngrenze Rp <sub>0,2</sub> und T-L-Bruchzähigkeit K <sub>co</sub>	. 92
Abbildung 84: Biegelinie quer zur Walzrichtung mit Biegeradius 2,5 mm,	
Oberflächenbeurteilung der Biegekante: (a) Variante "A" (globulares Feinkorn), (b) "B" (in WR	
gestrecktes Korn) mit leichter Orangenhaut an der Oberfläche	. 93
Abbildung 85: Biegelinie quer zur Walzrichtung jeweils mit Biegeradius 2,5 und 2,0 mm:	
(a) Variante "A" (globulares Feinkorn), (b) "B" (in WR gestrecktes Korn)	. 94
Abbildung 86: Lichtmikroskopische Aufnahmen nach einer Homogenisierung im Labor	117
Abbildung 87: Repräsentativer Auszug für die statistische Auswertung am REM verwendeter	
Bilder; Homogenisierung 470 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser	117
Abbildung 88: Verteilung der Primärausscheidungen; Homogenisierung 470 °C / 25 h +	
Abschrecken in Wasser	117

Abbildung 89: Lichtmikroskopische Aufnahmen nach einer Homogenisierung im Labor	119
Abbildung 90: Repräsentativer Auszug für die statistische Auswertung am REM verwendeter	
Bilder; Homogenisierung 480 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser	119
Abbildung 91: Verteilung der Primärausscheidungen; Homogenisierung 480 °C / 25 h +	
Abschrecken in Wasser	119
Abbildung 92: Lichtmikroskopische Aufnahmen nach einer Homogenisierung im Labor	121
Abbildung 93: Repräsentativer Auszug für die statistische Auswertung am REM verwendeter	
Bilder; Homogenisierung 490 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser	121
Abbildung 94: Verteilung der Primärausscheidungen; Homogenisierung 490 °C / 25 h +	
Abschrecken in Wasser	121
Abbildung 95: Lichtmikroskopische Aufnahme der Opticast Probe	123
Abbildung 96: Repräsentativer Auszug für die statistische Auswertung am REM verwendeter	
Bilder; Opticast Probe	123

# 14 Anhang

### 14.1 Eisenverteilung am homogenisierten Walzbarren

In Tabelle 20 ist der Fe-Gehalt des homogenisierten Walzbarrens über die Barrendicke und -breite entsprechend der Probenentnahmematrix (siehe Abbildung 38) dargestellt. In der für diesen Versuch herangezogenen Charge, aus welcher der analysierte Walzbarren stammt, wurde der Fe-Gehalt mit 0,12 % bestimmt.

Eisenver	teilung im Wa	alzbarren		Barrenbreite												
			1	2	3	Mitte	5	6	7	über Barrenbreite						
Ja Obe		seite	0,11	0,11	0,11	0,11	0,11	0,11	0,11	0,00						
g ül		2/7	0,11	0,11	0,10	0,10	0,11	0,11	0,12	0,02						
ر. zun licke	0	3/7	0,11	0,11	0,11	0,11	0,11	0,11	0,11	0,00						
hen nset end	Tiefe	4/7	0,11	0,09	0,09	0,09	0,09	0,09	0,11	0,02						
C mei Barr		5/7	0,11	0,11	0,11	0,11	0,11	0,11	0,11	0,00						
sam		6/7	0,11	0,11	0,11	0,11	0,11	0,11	0,11	0,00						
zu:	Unte	rseite	0,11	0,11	0,10	0,11	0,11	0,10	0,10	0,01						
	Differenz über Bar	min-max rendicke	0,00	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	min-max Gesamt 0,09 % - 0,12 % = 0,03 %						

Tabelle 20: Eisenverteilung in Gew.% über die Barrendicke und -breite im homogenisierten Walzbarren

Aufgrund der Verteilung des Eisens über die Walzbarrendicke und -breite ergibt sich folgende Abweichung von der Chargenanalyse: **0,12** % <sup>+0,00/-0,03 %</sup> Unter Berücksichtigung von typischen Schwankungsbreiten des Ist-Gehaltes im industriellen Prozess und unter Berücksichtigung der dadurch bedingten Makroseigerungen im abgegossenen Walzbarren ist eine ΔFe<sub>max</sub> von 0,1 % zu erwarten.

### 14.2 Siliziumverteilung am homogenisierten Walzbarren

In Tabelle 21 ist der Si-Gehalt des homogenisierten Walzbarrens über die Barrendicke und-breite entsprechend der Probenentnahmematrix (siehe Abbildung 38) dargestellt. In der für diesen Versuch herangezogenen Charge, aus welcher der analysierte Walzbarren stammt, wurde der Si-Gehalt mit 0,07 % bestimmt.

Siliziumve	erteilung im W	/alzbarren		Barrenbreite												
			1	2	3	Mitte	5	6	7	über Barrenbreite						
ັງ Oberse		rseite	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,07	0,01						
g ül		2/7	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,07	0,01						
ר. zun licke	0	3/7	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,00						
hen nset end	Liefe	4/7	0,06	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,06	0,01						
Cl mer 3arr	F	5/7	0,07	0,06	0,07	0,06	0,07	0,07	0,07	0,01						
sam		6/7	0,07	0,07	0,06	0,06	0,06	0,06	0,07	0,01						
'nz	Unte	rseite	0,07	0,07	0,06	0,06	0,07	0,06	0,06	0,01						
	Differenz über Bar	rendicke	0,01	0,02	0,02	0,01	0,02	0,02	0,01	min-max Gesamt 0,05 % - 0,07 % = 0,02 %						

Tabelle 21: Siliziumverteilung in Gew.% über die Barrendicke und -breite im homogenisierten Walzbarren

Aufgrund der Verteilung des Siliziums über die Walzbarrendicke und -breite ergibt sich folgende Abweichung von der Chargenanalyse: **0,07** % <sup>+0,00/-0,02 %</sup> Unter Berücksichtigung von typischen Schwankungsbreiten des Ist-Gehaltes im industriellen Prozess und unter Berücksichtigung der dadurch bedingten Makroseigerungen im abgegossenen Walzbarren ist eine ΔSi<sub>max</sub> von 0,1 % zu erwarten.

### 14.3 Zinkverteilung am homogenisierten Walzbarren

In Tabelle 22 ist der Zn-Gehalt des homogenisierten Walzbarrens über die Barrendicke und-breite entsprechend der Probenentnahmematrix (siehe Abbildung 38) dargestellt. In der für diesen Versuch herangezogenen Charge, aus welcher der analysierte Walzbarren stammt, wurde der Zn-Gehalt mit 0,07 % bestimmt.

Zinkvert	eilung im Wa	lzbarren		Differenz min-max						
			1	2	3	Mitte	5	6	7	über Barrenbreite
oer	Oberseite		0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,00
Chem. mensetzung üt 3arrendicke		2/7	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,00
	0	3/7	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,00
	_iefe	4/7	0,06	0,06	0,06	0,06	0,05	0,05	0,06	0,01
		5/7	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,00
sam		6/7	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,00
'nZ	Unte	rseite	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,00
	Differenz über Bar	min-max rendicke	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,01	0,00	min-max Gesamt 0,05 % - 0,06 % = 0,01 %

Tabelle 22: Zinkverteilung in Gew.% über die Barrendicke und -breite im homogenisierten Walzbarren

Aufgrund der Verteilung des Zinkes über die Walzbarrendicke und -breite ergibt sich folgende Abweichung von der Chargenanalyse: **0,07** % <sup>-0,01/-0,02 %</sup> Unter Berücksichtigung von typischen Schwankungsbreiten des Ist-Gehaltes im industriellen Prozess und unter Berücksichtigung der dadurch bedingten Makroseigerungen im abgegossenen Walzbarren ist eine ΔZn<sub>max</sub> von 0,2 % zu erwarten.



### 14.4 Homogenisierung 470 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser

Abbildung 86: Lichtmikroskopische Aufnahmen nach einer Homogenisierung im Labor mit 470 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser



Abbildung 87: Repräsentativer Auszug für die statistische Auswertung am REM verwendeter Bilder; Homogenisierung 470 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser.



Abbildung 88: Verteilung der Primärausscheidungen; Homogenisierung 470 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser

		Al in Gew.%			Cu in Gew.%				Mg in Gew.%				Mn in Gew.%				Fe in Gew.%				Si in Gew.%				
		min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ
/ 25h	Al-Fe,Mn-Si	73,2	75,2	74,3	0,8	10,0	10,9	10,5	0,4	-	-	I	1	5 <i>,</i> 8	7,3	6,5	0,8	5,3	7,3	5,9	0,9	2,3	3,1	2,8	0,4
	Mg-Si	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Al-Cu-Mg	46,7	76,2	60,3	5,9	18,8	41,1	31,0	4,4	5,0	11,3	7,9	1,3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
0.0	A-Cu-Fe	55,8	78,1	65,5	5,6	17,1	34,9	27,5	4,2									2,7	6,8	5,3	0,9	-	-	-	-
470	Al-Cu-Mn	70,3	70,3	70,3	0,0	25,8	25,8	25,8	0,0	-	-	-	-	3,9	3,9	3,9	0,0	-	-	-	-	-	-	-	-
	Al-Cu	61,7	88,8	76,2	7,0	11,2	33,9	22,1	6,1	1,7	5,0	4,0	0,9	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Tabelle 23: Chemische Zusammensetzung der im Gefüge sichtbaren Phasen; REM Auswertung, Probe: 470 °C / 25 h

		Phasenanteil an	In den Primärphasen gebundene Hauptlegierungselemente									
		Gesamtfläche	Cu in Gew. %	Mg in Gew. %	Mn in Gew.%							
	Al-Fe,Mn-Si	0,007	0,001	0,000	0,000							
	Mg-Si	0,000	0,000	0,000	0,000							
	Al-Cu-Mg	3,175	0,984	0,251	0,000							
5h	A-Cu-Fe	0,138	0,038	0,000	0,000							
C / 2	Al-Cu-Mn	0,006	0,002	0,000	0,000							
0°07	Al-Cu	0,156	0,034	0,006	0,000							
47	Gesamt	3,482	1,059	0,257	0,000							
	Charger	nanalyse	4,370	1,480	0,470							
	Nicht in den F	Primärphasen	3 311	1 223	0.470							
	gebundener Legier	ungselementanteil	3,311	1,223	0,770							

Tabelle 24: Anteil an Legierungselementen gebunden in den detektierten Primärphasen, Probe: 470 °C / 25 h. Berechnung basierend auf der<br/>durchschnittlichen chemischen Zusammensetzung aus Tabelle 23

→ <u>Annahme</u>: Direkte Umrechnung von Flächenprozent in Gewichtsprozent, z.B.: Kupfergehalt in der Al-Cu-Mg-Phase: 3,175 \*0,310 = 0,984 %



### 14.5 Homogenisierung 480 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser

Abbildung 89: Lichtmikroskopische Aufnahmen nach einer Homogenisierung im Labor mit 480 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser



Abbildung 90: Repräsentativer Auszug für die statistische Auswertung am REM verwendeter Bilder; Homogenisierung 480 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser.



Abbildung 91: Verteilung der Primärausscheidungen; Homogenisierung 480 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser

		Al in Gew.%			Cu in Gew.%			Mg in Gew.%			N	1n in G	ew.%	, 5	Fe in Gew.%				Si in Gew.%						
		min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ
	Al-Fe,Mn-Si	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	I	-	-	I	-	-	-	-	I	-	-	1
h 5	Mg-Si	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
/ 21	Al-Cu-Mg	39,3	74,4	55,4	6,9	20,4	46,7	34,5	4,9	5,1	13,1	9,0	1,5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
480 °C	A-Cu-Fe	49,1	71,9	60,9	5,4	22,2	37,5	30,2	3,6	-	-	-	-					4,9	10,0	6,9	1,0	-	-	-	-
	Al-Cu-Mn	53,8	67,7	60,7	9,8	27,5	34,6	31,1	5,1	-	-	-	-	4,8	6,0	5,4	0,8					-	-	-	-
	Al-Cu	51,6	86,5	73,3	7,8	13,5	43,5	23,8	6,2	3,6	4,9	4,5	0,4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Tabelle 25: Chemische Zusammensetzung der im Gefüge sichtbaren Phasen; REM Auswertung, Probe: 480 °C / 25 h

		Phasenanteil an	In den Primärpha	sen gebundene Hauptleg	gierungselemente
		Gesamtfläche	Cu in Gew. %	Mg in Gew. %	Mn in Gew.%
	Al-Fe,Mn-Si	0,000	0,000	0,000	0,000
	Mg-Si	0,000	0,000	0,000	0,000
	Al-Cu-Mg	1,908	0,658	0,172	0,000
25h	A-Cu-Fe	0,272	0,082	0,000	0,000
C / 2	Al-Cu-Mn	0,017	0,005	0,000	0,001
30 °0	Al-Cu	0,056	0,013	0,003	0,000
48	Gesamt	2,253	0,759	0,174	0,001
	Charger	ianalyse	4,370	1,480	0,470
	Nicht in den I gebundener Legier	Primärphasen ungselementanteil	3,611	1,306	0,469

Tabelle 26: Anteil an Legierungselementen gebunden in den detektierten Primärphasen, Probe: 480 °C /25 h. Berechnung basierend auf der<br/>durchschnittlichen chemischen Zusammensetzung aus Tabelle 25

→ <u>Annahme</u>: Direkte Umrechnung von Flächenprozent in Gewichtsprozent, z.B.: Kupfergehalt in der Al-Cu-Mg-Phase: 1,908 \* 0,345 = 0,658 %

# 

### 14.6 Homogenisierung 490 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser

Abbildung 92: Lichtmikroskopische Aufnahmen nach einer Homogenisierung im Labor mit 490 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser



Abbildung 93: Repräsentativer Auszug für die statistische Auswertung am REM verwendeter Bilder; Homogenisierung 490 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser.



Abbildung 94: Verteilung der Primärausscheidungen; Homogenisierung 490 °C / 25 h + Abschrecken in Wasser

		Al in Gew.%			Cu in Gew.%			Mg in Gew.%			Mn in Gew.%				Fe in Gew.%				Si in Gew.%						
		min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ
2 h	Al-Fe,Mn-Si	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Mg-Si	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
/ 2	Al-Cu-Mg	40,9	84,8	52,9	6,5	8,6	45,1	36,8	5,0	5,0	13,7	9,9	1,6	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
D°C	A-Cu-Fe	53,9	82,6	62,9	6,1	13,4	36,2	28,2	4,6									3,6	9,0	5,9	1,0	-	-	-	-
49(	Al-Cu-Mn	63,4	73,8	68,2	4,9	20,8	27,9	24,8	3,1	-	-	-	-	3,7	5,8	4,6	1,0					-	-	-	-
	Al-Cu	61,9	86,2	77,5	6,8	13,8	34,0	21,7	5,9	4,1	4,2	4,1	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Tabelle 27: Chemische Zusammensetzung der im Gefüge sichtbaren Phasen; REM Auswertung, Probe: 490 °C / 25 h

		Phasenanteil an	In den Primärpha	sen gebundene Hauptleg	ierungselemente
		Gesamtfläche	Cu in Gew. %	Mg in Gew. %	Mn in Gew.%
	Al-Fe,Mn-Si	0,000	0,000	0,000	0,000
	Mg-Si	0,000	0,000	0,000	0,000
	Al-Cu-Mg	1,277	0,470	0,126	0,000
5 h	A-Cu-Fe	0,233	0,066		
C/2	Al-Cu-Mn	0,045	0,011	0,000	0,002
0.0	Al-Cu	0,015	0,003	0,001	0,000
49	Gesamt	1,570	0,550	0,127	0,002
	Chargenanalyse:	01/0027436/08	4,370	1,480	0,470
	Nicht in den I	Primärphasen	3 820	1 353	0 468
	gebundener Legier	ungselementanteil	5,520	1,333	0,400

**Tabelle 28:** Anteil an Legierungselementen gebunden in den detektierten Primärphasen, Probe: 490 °C / 25 h. Berechnung basierend auf der<br/>durchschnittlichen chemischen Zusammensetzung aus Tabelle 27

→ <u>Annahme</u>: Direkte Umrechnung von Flächenprozent in Gewichtsprozent, z.B.: Kupfergehalt in der Al-Cu-Mg-Phase: 1,277 \* 0,368 = 0,470 %

# 14.7 Charakterisierung Opticast Probe



Abbildung 95: Lichtmikroskopische Aufnahme der Opticast Probe



Abbildung 96: Repräsentativer Auszug für die statistische Auswertung am REM verwendeter Bilder; Opticast Probe

Al in Gew.			Gew.%			Cu in Gew.%				Mg in Gew.%			Mn in Gew.%				Fe in Gew.%				Si in Gew.%				
		min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ	min.	max.	Ø	σ
obe	Al-Fe,Mn-Si	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Mg-Si	51,3	52,6	52,0	0,9	16,1	42,3	29,2	18,5	5,3	9,5	7,4	3,0	-	-	-	-	-	-	-	-	1,0	2,6	1,8	1,1
t Pr	Al-Cu-Mg	38,7	74,6	53,9	6,3	20,1	51,5	39,3	6,0	5,0	10,1	6,5	1,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Opticas	A-Cu-Fe	42,1	67,0	50,0	4,9	28,0	48,6	39,2	4,3	1,7	4,4	2,6	0,8	2,8	8,9	4,2	1,2	4,0	9,8	5,7	1,3	-	-	-	-
	Al-Cu-Mn	48,3	60,1	52,7	6,5	34,9	43,1	39,7	4,3	2,1	4,0	2,8	1,0	2,9	4,1	3,4	0,6					-	-	-	-
Ū	Al-Cu	34,7	86,5	52,2	10,9	10,3	57,4	44,2	11,3	1,5	5,0	3,5	0,9	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Tabelle 29: Chemische Zusammensetzung der im Gefüge sichtbaren Phasen; REM-Auswertung, Opticast Probe

		Phasenanteil an	In den Primärphasen gebundene Hauptlegierungselemente						
		Gesammache	Cu in Gew. %	Mg in Gew. %	Mn in Gew.%				
	Al-Fe,Mn-Si	0,000	0,000	0,000	0,000				
	Mg-Si	0,001	0,000	0,000	0,000				
obe	Al-Cu-Mg	4,694	1,845	0,305	0,000				
t Pr	A-Cu-Fe	0,095	0,037	0,002	0,004				
icas	Al-Cu-Mn	0,003	0,001	0,000	0,000				
Dpti	Al-Cu	0,600	0,265	0,021	0,000				
0	Gesamt	5,393	2,149	0,329	0,004				
		Chargenanalyse	4,370	1,480	0,470				
		nicht in den Primärphasen gebundener Legierungselementanteil	2,221	1,151	0,466				

 Tabelle 30: Anteil an Legierungselementen gebunden in den detektierten Primärphasen, Opticast Probe. Berechnung basierend auf der durchschnittlichen chemischen Zusammensetzung aus Tabelle 29

→ <u>Annahme</u>: Direkte Umrechnung von Flächenprozent in Gewichtsprozent, z.B.: Kupfergehalt in der Al-Cu-Mg-Phase: 4,694 \*0,393 = **1,845** %

## 14.8 Zusammenfassung Laborhomogenisierung

		Opticast Probe				/25 h + At	oschrecken in Wasser	470 °C/25 h + Abschrecken in Wasser					
Phase	Abgetastete Fläche	Fläche	Anzahl	Phasenanteil an Gesamtfläche	Fläche	Anzahl	Phasenanteil an Gesamtfläche	Fläche	Anzahl	Phasenanteil an Gesamtfläche			
	[µm²]	[µm²]		[%]	[µm²]		[%]	[µm²]		[%]			
Al-Fe,Mn-Si				0,000			0,000	53	4	0,007			
Mg-Si		9	2	0,001			0,000			0,000			
Al-Cu-Mg		33.700	538	4,694	34.700	968	4,833	22.800	471	3,175			
A-Cu-Fe		679	40	0,095	409	10	0,057	988	22	0,138			
Al-Cu-Mn		22	3	0,003	33	3	0,005	43	1	0,006			
Al-Cu		4.310	245	0,600	3.450	44	0,481	1.120	57	0,156			
Gesamt	718.000	38.720	828	5,393	38.592	1025	5,375	25.004	555	3,482			
		480 °C	/25 h + Ał	oschrecken in Wasser	490 °C	/25 h + At	oschrecken in Wasser	500 °C	:/25 h + Ak	oschrecken in Wasser			
Phase	Abgetastete Fläche	Fläche	Anzahl	Phasenanteil an Gesamtfläche	Fläche	Anzahl	Phasenanteil an Gesamtfläche	Fläche	Anzahl	Phasenanteil an Gesamtfläche			
	[µm²]	[µm²]		[%]	[µm²]		[%]	[µm²]		[%]			
Al-Fe,Mn-Si				0,000			0,000			0,000			
Mg-Si				0,000			0,000			0,000			
Al-Cu-Mg		13.700	489	1,908	9.170	372	1,277	6.190	196	0,862			
A-Cu-Fe		1.950	43	0,272	1.670	76	0,233	2.950	47	0,411			
Al-Cu-Mn		123	2	0,017	322	5	0,045	244	5	0,034			
Al-Cu		405	35	0,056	109	10	0,015	52	7	0,007			
Gesamt	718.000	16.178	569	2,253	11.271	463	1,570	9.436	255	1,314			

Tabelle 31: Gegenüberstellung der mittels REM detektierten Phasen und deren Anteil an der Gesamtfläche in Abhängigkeit der Laborhomogenisierung