

# Lehrstuhl für Nichteisenmetallurgie

# Masterarbeit

# Optimierung der Stabilisierung im

# System AI-Mg-Si nach dem

# Strangpressen

# Patrick Ortner, BSc

Mai 2021

# Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei jenen Personen bedanken, die durch ihre fachliche und persönliche Unterstützung zum Gelingen dieser Masterarbeit beigetragen haben.

Mein Dank gilt insbesondere Herrn Dr.-Ing. Andreas Schiffl, da erst durch ihn diese Masterarbeit entstehen konnte. Durch seine Bemühungen und Engagement für diese Arbeit ist eine gute Zusammenarbeit entstanden. Des Weiteren möchte ich mich bei Herrn MSc Patrick Riepler sowie dem gesamten Team der Technologie für die tatkräftige Unterstützung beim Durchführen der Versuche bedanken.

Des Weiteren möchte ich mich bei Herrn DI Dr.mont Stefan Pogatscher sowie dem Lehrstuhl der Nichteisenmetallurgie für die Betreuung sowie Durchführung der Arbeit bedanken.

Abschließend möchte ich mich bei meiner Familie sowie meinen Freunden bedanken, die mir mein Studium durch ihre Unterstützung ermöglicht haben und stets ein offenes Ohr für mich hatten.

# Abstract

The need for lightweight construction in the automotive industry is rising. For this reason, the proportion of aluminium and its alloys has increased significantly in recent years. Particularly in the field of electromobility, the reduction of vehicle weight plays an important role to achieve greater battery ranges. Moreover, the  $CO_2$  emissions of cars with conventional combustion engines can be reduced. In this context, extruded aluminium profiles of the 6xxx as well as 7xxx family show great potential.

In addition to a literature review on the natural aging effect on alloys of the 6xxx family, this work includes investigations on the optimization of the stabilization treatment in the AIMgSi system after extrusion. For this purpose, various tests were carried out to observe the effect of storage at room temperature between the alloys 6060 (Mg+Si low), 6005 as well as 6082 (Mg+Si high) and subsequently to find an optimal heat treatment strategy for the process.

In the course of the work, it became apparent that for all three alloys a stabilization temperature of 120 °C for a period of 4 hours achieves the best results. For the alloys 6082 as well as 6005, a strength increase of 15 MPa can be achieved compared to a heat treatment strategy without stabilization. For alloy 6060, even 26 MPa could be achieved.

# Kurzfassung

Das Bestreben nach Leichtbau im Bereich der Automobilindustrie wird zunehmend größer. Aus diesem Grund steigt der Anteil an Aluminium und seinen Legierungen. Vor allem im Bereich der Elektromobilität spielt die Reduzierung des Fahrzeuggewichts eine wichtige Rolle, um größere Batteriereichweiten zu erreichen. Zudem ist es das Ziel, den CO<sub>2</sub>-Ausstoß von Autos mit herkömmlichen Antrieben so gering wie möglich zu halten. Dabei zeigen Aluminium-Strangpressprofile der 6xxx- sowie 7xxx-Familie großes Potential.

Diese Arbeit umfasst neben einer Literaturrecherche über den Kaltauslagerungseffekt auf Legierungen der 6xxx-Familie, Untersuchungen zur Optimierung der Stabilisierungsbehandlung im System AlMgSi nach dem Strangpressen. Dazu wurden diverse Versuche durchgeführt um den Effekt der Lagerung auf Raumtemperatur zwischen der Legierung 6060 (Mg+Si low), 6005 sowie 6082 (Mg+Si high) zu betrachten und in weiterer Folge eine für den Prozess optimale Wärmebehandlungsstrategie zu finden.

Im Zuge der Arbeit zeigte sich, dass für alle drei Legierungen eine Stabilisierungstemperatur von 120 °C für eine Zeitdauer von 4 Stunden die besten Ergebnisse erzielt. Bei den Legierungen 6082 sowie 6005 ist eine Festigkeitssteigerung von 15 MPa im Vergleich zu einer Wärmebehandlungsstrategie ohne Stabilisierung zu erreichen. Bei der Legierung 6060 konnten sogar 26 MPa erreicht werden.



### MONTANUNIVERSITÄT LEOBEN

www.unileoben.ac.at

#### EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt, und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Ich erkläre, dass ich die Richtlinien des Senats der Montanuniversität Leoben zu "Gute wissenschaftliche Praxis" gelesen, verstanden und befolgt habe.

Weiters erkläre ich, dass die elektronische und gedruckte Version der eingereichten wissenschaftlichen Abschlussarbeit formal und inhaltlich identisch sind.

Datum 07.05.2021

Unterschrift Verfasser/in Patrick Ortner

# Inhaltsverzeichnis

1	EINLEITUNG	1
2	TECHNISCHE GRUNDLAGEN	3
2.1	Einteilung der Al-Mg-Si-Legierungen	3
2.2	Ausscheidungen in 6xxx-Legierungen	5
2.3	Kaltauslagerungseffekt auf die $\beta^{\circ}$ -Phase	12
2.4	Zusammenhang zwischen elektrischer Leitfähigkeit und Ausscheidungen	15
2.5	Wärmebehandlung aushärtbarer Al-Legierungen	20
2.6	Strangpressen	20
3	WERKSTOFF-CHARAKTERISIERUNG	22
3.1	Leitfähigkeitsmessung	22
3.2	Härtemessung	23
3.3	Zugversuch	23
3.4	Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)	24
4	EXPERIMENTELLE UNTERSUCHUNGEN	25
4.1	Kaltauslagerung	25
4.2	Legierung 6082.CR	26
4.3	Legierung 6005.SG	29
4.4	Legierung 6060.22	31
5	ERGEBNISSE	32
5.1	Kaltauslagerung	32
5.2	Legierung 6082.CR	34
5.3	Legierung 6005.SG	43
5.4	Legierung 6060.22	48
6	DISKUSSION	50
6.1	Kaltauslagerungsverhalten	50
6.2	Stabilisierungsverhalten / Kaltauslagerungseffekt	51
7	ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK	60
8	LITERATURVERZEICHNIS	62
9	ABBILDUNGSVERZEICHNIS	66
10	TABELLENVERZEICHNIS	69
11	ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS	70
12	ANHANG	71
12.1	Echtzeitdaten Zugversuch	71

# 1 Einleitung

Infolge einer EU-Richtlinie dürfen alle neu zugelassenen PKWs bis 2021 im Schnitt maximal 95 g CO<sub>2</sub>/km ausstoßen. Bis 2025 soll dieser Wert um 15 %, bis 2030 um 37,5 % gesenkt werden. Dies erhöht den Druck auf die Automobilindustrie den Kraftstoffverbrauch zu senken bzw. alternative Antriebstechnologien (z. B. Elektromobilität) zu optimieren. Bei beiden Varianten stellt das Gesamtgewicht des Fahrzeugs einen großen Einfluss dar. Basierend auf diversen Leichtbaukonzepten spielt der Werkstoff Aluminium sowie seine Legierungen eine tragende Rolle. Aufgrund der Eigenschaften von Aluminium wie zum Beispiel das geringe spezifische Gewicht, vielfältige Herstellungsmöglichkeiten, gute Korrosionsbeständigkeit sowie ein breites Festigkeitsspektrum wurde es Mitte des letzten Jahrhunderts nach Stahl zum wichtigsten Gebrauchsmaterial. [1–3]

Der Werkstoff Aluminium lässt sich aufgrund seiner Gitterstruktur (kubisch flächenzentriert) sehr gut umformen. Vielfältige Herstellungsmöglichkeiten, wie zum Beispiel Gießen, Walzen, Schmieden, Strangpressen oder Ziehen, aber auch diverse Formgebungsmöglichkeiten wie Tiefziehen, Streckziehen, Spanen, Stanzen oder Biegen bieten ein breites Anwendungsspektrum. Die Einsatzbereiche erstrecken sich über Architektur und Ingenieurbau, Schiffsbau, Schienenfahrzeugbau, Flugzeugbau, Nutzfahrzeugbau sowie Automobilbau, wobei der Sektor Transport und Verkehr den größten Anteil darstellt. Die Firma Hammerer Aluminium Industries Extrusion GmbH (kurz HAI) bietet eine breite Produktpallette an Al-Strangpressprofilen an. Diese finden Anwendung als Fahrwerksprofile, Schwellerprofile, Spaceframeprofile, Profile für Fenster, Türen sowie Balkone. Zur Verarbeitung gelangen hauptsächlich die 1xxx, 3xxx, 6xxx-Serien sowie Glanz- und Crashlegierungen. Zu der Gruppe der Crashlegierungen zählen verschiedene Varianten auf Basis von EN-AW-6005 sowie 6082. In der Anwendung sind höchste Festigkeitseigenschaften gefordert. [1, 4, 5]

Das international verwendete Bezeichnungssystem ist in der DIN EN 573 definiert. Die normgerechte Bezeichnung umfasst nacheinander folgende Elemente: [1]

- Die Vorsilbe EN,
- der Buchstabe A für Aluminium,
- W für Knetlegierungen,
- Einen Bindestrich,
- Vier Ziffern (bei Knetlegierungen) und fünf Ziffern (bei Gusslegierungen) zur Definition der Legierungszusammensetzung

Im Zuge dieser Arbeit wird auf den Zusatz EN-AW aus Gründen der Einfachheit verzichtet. Um die Eigenschaftsanforderungen hinsichtlich Festigkeit, Korrosionsbeständigkeit etc. erfüllen zu

können, ist eine optimale Prozesskette nötig. Eine große Rolle spielt dabei die Art der Wärmebehandlung nach dem Strangpressen. Hierbei gilt zwischen einer Kaltauslagerung (Lagerung auf Raumtemperatur) sowie einer Warmauslagerung (Ausscheidungsglühen) zu unterscheiden. Oftmals erfolgt prozessbedingt eine Zwischenlagerung auf Raumtemperatur. Mit steigendem Gehalt an Magnesium und Silizium wirkt sich diese negativ auf die Mikrostruktur und somit auf die zu erreichenden Festigkeiten aus. Mithilfe einer Stabilisierungsbehandlung vor der eigentlichen Warmauslagerung ist es möglich, diesem Effekt entgegenzuwirken. [6]

Im Zuge dieser Masterarbeit soll ein im Prozessfenster mögliches Optimum der Dauer zwischen Strangpressen und Stabilisierung gefunden werden, um eine Steigerung der mechanischen Kennwerte zu erreichen.

### 2 Technische Grundlagen

Im Folgenden werden allgemein Legierungen der 6xxx-Familie charakterisiert, sowie die Ausscheidungssequenzen dieser behandelt. Des Weiteren erfolgt eine Literaturrecherche über die Wärmebehandlung dieser Gruppe sowie die Auswirkung der Zwischenlagerung bei Raumtemperatur auf die nachfolgende Warmauslagerung. Außerdem wird der Zusammenhang zwischen elektrischer Leitfähigkeit sowie Ausscheidungen näher betrachtet. Abschließend wird der Umformprozess des Strangpressens nähergebracht.

### 2.1 Einteilung der Al-Mg-Si-Legierungen

Die Legierungsgruppe der 6xxx-Familie sind aushärtbare Aluminiumknetlegierungen mit den Hauptlegierungsbestandteilen Silizium und Magnesium. Aufgrund einiger Vorteile, wie gute Schweißbarkeit, Korrosionsbeständigkeit sowie ihrer geringen Anfälligkeit gegenüber Spannungsrisskorrosion sind diese in der Anwendung weit verbreitet. Der Haupteinsatz besteht in der Erzeugung von Profilen mithilfe des Strangpressens. In anwendungsorientierten Legierungen gibt es zwei Strategien. Zum einen Mg und Si in stöchiometrischen Mengen zu legieren, welche zur Bildung der Gleichgewichtsphase Mg<sub>2</sub>Si (β-Phase) benötigt wird. Zum anderen erfolgt oftmals die Zugabe eines Si-Überschusses. Die handelsüblichen Systeme lassen sich prinzipiell in drei Gruppen einteilen, welche in Abbildung 1 dargestellt sind. Die Kurven in der Grafik zeigen die üblichen Spitzenwerte der Streckgrenze im Zustand T6. Die diversen T-Zustände sind im Kapitel 2.5 erklärt. [1, 7]



Abbildung 1: Zusammensetzungsgrenzen kommerzieller 6xxx-Legierungen; die Kurven repräsentieren übliche Spitzenwerte der Streckgrenze nach einer Wärmebehandlung auf T6-Zustand [7]

Die erste Gruppe repräsentiert Legierungen mit gleichen Mengen an Magnesium und Silizium, welche in Summe zwischen 0,8 und 1,2 Massen-% liegen. Diese lassen sich leicht

Strangpressen und bieten den Vorteil der geringen Abschreckempfindlichkeit nach dem Strangpressen. Durch die Aushärtung bei 160–190 °C kann eine mäßige Festigkeit erreicht werden. Die Legierung 6063 ist dabei die sehr häufig verwendete Al-Mg-Si-Legierung. Diese findet besonders Anwendung für architektonische und dekorative Oberflächen. [7]

Die beiden anderen Gruppen enthalten mehr als 1,4 Massen-% Mg und Si. Sie entwickeln bei der Auslagerung eine höhere Festigkeit, besitzen aber den Nachteil der höheren Abschreckempfindlichkeit. Ein Beispiel der zweiten Gruppe ist die Legierung 6061, welcher zur Verbesserung der mechanischen Eigenschaften 0,25 Massen-% Cu zulegiert wird sowie 0,2 % Chrom zum Ausgleich der negativen Auswirkungen des Kupfers auf die Korrosionsbeständigkeit. Diese sind im Allgemeinen als Strukturmaterialien in Anwendung. Die Legierungen der dritten Gruppe enthalten mehr Silizium als zur Bildung der Mg<sub>2</sub>Si-Phase nötig ist. Dies trägt zur besseren Aushärtung bei. Der Hintergrund liegt in einer Verfeinerung der Mg<sub>2</sub>Si-Partikel und der Ausscheidung von Silizium. Dies führt allerdings zu einer Senkung der Duktilität und zu intergranularer Versprödung, da Silizium die Neigung zeigt, sich an den Korngrenzen anzulagern. [7]

In verschiedenen Experimenten zeigte sich, dass die Atomverhältnisse Mg:Si in den Zwischenausscheidungen, welche die maximale Aushärtung bewirken, nahe bei 1:1 und nicht bei den früher erwarteten 2:1, welche in der Gleichgewichtsphase vorhanden sind, liegen. Dies führte zur Entwicklung einer vierten Gruppe mit weniger Mg-Anteil, um die Warmumformeigenschaften zu verbessern sowie die Produktivität zu erhöhen, ohne die mechanischen Eigenschaften zu beeinträchtigen. Ein Beispiel dafür ist die leicht strangzupressende Legierung 6060 mit einer modifizierten Zusammensetzung (Al-0,35Mg-0,5Si), welche vergleichbar mit der Legierung 6063 (Al-0,5Mg-0,4Si9) ist, wobei die Strangpressgeschwindigkeit bis zu 20 % höher sein kann. In dieser Arbeit wird vorwiegend auf die Legierungen EN-AW 6005, EN-AW 6060 sowie EN-AW 6082 fokussiert. Die genormten chemischen Zusammensetzungen sind Tabelle 1 zu entnehmen. [7–11]

Legierung	Element	Si	Mg	Fe	Cu	Mn	Cr	Zn	Ti	Andere (jeweils)	Andere (total)
6005	min	0,50	0,50	-	-	-	-	-	-	-	-
	max	0,90	0,70	0,35	0,30	0,50	0,30	0,20	0,10	0,05	0,15
6060	min	0,30	0,35	0,10	-	-	-	-	-	-	-
	max	0,60	0,60	0,30	0,10	0,10	0,05	0,15	0,10	0,05	0,15
6082	min	0,70	0,60	-	-	0,40	-	-	-	-	-
	max	1,3	1,2	0,50	0,10	1,0	0,25	0,20	0,10	0,05	0,15

Tabelle 1: Chemische Zusammensetzung laut Norm für die Legierungen EN-AW-6005, EN-AW-6060 sowie EN-AW-6082 [9–11]

### 2.2 Ausscheidungen in 6xxx-Legierungen

Wie in Kapitel 2.1 erwähnt sind die Hauptlegierungsbestandteile der 6xxx-Legierungen Magnesium und Silizium zumeist mit einem Si/Mg-Verhältnis größer als eins. Des Weiteren sind neben den gewollten Legierungselementen immer Eisen als Verunreinigung und Mangan zur Verbesserung der Strangpressbarkeit präsent. Wenn der Si-Gehalt jenen zur Bildung der Mg<sub>2</sub>Si-Phase übersteigt, wird es in Phasen wie Al-Fe-Si, Al-Fe-Si-Mn und Al-Fe-Si-Cr oder Mischphasen mit Mn und Cr eingebaut. [8]

Der gesamte Ausscheidungsprozess wurde von vielen Forschern untersucht und gilt heute als vielleicht der komplexeste aller aushärtbaren Aluminiumlegierungen. Dies liegt daran, dass die Ausscheidungssequenzen keine sind, die für jede Temperatur gelten. Einige der Phasen treten bei zu niedriger Temperatur möglicherweise nicht auf oder entwickeln sich bei zu hoher Temperatur fast augenblicklich in andere, womit es Bereiche der Koexistenz von mehr als einer Phase gibt. Die genaue Ausscheidungsfolge hängt von der chemischen Zusammensetzung (Überschuss an Mg, Si oder beide zu gleichen Mengen) sowie von der Einflussnahme möglicher Spurenelemente (Cu, Mn, Fe, etc.) ab. Des Weiteren nimmt eine Zwischenlagerung bei RT ebenso Einfluss auf die Ausscheidungskinetik, genaueres dazu in Kapitel 2.3. [7, 12]

In Abbildung 2 sind DSC-Kurven der Legierungen 6005 sowie 6082 dargestellt. Mithilfe dieser Methode ist es möglich, die allgemeine Ausscheidungsfolge von Al-Mg-Si-Legierungen zu deuten. Dazu werden Proben nach dem Lösungsglühen abgeschreckt und danach in der DSC-Kammer bei konstanten Aufheizraten erhitzt. Die Ausscheidungssequenzen sind von mehreren Forschern wie folgt dargelegt: [1, 8, 13]

Übersättigter Mischkristall (ÜMK)  $\rightarrow$  Cluster von Si- und Mg-Atomen  $\rightarrow$  Auflösung von Mg

→ Bildung von Mg/Si Co-Cluster → Ausscheidungen unbekannter Struktur (GP-I-Zonen)→  $\beta''$ -Phase (z.T. als GP-II Zonen bezeichnet)

 $\rightarrow \beta'$ -Phase  $\rightarrow \beta$ -Phase (Mg<sub>2</sub>Si-Gleichgewichtsphase) [1, 8, 13]

Die ersten beiden exothermen Peaks in Abbildung 2 (rechts) lassen sich auf die Bildung von Guinier-Preston-Zonen (GP-Zonen) zurückführen. Der Hauptpeak (3) bei 260 °C gehört zur Ausscheidung der metastabilen  $\beta$ "-Partikeln, welche am besten zur Festigkeitssteigerung der 6xxx-Legierungen beitragen. Der nächste Ausschlag bei 310 °C erfolgt durch die teilweise kohärente  $\beta$ '-Phase, welche die nächste Stufe der Ausscheidung aus dem übersättigtem Mischkristall (ÜMK) ist und die zur endgültigen Ausscheidung der Gleichgewichtsphase  $\beta$  (Peak 5 bei 475 °C) führt. Der Volumenanteil an GP-Zonen sowie Mg<sub>2</sub>Si-Partiekln nimmt mit zunehmendem Gehalt an Legierungsbestandteilen zu. [8]

5



Abbildung 2: DSC-Kurve einer abgeschreckten Probe der Legierung 6005 (links) sowie 6082 (rechts) mit einer Aufheizrate von 10 °C/min [8]

Erst in letzter Zeit ist die Rolle des Mg/Si-Verhältnisses, des Keimbildungsmechanismus (Anfangs- und Übergangsphasen), die Stabilität und das Umwandlungsverhalten der Ausscheidungen sowie der Gitter-Leerstellen klarer geworden. Es existieren jedoch große Unsicherheiten hinsichtlich Struktur und Zusammensetzung der frühen Ausscheidungsphasen, da die entscheidenden Vorgänge im Nanobereich vollzogen werden und sich bis heute der direkten Beobachtung (z. B. durch hochauflösender Durchstrahlungs-Elektronenmikroskopie, kurz HRTEM) entziehen. Die Kenntnis über die Ausscheidungsprozesse, schematische Darstellung siehe Abbildung 3, stützen sich auf der Interpretation indirekter Messmethoden, wie Differenz-Thermoanalyse (DTA), Leitfähigkeitsmessungen, Positronenspektroskopie, 3D-Atomprobe und neuerdings Myon-Spektroskopie. Die neueren Methoden haben die Einblicke in die Ausscheidungssequenzen, vor allem die Wichtigkeit der Leerstellen in ihrer Wechselwirkung mit Legierungselementen, Spurenelementen, Ausscheidungen und Versetzungen erheblich verbessert. [1, 14]





#### <u>Cluster</u>

Sehr früh in der Ausscheidungssequenz wurden über indirekte Methoden Veränderungen im Legierungssystem festgestellt. Um diese zu erklären erfolgte die Verwendung sogenannter Atomcluster, ein Zusammenfinden von Atomen unbekannter Struktur. Indirekt bedeutet, dass die Wirkung der Cluster, nicht aber die Verteilung oder Größe dieser quantitativ gemessen werden kann. [15]

Die Reaktion zur Bildung setzt Wärme frei, dieser exotherme Peak im Temperaturbereich von zirka 20-120 °C kann im DSC festgestellt werden. Des Weiteren verändert sich der elektrische Widerstand der Legierung, sodass mithilfe der elektrischen Widerstandsmessung Aussagen über die Clusterbildung Direkte getroffen werden können. Methoden wie Rasterelektronenmikroskopie oder Transelektronenmikroskopie zeigen keinen deutlichen Kontrast bei niedrigem Legierungsgehalt und Elementen ähnlicher Ordnungszahl, wie dies bei AlMgSi-Legierungen der Fall ist. Die einzige Möglichkeit die Anfangsstadien der Entmischung zu beobachten ist die Atomsondentomographie (APT). Mit dieser Methode erfolgten von einigen Forschern, wie Edwards et al., Murayama et al. oder Dutta und Allen Untersuchungen, wobei teils unterschiedliche Ergebnisse erzielt wurden. [13, 15, 16]

In der Studie von Edwards et al. ist die Ausscheidungssequenz einer 6061-Legierung mithilfe von Proben aus einem stranggepressten Stab sowie den Methoden der DSC, hochauflösender Dunkelfeld-Elektronenmikroskopie (HRDEM) sowie Atomsonden-Feldionenmikroskopie (AP-FIM) untersucht worden. Proben, welche mit 5 °C/min auf 100 °C (nahe dem ersten DSC-Peak) erhitzt wurden, zeigten bei der Untersuchung mittels Hellfeld- und Dunkelfeld-TEM sowie Selected area diffraction pattern (SADP) keine Hinweise auf Ausscheidungen. Dies korreliert nicht mit den Ergebnissen von Dutta und Allen. Es gab lediglich schwache Reflexionen bei SADP, diese zeigten sich jedoch auch im abgeschreckten Zustand. Es wird vermutet, dass diese durch eine Oberflächenschicht aus Oxid oder anderem Material auf den entstanden sind. AP-FIM-Konzentrationsprofile dünnen Folienproben zeigen das Vorhandensein dreier Arten von Ausscheidungen. Cluster aus Si-Atomen, Cluster aus Mg-Atomen sowie Co-Cluster, welche sowohl Mg als auch Si-Atome enthalten. [13, 17]

Um die Clusterbildung genauer zu untersuchen wurden Proben für 0,5 h, 8 h sowie 60 h bei 70 °C gehalten und anschließend mittels AP-FIM untersucht. Die Konzentrationsprofile sind in Abbildung 4 dargestellt. Für die Haltezeit von 0,5 h (Abbildung 4 a.) zeigt sich kein eindeutiger Nachweis von Co-Cluster mit Mg und Si. Erst für die längeren Haltezeiten (Abbildung 4 b.) und c.) zeigen sich Co-Cluster, welche Magnesium und Silizium enthalten. Nach der Auslagerung bei 8 h wiesen die meisten dieser Ausscheidung ein Mg:Si-Verhälntis von zirka 0,7 auf, wobei einige mehr Si oder mehr Mg enthielten. Nach 60 h lag das Verhältnis nahezu bei eins. [13]

7



Abbildung 4. AP-FIM-Konzentrationsprofile von Proben welche bei 70 °C für a.) 0,5 h, b.) 8 h und c.) 60 h wärmebehandelt wurden. Eine statistische Analyse von a.) zeigte, dass sowohl Cluster von Si-Atomen als auch von Mg-Atomen vorliegen. Co-Cluster, welche Si und Mg enthalten sind in b.) und c.) präsent. [13]

### <u>GP-Zonen</u>

Unklarheit herrscht derzeit auch über die nächste Stufe in der Ausscheidungssequenz, die sogenannten Guinier-Preston-Zonen (oft auch als pre- $\beta$ <sup>''</sup>-Phase bezeichnet). Diese wurden 1938 gleichzeitig von Guninier und Preston im System Al-Cu entdeckt. In der Literatur werden als GP-Zonen allgemein Phasen bezeichnet, welche sich durch eine geringe Größe sowie eine hohe Kohärenz mit der Matrix auszeichnen. Smith, Cordier und Gruhl berichten von kugelförmigen Ausscheidungen, wobei Dutta und Allen behaupten, dass diese nicht dargestellt werden können. Marioara et al. bezeichnen die pre- $\beta$ <sup>''</sup>-Partikel als GP-Zonen, welche sich nadelförmig ausscheiden. Die Zusammensetzung dieser frühen Ausscheidungen ist unbekannt. [13, 17–20]

Marioara et al. führte an einer 6082-Legierung isotherme Wärmebehandlungen bei 150 °C durch. Die Untersuchungen konzentrierten sich auf den Zusammenhang zwischen der atomaren Struktur der frühen Ausscheidungsphasen (GP-Zonen und  $\beta''$ ) und der Härte. Der Härteverlauf in Abhängigkeit der Wärmebehandlungszeit ist in Abbildung 5 dargestellt. Die Kurve zeigt eine gleichmäßige Steigung zwischen 4 und 11 Stunden. Danach erfolgt ein langsamerer Anstieg bis zum Härtemaximum nach 9 Tagen. Durch Untersuchungen mithilfe von Dunkelfeld-Aufnahmen sowie SADP zeigt sich am Beginn der Ausscheidungssequenz

eine hohe Dichte an feinen Partikeln, vor allem für die 4 h Probe. Die Ausscheidungen sind nadelförmig und entlang der <100> Al angeordnet. Die Länge der Nadeln liegt nach 4 h bei 7,5 nm sowie nach 9 d bei 16,3 nm. Obwohl die Proben 4 und 11 h eine doppelt so hohe Partikeldichte und einen höheren Volumenanteil aufweisen als die Proben 2 und 9 d zeigen die Proben 4 sowie 11 h einen geringeren Härtungseffekt. Dies deutet darauf hin, dass die Ausscheidungen nach 4 und 11 h eine größere Kohärenz mit der Matrix aufweisen. Die pre- $\beta$ ''-Phase kann als die am weitesten entwickelte GP-Zone angesehen werden und tritt kurz vor der Bildung der  $\beta$ ''-Ausscheidung auf. [18]



Abbildung 5: Vickershärte als Funktion der Wärmebehandlungszeit bei 150 °C für eine 6082-Legierung mit der Zusammensetzung von 0,6 wt-% Mg, 0,9 wt-% Si, 0,5 wt-% Mn und 0,2 wt-% Fe [18]

Im Verlauf der weiteren Arbeit werden GP-Zonen (pre-  $\beta$ <sup>(')</sup>) als Keimstellen für die  $\beta$ <sup>(')</sup>-Partikeln angesehen.</sup>

#### <u>β´´-Ausscheidungen</u>

Die  $\beta$ <sup>''</sup>-Partikeln sind jene, welche das Härtemaximum der AlMgSi-Legierungen bewirken. Das Ziel einer Auslagerung ist es, eine möglichst homogene, fein verteilte Ausscheidung dieser Phase zu erreichen. Erstmals wurde sie durch die Röntgenanalyse entdeckt und später durch TEM genau spezifiziert. Die Ausscheidung tritt nadelförmig auf und ist entlang der Nadelachse kohärent mit der Matrix. Die Zusammensetzung der  $\beta$ <sup>''</sup>-Phase ist Mg<sub>5</sub>Si<sub>6</sub>. Die Länge liegt zwischen 20–100 nm, der Durchmesser in etwa bei 6 nm. Verschiedene Kristallstrukturen wurden für die Ausscheidung vorgeschlagen: [13, 18, 21]

- Monoklin mit  $a = c = 6,16 \text{ Å}, b = 7,1 \text{ Å} und \beta = 82 \circ [13]$
- Monoklin mit a = 3,0 Å, b = 3,3 Å, c = 4,0 Å und  $\gamma$  = 71 ° [13]
- Hexagonal mit a = 7,05 Å und c = 4,05 Å [21]

In Abbildung 6 (a) ist eine Hellfeld Transmissionselektronenmikroskop-Aufnahme (TEM-Aufnahme) aus der Studie Edwards et al. dargestellt. Es zeigt eine nadelförmige Ausscheidung einer Probe, welche mit 5 °C/min auf 250 °C aufgeheizt wurde. Hochauflösende Aufnahmen wurden nur von Ausscheidungen erhalten, welche mit der Längsachse parallel zum Elektronenstrahl ausgerichtet sind. Bei anderen Ausscheidungsorientierungen kommt es aufgrund des kleinen Durchmessers der nadelförmigen  $\beta$ ´´-Phase zu Überlappungen mit der Al-Matrix. Aus diesem Grund gibt es nur eine Ansicht des Ausscheidungsgitters, siehe Abbildung 6 (b). Es zeigt sich, dass das Gitter eine Periodizität aufweist, welche durch die Vektoren a1 sowie c definiert ist. Eine detaillierte Analyse der hochauflösenden Aufnahme (b), der Streifen in SADPs sowie der schwachen, kreisförmigen Reflexionen in SADPs führt zu einer vorgeschlagenen basiszentrierten monoklinen Struktur für  $\beta$ ´´ mit a = 15,34±0,15 Å, b = 4,05 Å, c = 6,83±0,15 Å sowie  $\beta$  = 106 °±1,5 °. Der Einheitsvektor a ist doppelt so lang wie der Vektor a1 in Abbildung 6 (b). Die Orientierungsbeziehung zwischen dieser Struktur und dem Al-Gitter wurde wie folgt gefunden: (001)<sub>Al</sub>//(010)<sub>β</sub>´´ und [310]<sub>Al</sub>//[001]<sub>β</sub>´´. Es gibt 12 äquivalente Orientierungen der Ausscheidung, vier für jede <001><sub>Al</sub> Orientierung der Nadelachse. Eine AP-FIM Analyse einer  $\beta$ ´´-Ausscheidung ergibt 118 Mg Atome, 97 Si Atome und 3 Cu Atome, dies ergibt ein Mg:Si-Verhältnis von 1,2. [13]



Abbildung 6: (a) Hellfeld TEM-Aufnahme und (b) hochauflösende elektronenmikroskopische Aufnahme einer nadelförmigen Ausscheidung entlang seiner Achse [13]

### • <u>β'-Ausscheidungen</u>

Die  $\beta'$ -Ausscheidung formt sich in der Sequenz nach der  $\beta''$ . Sie ist stabförmig und längs entlang der <100><sub>Al</sub> ausgerichtet. Die Struktur wurde von Jacobs als hexagonal mit a = 7,05 Å und c = 4,05 Å bestimmt. Des Weiteren erfolgte eine Untersuchung mit HRTEM und Mikrodiffraktion ( $\mu$ XRD), wodurch diese bestätigt wurde. Die Zusammensetzung der Phase wurde ebenfalls analysiert, die Ergebnisse sind jedoch zum Teil unschlüssig. Lynch et al. hat unter Verwendung von EDS festgestellt, dass das Mg:Si-Verhältnis (atomar) viel kleiner als das 2:1-Verhältnis in der Gleichgewichtsphase und möglicherweise sogar nur 0,44 ist. Matsuda et al. verwendete ebenso EDS, erhielt jedoch ein Verhältnis von 1,68. [13, 22, 23] Des Weiteren wurde beobachtet, dass sich neben der  $\beta'$ -Phase mehrere andere Zwischenausscheidungen bilden. [13]

#### • <u>β-Ausscheidungen</u>

Als letztes bildet sich die Gleichgewichtsphase Mg<sub>2</sub>Si in Form von Plättchen entlang der  $\{100\}_{Al}$ Ebene aus. Die Phase ist durch die kubisch flächenzentrierte Anti-Fluoritstruktur charakterisiert. Dies ist allgemein eine Struktur der Form M<sub>2</sub>X. In Abbildung 7 ist das pseudobinäre Phasendiagramm für die Mg<sub>2</sub>Si-Phase und Aluminium dargestellt. Die Ausscheidung trägt wenig zur Festigkeit der Legierung bei. [13]



Abbildung 7: Pseudobinäres Phasendiagramm für Al-Mg<sub>2</sub>Si-Phase [24]

#### Leerstellen

Leerstellen sind nulldimensionale Fehler (Punktfehler) und kennzeichnen das Fehlen von Atomen auf Gitterplätzen. Der Gehalt an Leerstellen C<sub>L</sub> erhöht sich mit steigender Temperatur. C<sub>L</sub> beträgt für Reinstaluminium bei Temperaturen um 500 °C etwa 1,3\*10<sup>-4</sup>. Mit abnehmender Temperatur nimmt der Gehalt exponentiell sehr stark ab (bis zu 8 Größenordnungen bei Raumtemperatur). Durch Abschrecken aus höheren Temperaturen erfolgt ein Einfrieren der Legierungselemente (übersättigter MK) sowie der Leerstellen, welche bei der Wärmebehandlung eine enorme Rolle spielen. Das Ausheilen von überschüssigen Leerstellen erfolgt durch Diffusion zu Leerstellensenken (Fremdatome, Versetzungen, Korngrenzen) oder auch durch Kondensation zu Versetzungsringen. Des Weiteren steuern sie die Kinetik der Ausscheidungsprozesse über den Diffusionsprozess der Legierungselemente. [1]

Versuche mittels APT und PALS lassen vermuten, dass Leerstellen auch für die Stabilität von Co-Cluster verantwortlich sind. Für Legierungen mit einem niedrigem Mg-Gehalt (< 0,1 at.-%) neigen die Leerstellen dazu sich während dem Abschrecken zu Doppel- oder Dreifachleerstellen anzuhäufen. Anschließend unterstützen sie die Bildung Si-reicher Cluster im Verlauf der Kaltauslagerung. Für Legierungen mit einem Mg-Gehalt > 0,1 at.-% bleiben die Mono-Leerstellen erhalten. Die Clusterbildung wird zunächst durch Si-Atome und mit

fortschreitender Kaltauslagerung durch Mg-Atome bestimmt. Für die Legierung 6061 zeigen jüngste Ergebnisse, dass die Warmauslagerungskinetik über die Konzentration mobiler Leerstellen gesteuert wird, welche durch eine temperaturabhängige Auflösung von Co-Clustern in Verbindung mit der Freisetzung unbeweglicher, eingefrorener Leerstellen bestimmt wird. Durch eine sehr langsame Co-Cluster-Auflösung bei kommerziellen Auslagerungstemperaturen wird der Ausscheidungsprozess stark verzögert. Abschließend bleibt zu erwähnen, dass die Rolle der eingefrorenen Leerstellen während der Keimbildung als Schlüssel zum Verständnis des Einflusses der Kaltauslagerung auf die nachfolgende Warmauslagerung angesehen wird. [1, 25–27]

### 2.3 Kaltauslagerungseffekt auf die β"-Phase

Es ist mittlerweile bekannt, dass sich eine Lagerung auf RT ab einem gewissen Gehalt an Mg und Si auf die nachfolgende Wärmebehandlung im System der 6xxx-Legierungen negativ auswirkt. Negativ bedeutet, dass mit steigender Kaltauslagerungszeit vor der Wärmebehandlung die erreichbare Festigkeit sinkt. Dies liegt in einer Abnahme der Dichte der  $\beta$ ''-Ausscheidungen sowie einer Vergröberung dieser mit zunehmender Warmauslagerung. Der negative Effekt ist bei stöchiometrischen Legierungen ab Mg<sub>2</sub>Si-Gehalten über 0,8 Gew.-% zu beobachten. Bei einem Überschuss an Mg oder Si sinkt die kritische Grenze auf ca. 0,6 Gew.-% Mg<sub>2</sub>Si ab. [1, 6, 15]

In [6] erfolgte eine Untersuchung des Kaltauslagerungseffektes bei Raumtemperatur auf die  $\beta$  '-Phase an der Legierung 6082. Die Proben wurden aus 2 cm dicken, homogenisierten Knüppeln bezogen, welche zu 1 x 1 x 1 cm<sup>3</sup> Würfeln weiterverarbeitet wurden. Danach erfolgte eine Behandlung im Salzbad bei 540 °C für 55 min sowie ein Abschrecken in Wasser auf Raumtemperatur. Die erste Reihe an Proben wurde sofort in einem Ölbad bei den Temperaturen 100, 125 und 150 °C wärmebehandelt, eine zweite Reihe zunächst für 7 Tage auf RT gelagert und anschließend wie die erste Serie wärmebehandelt. Für beide Probenreihen variierten die Wärmebehandlungszeiten bei jeder Temperatur zwischen 1 h und mehr als 40 Tagen. Die Probenbezeichnung lautet wie folgt: x/xxx °C/x h (oder x d), wobei sich die erste Zahl auf die Lagerzeit bei RT (0 für keine Lagerung oder 7 für 7 Tage), die zweite Zahl auf die Wärmebehandlungstemperatur und die dritte Zahl auf die Dauer der Behandlung bezieht. [6]

Die Ergebnisse der verschiedenen Wärmebehandlungen sind in Abbildung 8 dargestellt. Die Härtekurven der Proben bei 125 und 150 °C ohne Lagerung ergeben ein ähnliches Bild. Im Anfangsstadium erhöht sich die Härte ausgehend vom übersättigten Mischkristall mit einem Ausgangswert von 50–55 HV drastisch auf 110–115 HV. Nachfolgend zeigt sich ein Plateau, bei dem kaum ein Anstieg vorliegt. Schließlich erfolgt ein zweiter Anstieg der Härte auf ein

12

Maximum von 125–130 HV. Jene Proben, welche nach 7 Tagen Lagerung den gleichen Wärmebehandlungen unterzogen wurden, zeigen ein anderes Verhalten. Die Härte erhöht sich monoton, bis ein Maximum von etwa 115 HV erreicht ist. [6]



Abbildung 8: Härteverlauf für (a) 0/125 °C; (b) 0/150 °C; (c) 7/125 °C; (d) 7/150 °C; (e) 0/100 °C. Für jede Probe sind jeweils an repräsentativen Positionen die Wärmebehandlungszeiten im Kurvenverlauf eingetragen [6]

Um einen Zusammenhang zwischen dem Härteverlauf und der Mikrostruktur sowie den gebildeten Ausscheidungen zu finden, erfolgte eine Untersuchung mittels TEM. Die Ergebnisse aus der TEM-Analyse hinsichtlich Partikeldichte, Ausscheidungsart, etc. sind in Tabelle 2 zusammengefasst. Aufgrund diverser Fehlereinflüsse sind die absoluten Zahlen zum Teil verfälscht, die Tendenzen zwischen den Wärmebehandlungen sind jedoch vergleichbar. Im Anfangsstadium bei 0/150 °C bildet sich ein sehr hoher Volumenanteil an kleinen pre- $\beta$ "-Ausscheidungen. Diese zeigen sich bei den Proben mit 4 und 11 h, nach 2 Tagen erfolgte bereits die Umwandlung zum  $\beta$ "-Typ. [6, 28]

Die Ergebnisse der Serie 0/100 °C zeigen, dass sich ab Beginn der Wärmebehandlung eine große Menge sehr feiner und kohärenter  $Pre-\beta''$  bilden. Dies steht im Einklang mit der 0/150 °C-Reihe. Jedoch erfolgt, auch nach einer Wärmebehandlung von 17 Tagen keine

Umwandlung in die  $\beta$ ''-Phase. Im Vergleich zur 0/150 °C-Reihe zeigt die Mikrostruktur der auf RT gelagerten Proben eine andere Entwicklung. In Tabelle 2 ist ersichtlich, dass nach 4 h keine Ausscheidungen beobachtet werden konnten sowie nach 11 h nur eine sehr geringe Menge an Pre- $\beta$ ''. Nach 2 bzw. 9 Tagen lag ein Gemisch aus Pre- $\beta$ '' und groben  $\beta$ ''-Partikeln vor. [6, 28]

Proben	Partikeldichte [Partikel/µm³]	Nadellänge [nm]	Nadelquerschnitt [nm²]	Ausscheidungstyp
0/150 °C/4h h	350.000-450.000	$7,5 \pm 0,6$	3–5,2	Pre-β΄΄
0/150 °C/11 h	350.000-450.000	$9,5 \pm 0,6$	3–5,2	Pre- β΄΄
0/150 °C/2 d	100.000–200.000	10,1 ± 0,6	3–5,2	β΄΄
0/150 °C/9 d	100.000–200.000	16,3 ± 0,6	3–5,2	β΄΄
7/150 °C/4 h	keine Ausscheidung	keine Ausscheidung	keine Ausscheidung	keine Ausscheidung
7/150 °C/11 h	sehr wenig	8,5 ± 0,6	1–2	Pre- β΄΄
7/150 °C/2 d	40.000-60.000	$24,0 \pm 0,6$	7,5 ± 0,7	Pre- β΄΄ + β΄΄
7/150 °C/9 d	40.000-60.000	35,2 ± 0,6	$11,0 \pm 0,7$	Pre- β΄΄ + β΄΄
0/100 °C/8 d	> 500.000	4–6	1–5	Pre- β΄΄
0/100 °C/8 d	> 500.000	4–6	1–5	Pre- β΄΄

Tabelle 2: Partikeldichte, Größe und Art der Ausscheidung in Abhängigkeit der Lagerdauer, Wärmebehandlungstemperatur sowie -zeit [6]

Aus den Ergebnissen wurden folgende Schlussfolgerungen gezogen: [6]

- Während der Lagerung auf Raumtemperatur bilden sich Atomcluster
- GP-I-Zonen (Pre-β΄) sind die ersten Partikel, welche sich ausscheiden. Liegt die Glühtemperatur über 125 °C erfolgt eine Umwandlung in die β΄΄-Phase
- Es zeigt sich, dass die Lagerung auf RT einen wichtigen Einfluss auf die Ausscheidung von Pre-β''- und β''-Phasen sowie auf die gesamte Ausbildung der Mikrostruktur hat. Während der Lagerung gebildete Atomcluster sowie die geringe Konzentration an eingefrorenen Leerstellen wirken sich verzögernd auf die Bildung von Pre-β''-Partikeln aus. Folglich werden die danach gebildeten β''-Phasen sehr grob. Im Gegensatz dazu zeigen die Proben ohne Lagerung eine große Anzahl an Pre-β'', welche sich in sehr feine, homogen verteilte β''-Partikel umwandeln. Die Dichte der β''-Phasen ist in diesem Fall um etwa fünf Mal so hoch, als bei den auf RT gelagerten Proben
- Die Lagerung auf RT wirkt sich negativ auf die Härte und folglich auf die mechanischen Eigenschaften aus
- Obwohl die Anfangsstadien der Keimbildung bei 100 °C denen bei 125 und 150 °C ähneln, wird keine β´´-Phase gebildet. Dies deutet darauf hin, dass diese Temperatur für die Legierung 6082 zu niedrig ist um β´´ zu bilden.

Im Gegenteil zu den Legierungen über dem kritischen Gehalt an Mg und Si wirkt sich eine Kaltauslagerung bei niedriglegierten Systemen positiv auf die nachfolgende Wärmebehandlung aus. In [29] erfolgte eine Untersuchung an einer reinen, ternären Al-Mg0,4-Si0,4 (0,44 at.-% Mg und 0,38 at-% Si), welche mit der Legierung 6060 vergleichbar ist, mittels Härtemessung, TEM sowie 3D-AP. In Abbildung 9 ist der Härteverlauf für Proben mit und ohne vorheriger Kaltauslagerung sowie nachfolgender Wärmebehandlung bei 180 °C dargestellt. Bei jener Probe, welche nach dem Lösungsglühen direkt wärmebehandelt wurde, steigt die Härte von 30 HV auf ein Maximum von 65 HV nach 40 h. Bei der zweiten Probe erfolgte eine Kaltaushärtung von einer Woche vor der Wärmebehandlung. Die Härte steigt bis zu einem Spitzenwert von ca. 80 HV nach 8 h. Sowohl der größere Härtezuwachs als auch der schnellere Anstieg zeigen den positiven Effekt einer vorherigen Lagerung auf RT. [29]



Abbildung 9: Härteverlauf für die Warmauslagerung bei 180 °C mit und ohne vorheriger Kaltauslagerung nach dem Abschrecken aus dem Lösungsglühen [29]

Die Kaltauslagerung erzeugt eine hohe Dichte an Cluster bzw. Co-Cluster aus Si- und Mg-Atomen, welche die Ausscheidungskinetik für die nachfolgende Wärmebehandlung steuern, bei welcher sich die Cluster nur langsam auflösen und als Keimstellen für nachfolgende Ausscheidungen dienen. In Legierungen ähnlich der 6060 wirken sich diese positiv auf die Alterung aus. Für Legierungen mit höherem Gehalt an Mg und Si wirken sich die gebildeten Cluster auf die Ausscheidungskinetik negativ aus. [29]

# 2.4 Zusammenhang zwischen elektrischer Leitfähigkeit und Ausscheidungen

Augustus Matthiessen veröffentliche von 1857–1858 mehrere bahnbrechende Artikel über die Leitfähigkeit von Metallen. In London untersuchte er 1861 deren Temperaturabhängigkeit und ermittelte dabei experimentell die Regel von Matthiessen, siehe Gleichung (1). [30, 31]

$$\rho_{\text{Total}} = \rho_0 + \rho(T) \tag{1}$$

Der gesamte spezifische Widerstand eines Metalls  $\rho_{Total}$  setzt sich aus Streuprozessen zusammen. Der temperaturunabhängige Term  $\rho_0$  beschreibt die Streuung der Elektronen an Gitterfehlern. Der temperaturabhängige Term  $\rho(T)$  beschreibt die Streuung der Elektronen an Gitterschwingungen (Phononen) sowie die Streuung zwischen Elektron-Elektron. Die Regel von Matthiessen ist streng genommen nur korrekt, insofern es zu keiner Abhängigkeit unter den Mechanismen kommt. Aus diesem Grund kommt es bei Legierungen zu Abweichungen. Bei steigender Temperatur sinkt die Leitfähigkeit von Metallen, da die Atome stärker schwingen und dadurch die Mobilität der Elektronen kleiner wird [30–33]

In technischen Aluminiumlegierungen führen die im Mischkristall gelösten Fremdatome, Leerstellen sowie Ausscheidungen zu einer Änderung des elektrischen Widerstands. In Tabelle 3 sind Eigenschaften wichtiger in der Aluminiummatrix gelöster Legierungselemente bezogen auf Atomprozent angegeben.  $M_{Le}/M_{AI}$  sowie  $r_{Le}/r_{AI}$  beschreiben das Verhältnis des Atomgewichts bzw. der Atomradien des jeweiligen Legierungselements und der Aluminiummatrix. Die Wertigkeit der Elemente wird unter  $Z_{Le}$  angegeben. Des Weiteren ist die maximale Löslichkeit  $c_{max}$  bei Raumtemperatur sowie die Widerstandserhöhung ( $\Delta \rho$ ) pro Atomprozent Legierungselement angegeben. [32]

Element	M <sub>Le</sub> /M <sub>Al</sub>	Z <sub>Le</sub>	r <sub>Le</sub> /r <sub>Al</sub>	c <sub>max</sub> [at%]	Δρ[μΩcm] / at%Le
Si	1,0	4	0,978	1,6	0,72
Mg	0,9	2	1,12	17	0,46
Fe	2,1	2,3	0,893	0,025	5,40
Cu	2,4	1,2	0,898	2,50	0,83
Mn	2,0	2,4,7	0,903	0,90	6,90
Cr	1,9	2,3,6	0,984	0,38	8,40
Zn	2,4	2	0,972	66	0,23
Ti	1,8	4	1,02	0,14	5,5

Tabelle 3: Eigenschaften wichtiger in der Aluminiummatrix gelöster Legierungselemente [32]

In Tabelle 4 ist der durchschnittliche Anstieg des elektrischen Widerstandes durch in der Aluminiummatrix gelöster und ausgeschiedener Legierungselemente angeführt.  $\Delta \rho_{sol}$  und  $\Delta \rho_{prec}$  beschreiben die Widerstandserhöhung pro Gewichtsprozent an gelöstem bzw. ausgeschiedenem Legierungselement. Das Ausscheiden eines Elementes aus der übersättigten Matrix führt somit zu einer Erhöhung der Leitfähigkeit. [34]

Element	Δρ <sub>sol</sub> [μΩcm] / wt% Le	Δρ <sub>prec</sub> [μΩcm] / wt% Le
Si	1,02	0,088
Mg	0,54	0,22
Fe	2,56	0,058
Cu	0,344	0,030
Mn	2,94	0,34
Cr	4,00	0,18
Zn	0,094	0,023
Ti	2,88	0,12

Tabelle 4: Durchschnittlicher Anstieg des elektrischen Widerstandes durch in der Aluminiummatrix gelösten und ausgeschiedenen Legierungselementen [34, 35]

In Abbildung 10 ist der Effekt der Kaltauslagerung auf die Leitfähigkeit dargestellt. Basierend auf Überlegungen von Hirosawa et al. sowie Zurob et al. lässt sich schlussfolgern, dass die Änderung des Widerstandes über die logarithmische Zeit auf das Clusterwachstum zurückzuführen ist, welches durch das Entweichen von Leerstellen dominiert wird. In späteren Arbeiten konnte für die Kaltauslagerung kein Wachstum der Cluster erzielt, jedoch eine Zunahme der Clusterdichte mittels APT beobachtet werden. [15, 36, 37]



Abbildung 10: Effekt der Kaltauslagerung auf den Volumenanteil der gelösten Elemente (Mg, Si und Cu) sowie auf die elektrische Leitfähigkeit im Zustand T4 [15]

In Abbildung 11 sind die fünf Stadien der Clusterbildung während der Kaltauslagerung, das erste Mal erwähnt von Banhart et al., schematisch dargestellt. Die vorgeschlagenen Mechanismen beruhen auf Ergebnissen aus Härte, elektrischer Widerstand, DSC sowie Positronenspektroskopie. Die anfängliche, durchschnittliche Positronenlebensdauer T<sub>av</sub> sinkt nach dem Abschrecken aus dem Lösungsglühen. Dies wird der ersten Clusterstufe 0 zugeschrieben, wobei der Effekt auf der Vernichtung von Positronen an mit leerstellenbezogenen Fehlern, d.h. an überschüssigen, eingefrorenen Leerstellen ( $\Box_{ex}$ ) oder Komplexen aus gelösten Atomen und Leerstellen, zurückgeführt wird. Die nachfolgende, kurze

Stufe 1 ist gekennzeichnet durch ein nahezu konstantes Tav, wobei dies nur für Legierungen nahe einem Mg/Si-Verhältnis von 1 zu beobachten ist. Diese Legierungen zeigen einen kleinen DSC-Peak C0 in Phase 1 (Abbildung 11 unten). Des Weiteren zeigt sich ein kleiner Anstieg des elektrischen Widerstands p sowie der Härte, gefolgt von einer schnellen Steigerung in Stufe 2. Die Aufteilung der Positronenlebensdauer Tav zu definierten Zeitpunkten Ti zeigt, dass 80-85 % den leerstellenbedingten Fehlern und der Rest leerstellenfreien Clustern aus gelösten Atomen angehören. Dies deutet darauf hin, dass die Clusterbildung schon während dem Abschrecken beginnt. In Stufe 2 sinkt Tav auf ein Minimum, wobei das Signal für leerstellenfreien Clustern aus gelösten Atomen mit geringer Lebensdauer auf bis zu ca. 70 % steigt. Die steigende Anzahl dieser Cluster erzeugt den Peak C1 in der DSC-Kurve, wobei Silizium eine Hauptrolle spielt. Der Wiederanstieg von Tav in Phase 3 lässt sich durch die kontinuierliche Mg-Zufuhr zu vorgebildeten Clustern interpretieren. Stufe 3 beinhaltet eine Erhöhung des elektrischen Widerstands sowie der Härte und den DSC-Peak C2, welcher vermutlich überlappend mit dem Ende von Phase 2 beginnt. Abschnitt 4 geht mit einer weiteren Verlangsamung der Härte- und Widerstandszunahme einher. Während bei Si-reichen Legierungen die Härte innerhalb einer Zeitspanne von 1,5 Jahre kaum zunimmt ist bei anderen Legierungen eine signifikante, nichtlineare Härtezunahme in Stufe 4 zu beobachten. Mögliche Mechanismen hierfür sind eine Vergröberung oder Änderung der Anordnung der Cluster. [38, 39]



 Abbildung 11: Schematische Darstellung der fünf Stadien der Clusterbildung während der Kaltauslagerung sowie Vorschläge zu den ablaufenden Mechanismen. Vergleich der Härte, des elektrischen Widerstandes ρ und der durchschnittlichen Positronenlebensdauer τ<sub>av</sub> bei Raumtemperatur mit den Ergebnissen aus der DSC-Untersuchung. Die Peaks der DSC-Kurven spiegeln die Clusterbildung nach den diversen Kaltauslagerungszeiten wider. [39] Da für diese Arbeit nur die ersten Stunden der Clusterbildung notwendig sind, werden lediglich die Stufen 0–2 näher erläutert. [39]

• Stufe 0

Eingefrorene, überschüssige Leerstellen  $\square_{ex}$  kommen mit gelösten Atomen in Verbindung und interagieren mit diesen. Dies wird kontrolliert durch die Stärke der Wechselwirkung zwischen Leerstellen und Atomen sowie der Diffusivität der gelösten Stoffe. Das Positronensignal im abgeschreckten Zustand wird dominiert von den leerstellenbedingten Fehlern, d.h. durch freie Leerstellen sowie Komplexen aus gelösten Atomen und Leerstellen zusätzlich zu einem weiteren kleinen Signal erzeugt durch leerstellenfreie Cluster, welche sich während dem Abschrecken bilden. [39]

• Stufe 1

Im Hinblick auf die von Zurob et al. vorgeschlagene Cluster-Theorie vermuten Werinos et al., dass sich wandernde Si-Komplexe zu trägen und stationären leerstellenhaltigen Si-Clustern entwickeln, aufgrund von

- der hohen Diffusivität von Silizium (D<sub>Si</sub> > D<sub>Mg</sub> > D<sub>Cu</sub>),
- der Si-Leerstellen-Wechselwirkungsenergie und
- der Anziehung von Si-Atomen zu lokal belasteten Bereichen zum Spannungsabbau (von denen Mg-Atome abgestoßen werden)

Für ein weiteres Clusterwachstum müssen die Leerstellen entweichen, sodass ein leerstellenfreier Si-Cluster zurückbleibt. Dieser Vorgang leitet den Übergang zu Phase 2 ein und tritt aufgrund kürzerer Diffusionswege mit steigendem Si-Gehalt früher ein. [39]

• Stufe 2

Die Bildung neuer leerstellenhaltiger Si-Cluster überwiegt und begleitet die kontinuierliche Bildung von leerstellenfreien Si-Clustern. Bei höherem Si-Gehalt steigt auch die Anzahl dieser gebildeten Cluster. Während dieser schnell ablaufenden Reaktion wachsen die Si-Cluster geringfügig. Später in Stufe 2 kommen langsam wandernde Mg-Leerstellen-Paare hinzu und stabilisieren die vorher gebildeten leerstellenfreien Cluster, aufgrund der Mg-Si-Wechselwirkungsenergie. Letztendlich werden die Cluster zu sogenannten "Leerstellen-Gefängnissen", d.h. überschüssige Leerstellen □<sub>ex</sub> können nicht mehr wandern, womit die Bildung der Si-Cluster endet und der Übergang zu Stufe 3 stattfindet. [39]

Der Kaltauslagerungseffekt ist für den Industriellen Prozess aufgrund des signifikanten Einflusses auf die Mikrostruktur von entscheidender Bedeutung. Eine lange Lagerzeit führt bei Si-reichen Legierungen in der Regel zu einer gröberen Endstruktur. Für eine Legierung auf Basis 6082 zeigt sich dies in einer niedrigeren Festigkeit. Bei reduziertem Legierungsgehalt bzw. bei Legierungen mit einem Mg-Überschuss kann sich dieser Effekt umkehren. Im Zuge dieser Arbeit soll der Effekt im Speziellen auf die Legierungen 6060.22 (Mg+Si low), 6005.SG sowie 6082.CR (Mg+Si high) der Firma HAI, welche auf Basis der Legierungen EN-AW 6060, EN-AW 6005 sowie EN-AW 6082 aufgebaut sind, untersucht werden. [6, 28]

## 2.5 Wärmebehandlung aushärtbarer Al-Legierungen

Die vollständige Wärmebehandlung besteht im Allgemeinen aus dem Lösungsglühen bzw. Umformen bei hohen Temperaturen, Abschrecken sowie nachfolgendem Kalt- oder Warmaushärten. Die Werkstoffzustände für aushärtbare Knetlegierungen werden wie folgt bezeichnet: [1]

- T1: abgeschreckt von der Warmformungstemperatur und kaltausgelagert
- T2: abgeschreckt von der Warmformungstemperatur, kaltverfestigt und kaltausgelagert
- T3: lösungsgeglüht, kaltverfestigt und kaltausgelagert
- T4: lösungsgeglüht, abgeschreckt und kaltausgelagert
- T5: abgeschreckt von der Warmformtemperatur und warmausgelagert
- T6: lösungsgeglüht, abgeschreckt und warmausgelagert
- T7: lösungsgeglüht, abgeschreckt, warmausgelagert und überhärtet
- T8: lösungsgeglüht, kaltverfestigt und warmausgelagert
- T9: lösungsgeglüht, warmausgelagert und kaltverfestigt

## 2.6 Strangpressen

Strangpressen zählt nach DIN 8583 ebenso wie das Fließpressen zu den Verfahren des Durchdrückens. Strangpressen ist ein Druckumformverfahren mit reinen Druckkräften in allen drei Belastungsrichtungen. Das Verfahren lässt sich in Kalt- und Warmstrangpressen einteilen, wobei Zweiteres der Regelfall ist. Industriell Anwendung findet hauptsächlich das Direkte Strangpressen, siehe Abbildung 12. Dabei wird zunächst der aufgeheizte Block im Rezipienten aufgestaucht, sodass dieser den Durchmesser des Rezipienten annimmt. Danach wird er vom Stempel durch die Matrize durchgepresst. [40, 41]



Abbildung 12: Prinzip des direkten Strangpressens ohne Schmiermittel [1]

Nach dem Strangpressen auf Prozesstemperatur erfolgt eine schnelle Abkühlung auf Raumtemperatur, um die homogene Verteilung der Legierungselemente einzufrieren. Die Abkühlgeschwindigkeit ist abhängig von der Materialdicke sowie dem Abschreckmedium und konkurriert im Prozess mit dem Verzug des Profils, welcher durch Eigenspannungen entsteht und anschließend durch Recken und Richten beseitigt werden muss. Aufgrund von hoher Diffusionsgeschwindigkeiten ist der Temperaturbereich zwischen 400-290 °C zügig zu durchlaufen, um eine vorzeitige Entmischung der Gleichgewichtsphase und deren Vorläufer zu verhindern. Als Voraussetzung für eine erfolgreiche Wärmebehandlung ist es essenziell die Abschreckempfindlichkeit der Legierungen zu beachten. In Abbildung 13 (a) ist eine C-Kurve für die niedrig legierte AlMgSi-Legierung 6060 dargestellt. Die kritische Abkühlgeschwindigkeit ist demnach 60 °K/min, das heißt Profile mit dünnen Querschnitten können an bewegter Luft abgekühlt werden. Mit höherem Mg<sub>2</sub>Si-Gehalt, höherem Si-Überschuss und bei entsprechenden Volumenanteil von Dispersionsbildnern nimmt die Abschreckempfindlichkeit zu. Ein Vergleich der Festigkeits- und Zähigkeitswerte von in Wasser und an Luft abgeschreckten Proben ist Abbildung 13 (b) zu entnehmen. Es ist zu erkennen, dass für höherlegierte Systeme eine Abschreckung an Luft nicht ausreichend ist. [1, 42]



Abbildung 13: (a) C-Kurve für Profile aus der Legierung 6060 (Lynch et al.); (b) Vergleich der Festigkeits- und Zähigkeitswerte der Legierungen 6005A, 6061 und 6082 im Zustand T6 [1, 42]

# 3 Werkstoff-Charakterisierung

In diesem Kapitel sind die zur Charakterisierung diverser Werkstoffkennwerte verwendeten Verfahren aufgeführt. Dabei handelt es sich um die Messung der Leitfähigkeit, der Härtemessung, der Zugversuch sowie die dynamische Differenzkalorimetrie.

### 3.1 Leitfähigkeitsmessung

Die Messung der Leitfähigkeit beruht auf dem Wirbelstromprinzip und erfolgt mit dem Gerät Sigmatest<sup>®</sup> 2.069 der Firma Foerster (siehe Abbildung 14). Dies ist ein portables Messgerät, auf dem fünf Messfrequenzen eingestellt werden können. Die einzustellende Frequenz ist abhängig von der vorhanden Wandstärke am Profil. Die Eindringtiefe errechnet sich laut Formel (2). Die Profilstärke muss mindestens um den Faktor 3 (laut Betriebsanleitung) größer als die Eindringtiefe sein. Für diese Arbeit ergibt sich eine Frequenz von 60 kHz. Um den Einfluss der Temperatur auszuschließen, kommt eine externe Temperaturkompensation zum Einsatz. Der Messbereich des Geräts liegt zwischen 0,5–65 MS/m (1–112 % IACS) mit einer absoluten Genauigkeit von +/-0,5 % des Messwerts. Die Aufzeichnung kann kontinuierlich über die Zeit oder durch Einzelmessungen erfolgen. [43, 44]

$$\delta = \frac{503}{\sqrt{f * \sigma}} \tag{2}$$

δ	Eindringtiefe	[mm]
---	---------------	------

f..... Messfrequenz [Hz]

 $\sigma$ ..... elektrische Leitfähigkeit [MS/m] ( $\sigma$  = 25,77 für Al-Mg-Si-Standard)



Abbildung 14: Messgerät Sigmatest® 2.069 der Firma Foerster [43]

### 3.2 Härtemessung

Härte ist definiert als jener Widerstand eines Festkörpers, der einem härteren Werkstoff gegenüber dem Eindringen entgegengebracht wird. Dafür stehen verschiedene Methoden zur Verfügung, welche sich in Eindringkörper, Prüfkraft und Messwert sowie der Art, wie der Härtewert bestimmt wird unterscheiden. [45]

Für diese Arbeit wird nach dem Messprinzip von Brinell auf der Anlage Brickers 220 der Firma Gnehm Switzerland gearbeitet. Die Angabe des Härtewertes ergibt sich in der Form HBW/2,5/62,5. Die Messung erfolgt je nach Profilform an unterschiedlichen Zonen.

## 3.3 Zugversuch

Beim Zugversuch wird eine genormte Probe durch Zugbeanspruchung gleichmäßig und stoßfrei bis zum Bruch belastet. Im Zuge dieser Prüfung können mehrere definierte mechanische Kennwerte ermittelt werden. Dazu erfolgt eine Messung von Kraft und Weg während der Formänderung. Durch Normierung dieser beiden Messwerte auf die Ausgangslänge bzw. den Ausgangsquerschnitt kann ein Spannungs-Dehnungs-Diagramm errechnet werden. [45]

Der Zugversuch erfolgt auf der Universalprüfmaschine Inspekt 1200 der Firma Hegewald & Peschke im Prüflabor der Firma HAI. Über eine Software werden aus den Echtzeitdaten (Beispiel siehe Abbildung 42 im Anhang) die mechanischen Kennwerte 0,2 %-Dehngrenze (Rp<sub>0,2</sub>), die Zugfestigkeit (R<sub>m</sub>), die Gleichmaßdehnung (A<sub>g</sub>) sowie die Bruchdehnung (A<sub>50</sub>) ermittelt.



Abbildung 15: Universalprüfmaschine Inspekt 1200 der Firma Hegewald & Peschke [46]

# **3.4 Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)**

Die Kalorimetrie ist eine Analysenmethode, welche auf der Messung von Veränderungen der Eigenschaften von Stoffen unter einem kontrollierten Temperaturverlauf beruht. Bei der Differenzkalorimetrie ergibt sich das Signal direkt aus der Temperaturdifferenz zwischen der Probe und einer Referenz. Im Bereich der Leichtmetalle ist die DSC eine Methode um Festkörperreaktionen, wie zum Beispiel die Bildung von Ausscheidungen, Homogenisierungen oder Rekristallisation bzw. Fest-Flüssig-Reaktionen wie Schmelzen und Erstarren zu analysieren. [47]

Die DSC-Messungen erfolgen am Leichtmetallkompetenzzentrum (LKR) in Ranshofen auf dem Gerät DSC 204 F1 der Firma Netzsch. Die Proben werden mit einer Aufheizrate von 3 K/min auf 620 °C erhitzt, 5 Minuten auf Temperatur gehalten und anschließend mit 40 K/min abgekühlt. Zur Basislinienkorrektur erfolgt ein Abzug der Reinaluminiumkurve sowie eine Addition einer linearen Funktion zu Korrektur der verbleibenden Verkippung.

# 4 Experimentelle Untersuchungen

Im folgenden Kapitel ist die experimentelle Durchführung der Versuche mit den Legierungen 6082.CR, 6005.SG sowie 6060.22 näher erläutert. Dies beginnt mit der Aufnahme von Leitfähigkeitskurven an kaltausgelagerten Proben für jedes Legierungssystem. Nachfolgend sind die einzelnen Versuchsreihen zur Beurteilung der Stabilisierung angeführt. Im Laufe der Untersuchungen soll die Frage der maximalen Kaltauslagerungszeit sowie der optimalen Stabilisierungstemperatur bzw. -zeit im Umformprozess für Mg und Si mit hohen bzw. niedrigen Konzentrationen diskutiert werden.

# 4.1 Kaltauslagerung

Zuerst erfolgt für die Legierungen 6005.SG, 6060.22 und 6082.CR jeweils auf Basis EN-AW-6005, 6060 sowie 6082 eine Aufnahme der Leitfähigkeit über die Zeit. Die Probennahme geschieht direkt nach dem Abschrecken des Profils am Auslauf der Presse mithilfe einer Handsäge. Die Pressung erfolgt auf der "41 MN 10" Front Loading Extrusion Press" der Firma Presezzi Extrusion am Firmenstandort der HAI in Ranshofen. Die Proben lagern bei einer Temperatur von 22–24 °C. Dabei wird die Leitfähigkeit über 24 h aufgezeichnet, wobei jede 60 Sekunden ein Messwert generiert wird. Anhand dieser Ergebnisse erfolgt eine Auswahl jener Legierungen, an denen die Auswirkung einer Stabilisierung auf die Festigkeit untersucht wird. Der Messaufbau ist in Abbildung 16 dargestellt.



Abbildung 16: Messaufbau zur Aufnahme von LF-Kurven über einen beliebigen Zeitraum

# 4.2 Legierung 6082.CR

Im Zuge mehrerer Versuchsreihen soll die Auswirkung der Kaltauslagerung bei RT sowie die Auswirkung der Stabilisierungstemperatur auf die Legierung 6082.CR untersucht werden. Dieses Legierungssystem besitzt den höchsten Gehalt an Mg und Si.

### Versuchsreihe 1

Die Probennahme geschieht am Auslauf der Presse, der Ort der Entnahme am Profil ist in Abbildung 17 dargestellt. Die Profilform sowie die Stellen der Probenentnahme sind im weiteren Kapitel für jede Legierung einzeln dargestellt. Nachfolgend ist der Aufbau der Versuche aufgelistet, der schematische Temperatur-Zeit-Verlauf des Prozesses ist in Abbildung 18 ersichtlich. Um den Versuchsaufbau übersichtlich zu gestalten, wird die **Stabilisierungsbehandlung fett** und die *Kaltauslagerungszeit kursiv* geschrieben:

- Aufnahme einer Referenzkurve (Leitfähigkeit über 24 h für eine Probe, welche bei 24 °C lagert)
- Ofenprogramm 4 (OP4 entspricht 190 °C für 4 h) mit Kaltauslagerungszeiten von 0.25, 0.5, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 12 und 24 h
- Stabilisierung bei **100°C 4h** mit nachfolgender Behandlung mit OP4 für die Kaltauslagerungszeiten von 0.25, 0.5, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 12 und 24 h
- Stabilisierung bei **120°C 4h** mit nachfolgender Behandlung mit OP4 für die Kaltauslagerungszeiten von 0.25, 0.5, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 12 und 24 h

Probennahme	•
Extrusionsrichtung	Pressanfang
	Probennahme Extrusionsrichtung

### Abbildung 17: Darstellung der Probennahme am Auslauf der Strangpresse

Die veränderlichen Parameter sind die Kaltauslagerungszeit sowie die Temperatur bzw. Zeit der Stabilisierungsbehandlung. Die Warmauslagerung mit dem Ofenprogramm 4 (OP4) ist eine Standardwarmauslagerung der Firma HAI bei 190 °C für 4 Stunden. Die Stabilisierungen erfolgen mit 100 °C bzw. 120 °C für 4 h mit nachfolgender Auslagerung mit OP4. Die Proben werden am Auslauf der Presse mittels einer Handsäge auf 250 mm Länge zugeschnitten. Die Zeitmessung erfolgt ab einem Pressenrest von 400 mm. Die Pressgeschwindigkeit beträgt 10 m/min, die Kühlung erfolgt mit Wassernebel (WN).



Abbildung 18: Schematischer Temperatur-Zeit-Verlauf des gesamten Prozesses

Nach der Probennahme wird die Probe zur Kaltauslagerung konstant auf Raumtemperatur von 24 °C gelagert. Die restlichen Proben kommen je nach Lagerdauer auf RT, zum Beispiel nach 15 min Kaltauslagerung, in die entsprechende Wärmebehandlungsstufe. Die Stabilisierungen werden im Ölbad der Marke Memmert (Typ ONE 45) bzw. Julabo (Typ SL 26) – siehe Abbildung 19 – durchgeführt. Die Abkühlung nach der Stabilisierungsbehandlung erfolgt an Luft. Zur Bewertung der Auswirkungen von Lagerung und Stabilisierung erfolgt die Messung von Leitfähigkeit sowie Härte an der kaltausgelagerten Probe bzw. an den stabilisierten Proben nach dem Ölbad/Lösungsglühofen. Nach dem Stabilisierungsglühen erfolgt bei den Proben von 100 °C sowie 120 °C eine Behandlung mit OP4 im Universalschrank UF30 plus der Firma Memmert (siehe Abbildung 19). Nachfolgend findet die Messung der Leitfähigkeit sowie der Härte statt. Anschließend wird das Profil in die einzelnen Zonen gesägt und zu Zugproben verarbeitet. Die Zonen für das verwendete Profil sind in Abbildung 20 dargestellt. Aus diesen dargestellten Zonen werden 25 mm breite Blechstreifen gesägt und zu Zugproben verarbeitet.



Abbildung 19: links: Ölbad Julabo SL26, mitte: Ölbad Memmert ONE 45, rechts: Universalschrank Memmert UF30 plus [48–50]

Die Durchführung der nachfolgenden Versuchsreihen erfolgt analog. Die Pressenparameter sowie die Stabilisierungs- / Wärmebehandlungsabfolgen sind für jeden Versuch angeführt. Zone 2 wird für jede Versuchsreihe für weitere Untersuchungen beiseitegelegt, die restlichen Zonen werden geprüft.



Abbildung 20: Verwendetes Doppelhohlkammerprofil mit den eingezeichneten Zonen für die Legierung 6082.CR

### • Versuchsreihe 2

In dieser Versuchsreihe sollen nochmals die Ergebnisse für die Stabilisierungsbehandlung aus der ersten Versuchsreihe bestätigt werden. Des Weiteren soll die Möglichkeit einer Verkürzung der Stabilisierungsdauer betrachtet werden.

Die Pressenparameter für den zweiten Versuch lauten wie folgt:

- Pressengeschwindigkeit: 10 m/min
- Kühlung: WN

Die Stabilisierungs- / Wärmebehandlungsabfolgen für diesen Versuch sind nachfolgend aufgelistet:

- Referenzkurve
- OP4 mit Kaltauslagerungszeiten von 0.5, 3 und 12 h
- Stabilisierung mit **100°C 4h** mit nachfolgender Behandlung mit OP4 für die Kaltauslagerungszeiten von 0.25, 0.5, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 12 und 24 h
- 30 min Kaltauslagerung mit Stabilisierung bei 120 °C für 10, 20, 30, 60, 120, 180 und 240 min
- 120 min Kaltauslagerung mit Stabilisierung bei 120 °C für 10, 20, 30, 60, 120, 180 und 240 min

### • Versuchsreihe 3

In dieser Versuchsreihe soll für die Stabilisierung bei 120 °C die erste Stunde der Lagerung auf RT sowie eine Stabilisierung bei erhöhter Temperatur für eine kurze Zeit näher betrachtet werden.

Die Pressenparameter für den dritten Versuch lauten wie folgt:

- Pressengeschwindigkeit: 10 m/min
- Kühlung: WN

Die Stabilisierungs- / Wärmebehandlungsabfolgen für diesen Versuch sind nachfolgend aufgelistet:

- Referenzkurve
- OP4 mit Kaltauslagerungszeiten von 15, 30 und 60 min
- Stabilisierung mit **120°C 4h** mit nachfolgender Behandlung mit OP4 für die Kaltauslagerungszeiten von *15, 30 und 60 min*
- Stabilisierung mit 200°C für 5 und 10 min mit nachfolgender Behandlung mit OP4 für die Kaltauslagerungszeit von 30 min

### • Versuchsreihe 4

Da sich bei der Legierung 6082.CR unterschiedliche Startwerte der LF nach dem Strangpressen ergaben, erfolgten Lösungsglühversuche, um einen Einfluss der Kühlung auszuschließen.

### 4.3 Legierung 6005.SG

Um einen Vergleich der Wirkung der Stabilisierung auf eine unterschiedliche Legierung zu erhalten, erfolgte ein Versuch mit der Legierung 6005.SG. Dieses Legierungssystem hat einen Mg/Si-Gehalt zwischen den Legierungen 6060.22 und 6082.CR mit einem leichten Überschuss an Mg.

#### • Versuchsreihe 1

In der ersten Versuchsreihe soll ein Vergleich zum Versuch 1 der Legierung 6082.CR für die ersten drei Stunden Kaltauslagerung erfolgen. Die Pressenparameter für diesen Versuch lauten wie folgt:

- Pressengeschwindigkeit: 4,5 m/min
- Kühlung: WN

Die Stabilisierungs- / Wärmebehandlungsabfolgen für diesen Versuch sind nachfolgend aufgelistet, die Kaltauslagerungszeiten wurden aufgrund der vorhergehenden Versuche auf kürzere Zeiten gestaffelt:

- Referenzkurve
- OP4 mit Kaltauslagerungszeiten von 0.25, 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5, 3 h
- Stabilisierung mit **120°C 4h** mit nachfolgender Behandlung mit OP4 für die Kaltauslagerungszeiten von 0.25, 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5, 3 h

Das verwendete Profil ist in Abbildung 21 dargestellt. Aus den einzelnen Zonen werden 25 mm breite Streifen gesägt und zu Zugproben verarbeitet. Zone 5 wird für jede Versuchsreihe für weitere Untersuchungen beiseitegelegt, die restlichen Zonen werden geprüft.



Abbildung 21: Verwendete Profilform für die Legierung 6005.SG

#### Versuchsreihe 2

Um die Effizienz der Stabilisierung hinsichtlich Temperatur bzw. Zeit zu beurteilen, erfolgte der Einsatz der DSC-Messung. Die Idee ist, durch die für die Auflösung benötigte, kleinere / größere Wärmemenge, eine Aussage über die Effektivität der Stabilisierung und somit in weiterer Folge über die Ausscheidung von pre- $\beta$ <sup>''</sup>-Partikel zu treffen. Um die Möglichkeit zu überprüfen, ob Aussagen möglich sind, wurden zuerst eine kaltausgelagerte sowie eine bei 120 °C stabilisierte Probe verglichen. Aufgrund des Ergebnisses aus diesem Vergleich, erfolgten DSC-Versuche von folgenden Wärmebehandlungen:

• Gleiche Zeit (4 Stunden) bei den Temperaturen 80, 100, 110, 120, 130, 140 °C
- 120 °C bei den Zeiten 1, 2, 3, 4, 5, 6 und 8 h
- Vergleich zwischen 120 °C f
  ür 4h sowie 120 °C f
  ür 4 h mit nachfolgender Auslagerung mit OP4

Die Probennahem erfolgt aus Zone 1, gekennzeichnet in Abbildung 21 mit DSC-Probe. Die Proben wurden nach der Stabilisierungsbehandlung am LKR Ranshofen mit dem Gerät DSC 204 F1 der Firma Netsch geprüft.

## 4.4 Legierung 6060.22

Um einen Vergleich der Wirkung der Stabilisierung zwischen den höherfesten Legierungen und einer niederfesten Legierung zu erhalten, erfolgte ein Versuch mit der Legierung 6060.22. Die Pressenparameter für diesen Versuch lauten wie folgt:

- Pressengeschwindigkeit: 22 m/min
- Kühlung: WN

Die Stabilisierungs- / Wärmebehandlungsabfolgen für diesen Versuch sind nachfolgend aufgelistet.

- Aufnahme einer Referenzkurve (Leitfähigkeit über 24 h für eine Probe, welche bei 24 °C lagert) sowie Messung der Härte
- OP4 mit Kaltauslagerungszeiten von 0.25, 0.5, 1, 2, 3, 4, 6, 12, 24 und 48 h
- Stabilisierung bei **100°C 4h** mit nachfolgender Behandlung mit OP4 für die Kaltauslagerungszeiten von 0.25, 0.5, 1, 2, 3, 4, 6, 12,24 und 48 h
- Stabilisierung bei **120°C 4h** mit nachfolgender Behandlung mit OP4 für die Kaltauslagerungszeiten von 0.25, 0.5, 1, 2, 3, 4, 6, 12, 24 und 48 h

Das verwendete Profil ist in Abbildung 22 dargestellt.



Abbildung 22: verwendete Profilform für die Legierung 6060.22

## 5 Ergebnisse

Im folgenden Kapitel sind die Ergebnisse zu den durchgeführten Versuchen angeführt. Zu Beginn erfolgt die Erläuterung der Auswirkung einer Kaltauslagerung auf die Leitfähigkeit. Danach erfolgt eine Darstellung der weiteren Resultate zu den Legierungen 6082.CR, 6005.SG sowie 6060.22 in dieser Reihenfolge. Der Versuchsaufbau der einzelnen Experimente ist in Kapitel 4 angeführt.

### 5.1 Kaltauslagerung

In Abbildung 23 ist die Auswirkung einer Kaltauslagerung nach dem Abschrecken von der Umformtemperatur auf die elektrische Leitfähigkeit  $\sigma$  (LF) ersichtlich. Es ist zu erkennen, dass die LF mit der logarithmischen Zeit abnimmt. Dies stimmt mit den Ergebnissen aus Abbildung 10 überein. Aufgrund der Legierungszusammensetzung, siehe Tabelle 5, ist es erklärbar, dass die Legierung 6060.22 den höchsten und die Legierung 6082.CR den niedrigsten Wert der LF zeigt. Nach dem Umformprozess sind alle Legierungselemente in Lösung. Infolge der Kaltauslagerung bilden sich Cluster, welche sich in Verteilung und Größe unterscheiden. Da die Legierung 6060.22 den niedrigsten Legierungsgehalt aufweist scheidet sich folglich weniger aus als bei den anderen Legierungen. Damit ergibt sich der niedrigste elektrische Widerstand der drei Legierungen, wodurch die LF am größten ist. Den höchsten Legierungsgehalt weist die Legierung 6082.CR auf, womit die LF am niedrigsten ist.



Abbildung 23: Effekt der Kaltauslagerung für eine Dauer von 24 h auf die Leitfähigkeit an den Legierungen 6005.SG, 6060.22 und 6082.CR

Legierung	Si	Mg	Cu	Fe	Mn	Cr
6060.22	0,44	0,42	0,0003	0,2	0,05	0,002
6005.SG	0,6	0,7	0,03	0,2	0,4	0,1
6082.CR	0,7	0,7	0,2	0,2	0,7	0,15

Tabelle 5: Zusammensetzung der verwendeten Legierungen 6060.22, 6005.SG sowie 6082.CR

Um eine Vergleichbarkeit zwischen Abbildung 11 sowie der durchgeführten Messung herzustellen, erfolgt die Umrechnung der Leitfähigkeit in den elektrischen Widerstand laut Gleichung (3). Das Ergebnis ist in Abbildung 24 dargestellt.



$$\rho \left[\mu \Omega cm\right] = \frac{1}{\Omega \left[\frac{MS}{m}\right]} * \ 10^2 \tag{3}$$

Abbildung 24: Verlauf des elektrischen Widerstands infolge einer Kaltauslagerung der drei Legierungen 6005.SG, 6060.22 und 6082.CR

Es ist zu erkennen, dass sich der elektrische Widerstand in den ersten 50–60 min kaum ändert. Danach steigt p stark an. Zum Ende der Messung nimmt die Steigung ab. Bei dem Versuch zeigt sich, dass der elektrische Widerstand bei der Legierung 6060.22 die geringste und bei der Legierung 6082.CR die stärkste Änderung vorweist. Dies hängt, wie oben erwähnt, mit den unterschiedlichen Legierungsgehalten zusammen.

Um mehr Details zu erkennen, ist in Abbildung 25 das Verhalten des elektrischen Widerstandes für die Legierung 6082.CR nochmals dargestellt, für einen Zeitraum von ca. sechs Tagen. Der Verlauf der Kurve ist vergleichbar mit den Ergebnissen in Abbildung 11 sowie den Literaturstellen [38] und [39]. Bei Vergleich mit der schematischen Darstellung der Phasen der Clusterbildung befindet sich das Ende der in diesem Versuch gemessenen Kurve

in etwa beim Übergang von Stufe 3 zu 4. Der interessante Bereich für diese Arbeit liegt in den ersten 24 h. Dies ist gegen Ende der Phase 2 bzw. im Verlauf von Stufe 3.



Abbildung 25: Verlauf des elektrischen Widerstands in Abhängigkeit der Kaltauslagerungszeit für die Legierung 6082.CR

Zur Untersuchung des Kaltauslagerungseffektes auf RT bzw. der Wirkung der Stabilisierung erfolgen unterschiedliche Auslagerungsversuche an den Legierungen 6082.CR (Mg+Si high), 6005.SG sowie 6060.22 (Mg+Si low). Die Parameter der Versuchsreihen sind Kapitel 4 zu entnehmen. Die Entscheidung fiel auf diese Legierungssysteme, da dadurch der Unterschied der Auswirkung der Stabilisierung zwischen zwei hochfesten sowie einer niederfesten Legierung zu erkennen ist.

## 5.2 Legierung 6082.CR

Im Folgenden sind jeweils die Ergebnisse der einzelnen Versuchsreihen für die Legierung 6082.CR aufgelistet. Die Zusammensetzung der Legierung ist Tabelle 5 zu entnehmen.

#### • Ergebnisse zur Versuchsreihe 1

In Abbildung 26 ist der Härteverlauf für die Versuchsreihe 1 dargestellt. Die blaue Linie kennzeichnet die Proben für die Warmauslagerung mit OP4. Die Markierungen stehen jeweils für den Messpunkt nach x min Kaltauslagerung mit nachfolgender Stabilisierung / Warmauslagerung. Die rote Linie (Raute) zeigt den Verlauf für eine Stabilisierung mit 100 °C 4h sowie nachfolgender Warmauslagerung. Die grüne Linie steht für eine Stabilisierung bei 120 °C 4h sowie darauffolgender Warmauslagerung. Als Referenzprobe dient die violette Linie (Kreis), welche die Kaltauslagerung (T4-Zustand) darstellt (rechte Achsenbeschriftung). Diese Kennzeichnung ist sowohl für den Rp0,2-Verlauf als auch die Leitfähigkeit analog. Der

Ausgangswert für den Zustand T4 beträgt 54 HB und steigert sich nach 24 h auf 76,8 HB. Bei Betrachtung der Anfangswerte für die Warmauslagerungsstrategien zeigt sich, dass eine vorhergehende Stabilisierung bei 120 °C für 4 h den höchsten HB mit 119 erreicht. Dies sind in etwa 10 HB mehr als bei Warmauslagerung ohne Stabilisierung. Je länger die Kaltauslagerungszeiten, desto negativer wirkt sich dies auf die Härte der Proben aus. Interessant ist, dass sich alle drei Behandlungen nach 24 h bei einer Härte von etwa 104,5 einpendeln.



Abbildung 26: Härteverlauf für eine Warmauslagerung ohne Stabilisierung sowie mit Stabilisierung für die Legierung 6082.CR (linke Achsenbeschriftung); zum Vergleich der Verlauf für eine kaltausgelagerte Probe (rechte Achsenbeschriftung)

Der Verlauf für die 0,2 %-Dehngrenze für OP4 sowie für die beiden Stabilisierungen mit nachfolgender Warmauslagerung ist in Abbildung 27 dargestellt. Der negative Effekt der Lagerung bei Raumtemperatur für höherfeste Legierungen (wie AW-6082 und AW-6005) ist hinlänglich bekannt und bestätigt sich in diesem Versuch. Es zeigt sich, dass die Stabilisierung bei 120 °C die höchsten Festigkeiten erzielt. Nach 15 min Kaltauslagerung erreicht die Behandlung mit 120 °C eine Festigkeit von 325 MPa. Danach fällt die Kurve in den ersten 6 h rapide auf 305 MPa ab und endet bei 300 MPa. Die Auslagerung mit OP4 erreicht lediglich 305 MPa nach 15 min KLT und endet bei etwa 290 MPa. Bei Vergleich der beiden Stabilisierungstemperaturen zeigt sich, dass 120 °C höhere Rp0,2-Werte erreichen als 100 °C. Es wird vermutet, dass sich die höhere Temperatur, hinsichtlich Verteilung und Größe, positiver auf die pre- $\beta$ ''-Partikel und in weiterer Folge bei der Auslagerung auf die  $\beta$ ''-Ausscheidungen auswirkt.

Für alle drei Wärmebehandlungen ist die 0,2 %-Dehngrenze nach 24 h Kaltauslagerung am Minium, wobei diese nach 6 h schon sehr niedrig ist. Jedoch geht aus dem Versuch hervor, anders als aufgrund des Härteverlaufs vermutet, dass sich eine Stabilisierung zu jeder Kaltauslagerungszeit (KLT) positiv auf die zu erreichende Festigkeit auswirkt. Nach 24 h ist durch eine Vorbehandlung bei 120 °C 4h eine Steigerung für Rp0,2 von etwa 10 MPa im Vergleich zu einer Auslagerung ohne Stabilisierung möglich.

Prozesstechnisch betrachtet geht aus dem Versuch hervor, dass die Stabilisierungsbehandlung in der ersten Stunde nach der Pressung erfolgen sollte.



Abbildung 27: 0,2 %-Dehngrenze für eine Warmauslagerung ohne Stabilisierung sowie mit Stabilisierung für die Legierung 6082.CR

Abbildung 28 zeigt den Verlauf der Leitfähigkeit für OP4 sowie für die beiden Stabilisierungen mit nachfolgender Warmauslagerung.



Abbildung 28: Leitfähigkeitskurven für eine Warmauslagerung ohne Stabilisierung sowie mit Stabilisierung für die Legierung 6082.CR; gemessen jeweils nach OP4

Es zeigt sich, dass die Leitfähigkeit in den ersten Stunden abnimmt. Dies lässt sich auf das Clusterwachstum mit fortschreitender Kaltauslagerungsdauer zurückführen. Nach etwa 5 Stunden steigt sie jedoch rapide an, siehe strichlierter Kreis in der Abbildung. Dies ist sehr ungewöhnlich, da die Leitfähigkeit im Normalfall keine sprunghafte Änderung vollzieht. Um Rückschlüsse auf den Grund dieses Anstiegs ziehen zu können, müssten bildgebende Untersuchungen, wie z.B. TEM-Versuche durchgeführt werden. In den weiteren Stunden bleibt der Kurvenverlauf von  $\sigma$  nahezu unverändert.

Abbildung 29 zeigt die Leitfähigkeit nach der Stabilisierung (blau, Quadrat) sowie nach der Wärmebehandlung (rot, Kreis) sowie die 0,2 %-Dehngrenze (grün, Dreieck) für die Stabilisierung bei 120 °C für 4 h mit nachfolgender Warmauslagerung bei OP4. Zum einen zeigt sich, dass der Sprung, welcher in der vorigen Abbildung angesprochen wurde, bereits nach der Stabilisierungsbehandlung ersichtlich ist. Nach der Warmauslagerung ist dieser etwas stärker ausgeprägt. Vergleicht man die Leitfähigkeit mit der 0,2 %-Dehngrenze so ist im Festigkeitsverlauf keine Änderung ersichtlich, welche die sprunghafte Änderung in der Leitfähigkeit erklären würde.

Zwischen der LF nach der Stabilisierung und der LF nach der Wärmebehandlung ist ein Delta von ca. 1,2–2,1 MS/m vorhanden. Dies hängt mit der Ausscheidung der Legierungselemente infolge der Warmauslagerung aus dem übersättigten Mischkristall zusammen.



Abbildung 29: Verhalten der LF nach der Stabilisierung mit 120 °C für 4h und nach der Wärmebehandlung mit OP4 sowie die Auswirkung auf die Festigkeit

#### • Ergebnisse zur Versuchsreihe 2

Die Stabilisierungs- / Wärmebehandlungsabfolgen für diesen Versuch sind Kapitel 4.2 zu entnehmen. Abbildung 30 zeigt die LF vor und nach der WBH für die Stabilisierung bei 100 °C

4h sowie einen Überblick der 0,2-% Dehngrenze verschiedener Versuche. Die blaue Linie (Kreis) steht für die LF nach der Stabilisierung bei 100 °C für 4 Stunden, die rote Linie (Dreieck) für die LF nach der Warmauslagerung bei OP4. Die grüne Linie (Dreieck) zeigt Rp0,2 für die Stabilisierung bei 100 °C für 4 h mit nachfolgender Warmauslagerung bei OP4, die violette Linie (Rechteck) Rp0,2 für eine reine Warmauslagerung bei OP4 ohne vorherige Stabilisierung. Der türkise sowie der orange Punkt stehen für eine Stabilisierung bei 120 °C für 4 h mit nachfolgender Behandlung mit OP4.

Die 0,2-% Dehngrenze beginnt für rein OP4 bei 305 MPa nach 15 min Kaltauslagerungszeit und fällt nach 3 h KLT auf 290 MPa ab. Mithilfe der Stabilisierung bei 100 °C für 4 h startet 312 MPa und fällt nach 24 h KLT auf 292 MPa. Rp0,2 bei Durch eine Stabilisierungstemperatur von 120 °C lässt sich eine Festigkeit von 320 MPa bei einer KLT von 30 min erzielen. Zwischen der LF nach der Stabilisierung und der LF nach der Wärmebehandlung ist ein Delta von ca. 1,33–1,95 MS/m vorhanden.

Dieser Versuch bestätigt nochmals die Ergebnisse aus der ersten Versuchsreihe. Zum einen zeigt sich wieder der Abfall der LF gefolgt von einem sprunghaften Anstieg für die Kurve nach der WBH. Zum anderen ist die Temperatur bei 120 °C für die Legierung 6082 besser geeignet als 100 °C. Es bestätigt sich demnach auch, dass die Stabilisierung im Prozess innerhalb der ersten Stunde erfolgen sollte. Jedoch wirkt sich die Stabilisierung in jedem Fall positiv auf die Festigkeit aus.



Abbildung 30: LF-Verlauf für die Stabilisierung bei 100 °C 4 h sowie 0,2-% Dehngrenze für die Stabilisierung, OP4 sowie x min KLT + 120 °C 4 h für die Legierung 6082.CR

Des Weiteren wurde untersucht, ob die Stabilisierungszeit für die Temperatur von 120 °C verkürzt werden kann. In Abbildung 31 ist die LF sowie die 0,2-% Dehngrenze für Proben mit 30 Minuten Kaltauslagerung mit nachfolgender Stabilisierung bei 120 °C für unterschiedliche Zeiten sowie Warmauslagerung mit OP4 ersichtlich. Die blaue Linie (Kreis) zeigt die Leitfähigkeit nach der Stabilisierung, die rote Linie (Dreieck) die LF nach der Warmauslagerung mit OP4 und die grüne Kurve (Raute) Rp0,2.

Die Leitfähigkeit zeigt für beide Kurven zu Beginn leichte Unregelmäßigkeiten. Die LF nach der Stabilisierung steigt nach 60 min Stabilisierungszeit leicht an und bleibt danach konstant. Die LF nach der Wärmebehandlung nimmt nach 60 min konstant ab.

Bei Betrachtung von Rp0,2 zeigt sich in den ersten 60 Minuten Stabilisierungszeit ein starker Anstieg von 303 auf 318 MPa. Danach bleibt die Festigkeit annähernd gleich. Dies zeigt, dass die Zeit der Stabilisierung bei einer Kaltauslagerung von 30 min verkürzt werden könnte.



Abbildung 31: LF nach der Stabilisierung und nach der WBH sowie Rp0,2 für 30 min KLT + 120 °C x min sowie darauffolgender Warmauslagerung mit OP4

Der gleiche Versuch wie in Abbildung 31 erfolgte mit einer Kaltauslagerungszeit von 120 Minuten. Das Ergebnis ist in Abbildung 32 ersichtlich. Die Leitfähigkeiten verhalten sich annähernd ähnlich im Vergleich zur KLT von 30 min. Der Verlauf von Rp0,2 zeigt, dass bei einer längeren Kaltauslagerungszeit die Stabilisierungszeit nicht wesentlich verkürzt werden kann. Um entsprechende Festigkeitswerte zu erreichen muss die Stabilisierungszeit zwischen 3–4 Stunden liegen.



Abbildung 32: LF nach der Stabilisierung und nach der WBH sowie Rp0,2 für 120 min KLT + 120 °C x min sowie darauffolgender Warmauslagerung mit OP4

#### Ergebnisse zur Versuchsreihe 3

Ziel dieser Versuchsreihe ist es zu untersuchen, inwiefern das Zeitfenster in der ersten Stunde die Festigkeitseigenschaften beeinflusst. Des Weiteren soll die Wirkung einer hohen Temperatur für eine kurze Zeit untersucht werden. In Abbildung 33 sind die Ergebnisse ersichtlich. Die blaue Linie (Rechteck) zeigt die Kurve für OP4, die rote Linie (Kreis) die Stabilisierung bei 120 °C für 4 Stunden mit nachfolgender Auslagerung bei OP4. Die grüne Markierung (Dreieck) sowie die violette Markierung (Kreuz) zeigen die Punkte für 15 min KLT mit nachfolgender Stabilisierung bei 200 °C für 5 bzw. 10 min sowie Warmauslagerung bei OP4.

Es zeigt sich, dass innerhalb der ersten Stunde Kaltauslagerung für die Stabilisierung bei 120 °C keine wesentliche Änderung für die zu erreichende Festigkeit auftritt. Für den Prozess bedeuten die Ergebnisse der ersten Versuche, dass die Profile nach dem Strangpressen in den ersten 60 Minuten der Stabilisierungsbehandlung zuzuführen sind, um optimale Festigkeitsergebnisse zu erhalten. In jedem Fall ist durch eine Stabilisierung vor der eigentlichen Warmauslagerung eine Steigerung der Festigkeit zu erreichen.

Für die erhöhte Temperatur bei 200 °C zeigt sich, dass keine wesentliche Festigkeitssteigerung bzw. eine Verschlechterung zu beobachten ist. Dies deutet darauf hin, dass 200 °C zu hoch für eine Stabilisierung in diesem Legierungssystem sind.



Abbildung 33: 0,2-% Dehngrenze für eine Behandlung bei OP4, 120 °C 4 h + OP4 sowie für hohe Temperatur und kurze Zeit

#### • Ergebnisse zur Versuchsreihe 4

In Abbildung 34 ist der Einfluss der Kaltauslagerung auf die Leitfähigkeit für unterschiedliche Pressungen ersichtlich. Es handelt sich dabei jeweils um die gleiche Legierung (6082.CR), die gleiche Profilform sowie die gleichen Pressenparameter. Es zeigt sich jedoch ein immenser Unterschied am Startwert der LF. Der Verlauf verhält sich bei allen Versuchen gleich. Diese Differenzen in der Leitfähigkeit konnte bei den anderen Legierungen nicht beobachtet werden.



Abbildung 34: Verlauf der Kaltauslagerung für die Legierung 6082 aus unterschiedlichen Pressungen

Die Pressungen stammen aus unterschiedlichen Chargen, der Sprung der LF beim Startwert zwischen 23,5 und 25 ist für diesen Umstand jedoch zu hoch. Eine mögliche Erklärung können ein Einfluss von Legierungselementen oder der Kühlung sein. Dazu erfolgten Lösungsglühversuche an stranggepressten Proben, welche zu diesem Zeitpunkt keine Erklärung des Problems lieferten.

## 5.3 Legierung 6005.SG

Im Folgenden sind jeweils die Ergebnisse der einzelnen Versuchsreihen für die Legierung 6005.SG aufgelistet. Die Zusammensetzung der Legierung ist Tabelle 5 zu entnehmen.

#### • Ergebnisse zur Versuchsreihe 1

In Abbildung 35 ist der Verlauf der Leitfähigkeit nach der Stabilisierung (grün, Raute) sowie nach der Wärmebehandlung (violett, Dreieck) und die 0,2-% Dehngrenze für eine Warmauslagerung mit OP4 (blau, Kreis) sowie einer Stabilisierung bei 120 °C für 4 h mit nachfolgender Auslagerung (rot, Quadrat) dargestellt.

Die Leitfähigkeit  $\sigma$  nimmt nach der Stabilisierungsbehandlung in den ersten 60 Minuten um etwa 0,5 MS/m ab. In den nachfolgenden zwei Stunden bleibt diese annähernd konstant. Die Leitfähigkeit nach der Wärmebehandlung bei OP4 zeigt keine wesentliche Änderung. Ein Sprung der LF ähnlich zur Legierung 6082.CR ist bei diesem Versuch nicht festzustellen. Dieser zeigte sich jedoch erst nach 5 Stunden (Vergleiche Abbildung 28). In diesem Fall erfolgt lediglich eine Kaltauslagerung von 3 Stunden (Abbildung 35).



Abbildung 35: LF-Verlauf für die Stabilisierung bei 120 °C 4 h sowie 0,2-% Dehngrenze für OP4 sowie für 120 °C 4h + OP4

Die 0,2-% Dehngrenze für die Warmauslagerung bei OP4 ohne vorhergehende Stabilisierung beträgt nach 15 Minuten Kaltauslagerung 273 MPa. Diese fällt in der ersten Stunde auf 263 MPa ab und verhält sich nachfolgend annähernd konstant. Abhängig der KLT lässt sich eine Festigkeitssteigerung von maximal 10 MPa erreichen bei einer Wärmebenhandlung

innerhalb sehr kurzer Zeit. Bei einer Stabilisierung vor der Auslagerung startet Rp0,2 bei 288 MPa. Nach drei Stunden KLT fällt die 0,2-% Dehngrenze auf 269 MPa ab womit eine Festigkeitsdifferenz von ca. 20 MPa vorliegt. Der Versuch zeigt, dass die Legierung 6005.SG ähnlich zur 6082.CR so schnell als möglich der Stabilisierungsbehandlung zuzuführen ist. Analog zur Legierung 6082.CR zeigt sich in jedem Fall eine Festigkeitssteigerung im Vergleich zu einer Behandlung mit bzw. ohne Stabilisierung. Nach 15 min Kaltauslagerung zeigt sich eine Festigkeitsdifferenz von 15 MPa zwischen 120 C für 4 h + OP4 sowie OP4. Nach 3 Stunden liegt diese Differenz bei 6 MPa.

#### • Ergebnisse zur Versuchsreihe 2 (DSC-Versuche)

Im Folgenden werden die Ergebnisse der DSC-Versuche dargestellt. Der Zustand der DSC-Proben ist zum einen eine gleiche Stabilisierungstemperatur von 120 °C für unterschiedliche Zeiten und zum anderen unterschiedliche Temperaturen (80–160°C) für eine Stabilisierungszeit von 4 Stunden. Die genaue Interpretation der Kurven ist eine äußert schwierige Angelegenheit, vor allem da im Zuge dieser Arbeit keine bildgebenden Methoden verwendet wurden.

#### - Stabilisierung bei 120 °C für verschiedene Zeiten

In Abbildung 36 ist der DSC-Verlauf für einen Temperaturbereich von 0–650 °C ersichtlich. Bis zu 120 °C zeigt sich keine Änderung.



Abbildung 36: DSC-Kurven für die Stabilisierungstemperatur von 120 °C mit unterschiedlichen Zeiten im Temperaturbereich von 0–650 °C

In Abbildung 37 ist der Verlauf nochmals für einen Temperaturbereich von 100–550 °C zur Besseren Erkennung der Peaks abgebildet. Es zeigt sich links sowie rechts des ersten Peaks eine Schulterbildung. Dies deutet darauf hin, dass sich zwei Peaks überlagern. Diese könnten durch die Bildung von  $\beta$ "-Partikel bzw.  $\beta$ '-Partikel entstehen.

Die Überlappung aus Peak 1 und Peak 2 erreicht das Maximum bei etwa 225 °C bei einer Stabilisierungszeit von 4 Stunden. Bei einer Zeit kleiner bzw. größer 4 Stunden verschiebt sich die Peaktemperatur nach rechts.

Nachfolgend zeigt sich im Temperaturbereich von 300–350 °C der nächste Peak (3), welcher mit der Auflösung der  $\beta''/\beta'$ -Phase zusammenhängen könnte. Der nächste Peak (4) tritt für den Bereich von 350–400 °C und könnte mit der Bildung der Gleichgewichtsphase ( $\beta$ -Phase) zusammenhängen. Peak (5) tritt zwischen 450–500 °C auf und dürfte mit der Auflösung der Gleichgewichtsphase zusammenhängen.

Bei Vergleich mit diversen Literaturstellen zeigen sich die Peaks 1 und 2 als zwei getrennt auftretende Peaks. Es besteht die Möglichkeit, dass durch die Umformung infolge des Strangpressens Einfluss genommen wird.



Abbildung 37: Detaillierte Darstellung der DSC-Kurve für die Stabilisierungstemperatur von 120 °C mit unterschiedlichen Zeiten

- Stabilisierung bei unterschiedlicher Temperatur für 4 Stunden

In Abbildung 38 ist der DSC-Verlauf für einen Temperaturbereich von 100–550 °C dargestellt. Die Bezeichnung der Peaks ist gleich zu der vorigen Abbildung.



Abbildung 38: Detaillierte Darstellung der DSC-Kurve für unterschiedliche Stabilisierungstemperaturen bei gleicher Stabilisierungszeit (4 Stunden)

Für die Temperaturen unter 120 °C verschiebt sich das Peakmaximum (Peak 1 und 2) nach rechts. Für die höheren Temperaturen zeigt sich deutlich die Auftrennung des Einzelpeaks in zwei separate Peaks. Bei 160 °C sind diese vollständig getrennt. Die Peakmaxima für 160 °C sind bei ca. 215 und 265 °C.

#### - Stabilisierung mit nachfolgender Warmauslagerung

In Abbildung 39 ist die DSC-Kurve für eine Stabilisierung bei 120 °C mit und ohne nachfolgender Warmauslagerung bei OP4 dargestellt. Es zeigt sich dabei bei 185 °C noch ein kleiner Peak (1). Der nächste Peak (2) zeigt sich bei ca. 255 °C.



Abbildung 39: DSC-Kurve für eine Stabilisierung bei 120 °C mit und ohne nachfolgender Warmauslagerung bei OP4

## 5.4 Legierung 6060.22

Im Folgenden sind die Ergebnisse der Versuchsreihe für die Legierung 6060.22 aufgelistet. Die Zusammensetzung der Legierung ist Tabelle 5 zu entnehmen.

#### Ergebnisse zur Versuchsreihe 1

In Abbildung 40 ist der LF-Verlauf nach der Stabilisierungsbehandlung bei 100 °C bzw. 120 °C sowie nach der Auslagerung bei OP4 ersichtlich. Bei Betrachtung des Kurvenverlaufs zeigt sich zu Beginn eine Schwankung der LF, jedoch bleibt σ über die Kaltauslagerungszeit von 24 h annähernd konstant. Ein Sprung ähnlich zur Legierung 6082.CR ist nicht zu beobachten. Es lässt sich lediglich eine Aussage treffen, ob die Proben stabilisiert oder wärmebehandelt sind, jedoch keine über die Auswirkung der Stabilisierung / Warmauslagerung auf die Festigkeit.



Abbildung 40: Leitfähigkeitsverlauf für eine Warmauslagerung ohne Stabilisierung sowie mit Stabilisierung für die Legierung 6060.22

In Abbildung 41 ist der Verlauf der 0,2-% Dehngrenze für OP4 sowie für die beiden Stabilisierungen mit nachfolgender Warmauslagerung dargestellt. Wie für das Legierungssystem 6060 aufgrund der niedrigen Konzentration an Mg und Si anzunehmen, nimmt die Festigkeit mit steigender Kaltauslagerungszeit für die Wärmebehandlung mit OP4 zu. Rp0,2 startet bei einem Wert von 191 MPa nach 15 min Kaltauslagerung und endet nach 48 h KLT bei 201 MPa. Die Festigkeitssteigerung beträgt somit lediglich 10 MPa.

Bei Betrachtung der Dehngrenze für die beiden Kurven mit Stabilisierung vor der Wärmebehandlung zeigt sich, dass mit kurzer Kaltauslagerungszeit eine Festigkeitssteigerung ähnlich jener zu den höherfesten Legierungen erzielt wird.

Rp0,2 startet für eine Stabilisierung bei 120 °C 4 h mit nachfolgender Auslagerung bei 217 MPa. Damit wird im Vergleich zur Auslagerung ohne Stabilisierung eine Steigerung von 26 MPa erreicht. Mit fortlaufender Kaltauslagerungszeit nimmt die Festigkeit bei beiden Stabilisierungstemperaturen kontinuierlich ab. Für 120 °C endet Rp0,2 bei 210 MPa, womit ein Festigkeitsunterschied von 7 MPa vorliegt.

Im Vergleich zur Legierung 6082.CR mit einer Festigkeitsdifferenz zwischen 15 min und 24 h von 20 MPa zeigt sich bei der niederlegierten 6060 eine geringere Differenz. Dies lässt darauf schließen, dass im System 6060.22 der Effekt der Kaltauslagerung und der Stabilisierung konkurrieren sowie die Stabilisierung bei längerer Kaltauslagerungszeit eine geringere Wirkung zeigt.

Bei Betrachtung der Festigkeit nach 48 Stunden Kaltauslagerung ohne vorherige Stabilisierung (201 MPa) sowie 15 Minuten KLT mit Stabilisierung bei 120 °C für 4 Stunden und Auslagerung auf OP4 (217 MPa) stellt sich im Prozess die Frage, welche Variante sinnvoller / wirtschaftlicher ist.



Abbildung 41: 0,2 %-Dehngrenze für eine Warmauslagerung ohne Stabilisierung sowie mit Stabilisierung für die Legierung 6060.22

## 6 Diskussion

Dieses Kapitel enthält eine ausführliche Diskussion basierend auf den Resultaten aus Kapitel 5 bezüglich Kaltauslagerungs- sowie Stabilisierungsverhalten. Im Zuge dessen soll die optimale Wärmebehandlung für die Legierungen der Firma HAI ermittelt werden.

## 6.1 Kaltauslagerungsverhalten

Das Kaltauslagerungsverhalten der Legierungen 6060.22, 6005.SG sowie 6082.CR ist mithilfe der indirekten Methode der Leitfähigkeitsmessung untersucht worden. Die Ergebnisse sind in Abbildung 23 (Leitfähigkeit  $\sigma$ ) bzw. in Abbildung 24 (elektr. Widerstand  $\rho$ ) dargestellt.

Der Unterschied zwischen den Legierungen in der LF bzw. des elektr. Widerstandes sind mithilfe der Legierungszusammensetzung (siehe Tabelle 5) zu erklären. Mit steigendem Legierungsgehalt steigt je nach Legierungselement der elektrische Widerstand  $\Delta \rho$ . Aus diesem Grund ist die LF der niederlegierten 6060.22 am höchsten. Der Mg- und Si-Gehalt der Legierung 6005.SG und 6082.CR ist ähnlich, hier zeigt sich der Unterschied in der Leitfähigkeit aufgrund der Elemente Kupfer und Mangan, wobei die höherlegierte 6082.CR die niedrigste LF zeigt.

Der Kurvenverlauf der drei Legierungen lässt sich mithilfe der Literatur erklären und bestätigt diese. Zur besseren Nachverfolgung des Kurvenverlaufs ist in Abbildung 25 die Änderung des elektrischen Widerstandes für die Legierung 6082.CR in größerem Maßstab abgebildet. Zu Beginn des Verlaufs (Zeitpunkt 0) befindet sich das System in einem abgeschreckten Zustand mit einem übersättigten Mischkristall sowie eingefrorenen Leerstellen. Nachfolgend erfolgt in den ersten 100 Minuten ein leichter Anstieg von p. Dies ist bei Vergleich mit [39] auf die Interaktion von eingefrorenen Leerstellen mit gelösten Atomen und daraus schließender Bildung von Si-Clustern zu erklären. Danach zeigt sich ein stärkerer Anstieg des elektr. Widerstandes. Dies hängt vermutlich mit dem Clusterwachstum bzw. der Bildung neuer Si-Cluster, wodurch eine Zunahme der Clusterdichte entsteht, zusammen. Um ein Wachstum der Cluster zu erreichen, müssen die Leerstellen entweichen, um einen leerstellenfreien Cluster mit [39], hierbei kommen langsam wandernde Mg-Leerstellen-Paare hinzu, welche die vorher gebildeten leerstellenfreien Cluster stabilisieren.

Im weiteren Verlauf dieses Kapitels wird der Kaltauslagerungseffekt bzw. das Stabilisierungsverhalten der Legierungen 6082.CR, 6005.SG sowie 6060.22 aufbauend auf den Ergebnissen in Kapitel 5 diskutiert.

## 6.2 Stabilisierungsverhalten / Kaltauslagerungseffekt

Die Diskussion des Verhaltens der Legierungen erfolgt in der gleichen Reihenfolge wie auch Kapitel 4 und 5 aufgebaut wurde.

#### • Legierung 6082.CR

Die Legierung 6082.CR ist mit je 0,7 Gew.-% Si und Mg jene Legierung dieser Arbeit mit dem höchsten Anteil. Des Weiteren liegt der Cu-Gehalt mit 0,2 Gew.-% über der Normzusammensetzung.

- Härte

Das Verhalten der Härte der Legierung 6082.CR ist in Abbildung 26 dargestellt. Im Laufe der Kaltauslagerung (T4-Zustand) nimmt die Härte mit steigender Zeit aufgrund der Bildung von Ausscheidungen bei Raumtemperatur zu. Innerhalb der ersten 24 Stunden zeigt sich eine Zunahme von 54 HB auf 76,8 HB.

Am Verlauf für die Warmauslagerung mit OP4 ist zu erkennen, dass sich eine steigende Kaltauslagerungszeit negativ auf die zu erreichende Härte auswirkt. Der gleiche Effekt ist ebenso bei den stabilisierten Proben zu beobachten. Die erreichbare Härte nimmt mit einer Stabilisierungsbehandlung vor der eigentlichen Warmauslagerung in der Anfangsphase der KLT zu. Nach einer Kaltauslagerungszeit von etwa 4 Stunden ist in der Härte kein wesentlicher Unterschied zwischen den Behandlungen ersichtlich.

- 0,2 %-Dehngrenze

Im Zuge der Versuche zeigte sich für die Legierung 6082.CR dabei ein einheitliches Bild. Die Diagramme zu Rp0,2 sind in Abbildung 27, Abbildung 30 sowie Abbildung 33 dargestellt. In allen durchgeführten Experimenten bestätigte sich der negative Effekt der Kaltauslagerung. Dies zeigt sich in einer abnehmenden Festigkeit mit steigender Kaltauslagerungszeit bei allen Wärmebehandlungsstrategien. Der Grund hierfür dürfte in der Bildung von Atomclustern liegen welche sich während der Lagerung auf RT bilden (vgl. [6]). Diese Cluster, im weiteren als negative Cluster bezeichnet, sind in ihrer Form, Größe oder Verteilung schlecht für die Bildung der optimalen festigkeitssteigernden Phasen bei der nachfolgenden Wärmebehandlung. Um der Bildung der negativen Cluster entgegenzuwirken bzw. positive Cluster / pre- $\beta$ "-Partikel zu bilden erfolgte eine Stabilisierung der Proben vor der eigentlichen Warmauslagerung. Das Ziel dieser Behandlung zu einem anderen Zeitpunkt durchführen zu können. Zum anderen soll

mithilfe der Stabilisierung eine Steigerung der Festigkeit erzielt werden. Die Ergebnisse dieser Stabilisierungsbehandlungen sind ebenfalls in Abbildung 27, Abbildung 30 sowie Abbildung

33 ersichtlich. Es zeigt sich bei allen drei Versuchen, dass eine Festigkeitssteigerung erzielt wird, wobei diese zu Beginn am größten ist.

Bei einer Stabilisierungsbehandlung bei einer geringen Kaltauslagerungszeit (etwa innerhalb der ersten Stunde) zeigt sich die größte Festigkeitssteigerung. Dies hängt mit der Bildung positiver Cluster zusammen. Diese Atomcluster sind ihrer Größe und Verteilung im Zuge der Warmauslagerung sehr gute Keimstellen für die Härtephase ( $\beta$ "-Ausscheidungen). Aus diesem Grund sind die  $\beta$ "-Ausscheidungen in ihrer Größe und Verteilung in ihrer Wirkung effektiver als ohne Stabilisierung.

Mit steigender Kaltauslagerungszeit vor der Stabilisierung bilden sich negative Cluster. Es wird vermutet, dass nach der Stabilisierung diese negativen sowie positiven Cluster nebeneinander vorliegen. Aus diesem Grund kommt es auch nach 24 Stunden zu einer Festigkeitssteigerung, jedoch nicht in dem Ausmaß, wie es innerhalb der ersten Stunde der Fall ist.

Bei Betrachtung der Stabilisierungstemperatur zeigt sich, dass sowohl 100 °C als auch 120 °C zu einer Festigkeitssteigerung führen. Die höhere Festigkeit wird mit 120 °C erzielt. Es wird vermutet, dass sich bei der höheren Temperatur die positiven Atomcluster feiner / homogener verteilen. Dadurch verteilen sich bei der Wärmebehandlung die  $\beta$ "-Ausscheidungen besser wodurch eine höhere Festigkeitssteigerung erzielt wird. Für die Legierung 6082.CR sollte im Prozess eine Stabilisierungstemperatur von 120 °C gewählt werden.

In Abbildung 31 und Abbildung 32 sind die Ergebnisse für eine kürzere Stabilisierungszeit bei einer Temperatur von 120 °C ersichtlich. Bei einer kurzen Kaltauslagerungszeit (im Versuch 30 Minuten) zeigen die Festigkeitswerte, dass die Stabilisierungszeit auf etwa 1 Stunde verkürzt werden kann. Steigt jedoch die Kaltauslagerungszeit auf 120 Minuten kann die Stabilisierungszeit nicht wesentlich verkürzt werden bzw. kann bei kürzeren Behandlungszeiten kein stabiler Festigkeitswert garantiert werden. Für dieses Verhalten spielen vermutlich wiederum die negativen Cluster eine große Rolle, welche bei der kürzeren Kaltauslagerungszeit eine wesentlich geringere Rolle spielen, jedoch nach 2 Stunden schon einen großen Einfluss auf die zu erreichenden Festigkeitswerte haben. Für den Prozess im industriellen Umfeld wird eine Stabilisierungszeit zwischen 3-4 Stunden empfohlen.

Im Zuge der Literaturrecherche konnte eine Literaturstelle ([51]) zu sehr kurzen Stabilisierungszeiten auf hohen Temperaturen gefunden werden. Auf diesem aufbauend erfolgte in Versuchsreihe 3 die Untersuchung einer höheren Stabilisierungstemperatur von 200 °C für 5 und 10 Minuten. Die Ergebnisse sind in Abbildung 33 dargestellt. Die Stabilisierungszeit von 5 Minuten führt dabei zu einer schlechteren Festigkeit, bei 10 Minuten ist Rp0,2 annähernd gleich wie bei reiner Warmauslagerung ohne Stabilisierung. Vermutlich ist die Stabilisierungszeit von 5 Minuten zu lange und müsste sich für bessere Ergebnisse im Sekundenbereich bewegen. Im Allgemeinen scheint die Temperatur von 200 °C zu hoch für die Stabilisierung zu sein.

#### - Leitfähigkeit

In Abbildung 28 ist der LF-Verlauf aus der 1.Versuchsreihe für die Warmauslagerung bei OP4 sowie für die Stabilisierungen auf 100 °C bzw. 120 °C mit OP4 ersichtlich. Dabei zeigt sich, dass der Verlauf für alle drei Behandlungen zunächst fällt. Dies lässt sich auf das Wachstum der Cluster mit steigender Kaltauslagerungszeit zurückführen und war so zu erwarten. Nach etwa vier bis fünf Stunden erfolgt ein Sprung in der Leitfähigkeit. Die elektrische Leitfähigkeit zeigt im Normalfall keine sprunghaften Änderungen, wodurch dieser Verlauf nicht einfach erklärbar ist. Ein systematischer Fehler bei der Messung kann ausgeschlossen werden, da zum einen der Zeitpunkt der Messung nicht nacheinander war und zum anderen zeigt sich der Sprung (wie in Abbildung 29 ersichtlich) sowohl nach der Stabilisierung als auch nach der Wärmebehandlung. Ob dieser Sprung mit einer kritischen Clustergröße zusammenhängt, welche die Messung beeinflusst oder dieser aus einem anderen Grund entsteht kann im Zuge dieser Arbeit nicht geklärt werden. Dazu müssten Untersuchungen wie TEM oder ATP durchgeführt werden.

In Versuchsreihe 2 zeigt sich ebenso ein Sprung in der LF in den ersten Stunden. Danach fällt die LF konstant ab. Des Weiteren ist in Abbildung 30 schön zu erkennen, wie sich die Wärmebehandlung auf das Legierungssystem auswirkt. Zwischen dem LF-Verlauf nach der Stabilisierung sowie nach der Wärmebehandlung ist eine Spanne von etwa 1,5 MS/m Daran vorhanden. lässt sich die Ausscheidungssequenz im Verlauf des Warmauslagerungsprozesses erkennen. Nach der Stabilisierung liegen im System Atomcluster / pre- $\beta$ "-Phasen vor. Dazu ist nur ein Teil der Legierungselemente nötig, der Restanteil befindet sich in Lösung. Wie auch in Tabelle 4 zu erkennen, ist der elektrische Widerstand von Elementen in Lösung größer als jener im ausgeschiedenen Zustand. Nach der Wärmebehandlung scheiden sich die Elemente Mg und Si in Form der β"-Phasen aus wodurch die elektrische Leitfähigkeit steigt.

- Conclusio

Im Zuge der durchgeführten Versuche zeigte sich, dass für das Legierungssystem 6082.CR (Mg+Si high) der Firma HAI mit einem hohen Anteil an Mg und Si eine Zwischenlagerung auf RT nach dem Strangpressen einen negativen Einfluss auf die Festigkeit zeigt und somit vermieden werden soll. Im Prozess soll so schnell als möglich (am besten innerhalb der ersten Stunde) eine Stabilisierungsbehandlung mit 120 °C durchgeführt werden. Abschließend sind in Tabelle 6 die zu erreichenden Festigkeitswerte für die wichtigsten Kaltauslagerungszeiten für die drei Wärmebehandlungsstrategien zusammengefasst.

Behandlung	15 min KLT	30 min KLT	6 h KLT	12 / 24 h KLT
OP4	309,60	305,4	293,1	293,2 / 290,1
100 °C 4 h + OP4	311,6	311,9	302,5	294,4 / 291,7
120 °C 4 h + OP4	324,9	322,4	304,4	302,3 / 300,6

Tabelle 6: Zusammenfassung der 0,2-% Dehngrenze (in MPa) für die drei Wärmebehandlungsstrategien sowie unterschiedliche Kaltauslagerungszeiten für die Legierung 6082.CR

Bei einer Warmauslagerung (OP4) ohne vorherige Stabilisierung ergibt sich nach 6 Stunden Kaltauslagerungszeit ein Festigkeitsverlust von 16,5 MPa im Vergleich zu 15 Minuten KLT bzw. bei einer Warmauslagerung mit Stabilisierung bei 120 °C von 20 MPa. Durch die richtigen Prozessparameter sind somit Festigkeitssteigerungen von 20 MPa im Vergleich zum aktuellen Fertigungsablauf möglich, ohne eine Legierungsänderung vornehmen zu müssen.

#### • Legierung 6005.SG

Die Legierung 6005.SG ist mit 0,7 wt-% Mg, 0,6 wt-% Si sowie 0,03 wt-% Cu hinsichtlich der Legierungseinteilung zwischen der 6082.CR und der 6060.22 anzusiedeln. Im Zuge der Versuche sollte geklärt werden, ob sich bei dieser Zusammensetzung eine Lagerung auf Raumtemperatur noch negativ auswirkt und wie weit eine Stabilisierung die Eigenschaften positiv beeinflusst. Die Versuchsreihe für diese Legierung wurde auf drei Stunden limitiert, da der negative oder positive Einfluss der Kaltauslagerung ersichtlich ist.

#### - 0,2 %-Dehngrenze

Die Ergebnisse zu Rp0,2 sind in Abbildung 35 dargestellt. Wie auch bei der Legierung 6082.CR und ausgehend aus der Literaturrecherche vermutet, zeigt sich auch für die Legierung 6005.SG der negative Einfluss der Kaltauslagerung. Bei einer Warmauslagerung ohne Stabilisierung fällt die Festigkeit ausgehend von 273 MPa bei 15 min KLT um 10 MPa. Dabei spielen wiederum die durch die Lagerung auf Raumtemperatur gebildeten Atomcluster eine negative Rolle.

Da bei der Legierung 6082.CR die höhere Temperatur besser funktionierte erfolgte die Stabilisierung für die 6005.SG ebenfalls mit 120°C. Dabei zeigt sich ein gleiches Verhalten. Zu Beginn ist dabei die Stabilisierung hinsichtlich Festigkeitssteigerung am effektivsten. Es wird vermutet, dass sich zu Beginn sehr wenige negative Cluster und somit fast ausschließlich positive Cluster gebildet haben. Diese wirken als bessere Keimstellen bzw. bewirken keine Verzögerung bei der Ausscheidung der  $\beta$ "-Phase, wodurch diese homogener und feiner verteilt in der Matrix vorliegt und zu einer höheren Festigkeit führt. Nach drei Stunden Kaltauslagerung zeigt sich durch die Stabilisierung noch eine Festigkeitssteigerung, allerdings ist diese nicht so hoch als zu Beginn. Der Grund dafür ist, dass der Anteil an negativ wirkenden Clustern mit der Zeit gestiegen ist. Die Auswirkung dieser auf die Ausscheidung der  $\beta$ "-Phase

wird folgendermaßen vermutet. Zum einen wird die Ausscheidung der Partikeln durch die negativen Cluster verzögert. Zum anderen ergibt sich auf Grund der Tatsache, dass negative als auch positive Cluster nebeneinander vorliegen eine Inhomogenität während der Ausscheidung. Dadurch liegt die  $\beta$ "-Phase nicht gleichmäßig in der Matrix verteilt vor mit dem Ergebnis einer Festigkeitsreduktion.

- Leitfähigkeit

In Abbildung 35 ist ebenso der Verlauf der Leitfähigkeit für den Versuch ersichtlich. Es zeigt sich gleich zur Legierung 6082.CR, dass die LF zu Beginn aufgrund der Clusterbildung während der Kaltauslagerung fällt. Der Sprung ist in diesem Versuch nicht zu beobachten. Allerdings erfolgte der Sprung erst nach etwa fünf Stunden. Diese Zeit wurde in dem Versuch nicht erreicht. Es lässt somit keine Aussage zu, ob der Sprung in diesem Legierungssystem ebenfalls zu beobachten wäre oder ob dieser nicht auftritt.

Des Weiteren ist wiederum zu erkennen, wie sich die Wärmebehandlung auf das Legierungssystem auswirkt. Zwischen dem LF-Verlauf nach der Stabilisierung sowie nach der Wärmebehandlung ist eine Spanne von etwa 1,5 MS/m vorhanden. Daran lässt sich die Ausscheidungssequenz im Verlauf des Warmauslagerungsprozesses erkennen. Nach der Stabilisierung liegen im System Atomcluster / pre- $\beta$ "-Ausscheidungen vor. Dazu ist nur ein Teil der Legierungselemente nötig, der Restanteil befindet sich in Lösung. Wie auch in Tabelle 4 zu erkennen ist der elektrische Widerstand von Elementen in Lösung größer als jener im ausgeschiedenen Zustand. Nach der Wärmebehandlung scheiden sich die Elemente Mg und Si in Form der  $\beta$ "-Ausscheidungen aus wodurch die elektrische Leitfähigkeit steigt.

Bei Vergleich der Absolutwerte der Leitfähigkeit zwischen der Legierung 6082.CR und 6005.SG (siehe Abbildung 29 und Abbildung 35) für eine Stabilisierung bei 120°C 4 h mit nachfolgender Warmauslagerung ergibt sich eine Differenz von zirka 1,5 MS/m. Dabei zeigt die Legierung 6082.CR die niedrigere Leitfähigkeit und somit den höheren elektrischen Widerstand. Dies geht einher mit einem höheren Volumenanteil an Ausscheidungen ( $\beta$ "-Ausscheidungen), was sich auch in der Festigkeit widerspiegelt.

- Conclusio

Im Zuge der durchgeführten Versuche zeigte sich, dass für das Legierungssystem 6005.SG (Mg+Si-Gehalt zwischen 6082.CR und 6060.22) eine Zwischenlagerung nach dem Strangpressen einen negativen Einfluss auf die Festigkeit nimmt und somit vermieden werden soll. Im Prozess soll, gleichwertig zur Legierung 6082.CR, eine Stabilisierungsbehandlung innerhalb der ersten Stunde bei 120 °C für 4 Stunden durchgeführt werden. Abschließend sind in Tabelle 7 die zu erreichenden Festigkeitswerte für die wichtigsten Kaltauslagerungszeiten für die drei Wärmebehandlungsstrategien zusammengefasst.

Tabelle 7: Zusammenfassung der 0,2-% Dehngrenze (in MPa) für die Wärmebehandlung mit OP4 sowie für eine Stabilisierung bei 120 °C für 4 Stunden mit nachfolgender Auslagerung mit OP4 für die Legierung 6005.SG

Behandlung	15 min KLT	30 min KLT	3 h KLT
OP4	272,7	266,1	263,2
120 °C 4 h + OP4	287,9	282,9	268,6

Bei einer Warmauslagerung (OP4) ohne vorherige Stabilisierung ergibt sich nach 3 Stunden Kaltauslagerungszeit ein Festigkeitsverlust von 10 MPa im Vergleich zu 15 Minuten KLT bzw. bei einer Warmauslagerung mit Stabilisierung bei 120 °C von 15 MPa.

- DSC

Die Intention hinter den DSC-Versuchen war es, mithilfe des Kurvenverlaufs oder der Fläche unter den Peaks eine Aussage über die Effektivität der Stabilisierungsbehandlung treffen zu können. Dies gestaltet sich prinzipiell als äußert schwierig und bedarf weiterer Arbeit. Es ergeben jedoch einige interessante Punkte, die aus den Daten gewonnen werden konnten.

Nach der Stabilisierung der Proben sollte die Bildung der Atomcluster bzw. pre- $\beta$ " abgeschlossen sein. Dies zeigt sich auch in den DSC-Kurven, da in den ersten 100 °C kein Peak ersichtlich ist (siehe Abbildung 36).

Am interessantesten ist der erste Peak im Temperaturbereich von 200–250 °C in Abbildung 37 sowie Abbildung 38. Für eine Stabilisierungsdauer unterhalb von 4 Stunden zeigt sich der Peak relativ sauber. Ab einer Dauer von 4 Stunden zeigt sich an der linken und rechten Schulter des Peaks eine Veränderung. Des Weiteren wandert das Peakmaximum zu höheren Temperaturen. Aus welchem Grund die Veränderungen auftreten kann hier nicht geklärt werden, jedoch sollten diese mit der Bildung der Härtephase ( $\beta$ ") in Zusammenhang stehen.

Bei den unterschiedlichen Temperaturen zeigt sich ein ähnliches Bild. Unterhalb der 120 °C verläuft der Peak ohne erkennbare Abweichungen. Über 120 °C zeigt sich ebenfalls wieder eine Schulterbildung im Peak. Bei 160 °C teilt sich der Peak in zwei separate Peaks auf. Diese sollten auf die Bildung der  $\beta$ "- und  $\beta$ '-Ausscheidungen zurückzuführen sein. Um dies genauer zu bestätigen, müssten weitere Untersuchungen durchgeführt werden.

Bei einer Stabilisierung von 120 °C für 4 Stunden mit nachfolgender Warmauslagerung bei OP4 zeigt sich in Abbildung 39 bei 185 °C ein kleiner Peak. Dieser deutet darauf hin, dass die Bildung der  $\beta$ "-Phase nach der Warmauslagerung noch nicht vollständig abgelaufen ist. Dies zeigt, dass in der Stabilisierung noch Potential steckt und hier weitere Versuche nötig sind, um dies voll ausschöpfen zu können.

#### • <u>Legierung 6060.22</u>

Die Legierung 6060.22 ist mit je 0,42 wt-% Mg und 0,44 wt-% Si jene Legierung dieser Arbeit mit dem niedrigsten Anteil. Im Zuge der Versuche soll geklärt werden, wie sich der Einfluss der Lagerung auf Raumtemperatur auf diesen Legierungstyp auswirkt und inwieweit sich die Eigenschaften durch eine Stabilisierung verbessern lassen. Die Versuchsreihe wurde analog der 1.Versuchsreihe der Legierung 6082.CR aufgebaut.

- 0,2 %-Dehngrenze

Die Ergebnisse zur Versuchsreihe mit der Legierung 6060.22 sind in Abbildung 41 ersichtlich. Im Gegensatz zu den höherlegierten Systemen 6082.CR und 6005.SG verhält sich diese anders. Die Festigkeit bei einer Warmauslagerung (OP4) ohne vorherige Stabilisierung nimmt mit steigender Kaltauslagerungszeit zu. Diese Ergebnisse bestätigen die gefundene Literatur. Der Grund dafür dürfte in der Bildung einer hohen Dichte an Clustern liegen, welche die Ausscheidungskinetik während der Warmauslagerung positiv beeinflussen. Der Effekt dahinter bzw. aus welchem Grund Atomcluster bei niedriglegierten Systemen anders wirken als bei höherlegierten Systemen ist nicht geklärt und bedarf weiterer Forschungsarbeit.

Da bei den höherlegierten Systemen eine Stabilisierung mit einer Festigkeitssteigerung einhergeht wurde diese auch im System 6060.22 untersucht. Die Ergebnisse dazu sind ebenfalls Abbildung 41 zu entnehmen. Es zeigt sich, dass zu Beginn (15 min KLT) eine enorme Festigkeitssteigerung durch die Stabilisierungsbehandlung erzielt wird. Mit steigender Kaltauslagerungszeit nimmt die Festigkeit ab. Das heißt, dass die Stabilisierungsbehandlung weniger Wirkung zeigt. Allerdings ist Rp0,2 nach 48 Stunden bei einer Stabilisierung von 120°C für 4 Stunden und nachfolgender Warmauslagerung mit OP4 höher als ohne Stabilisierung. Dies könnte mehrere Gründe haben. Zum einen besteht die Möglichkeit, dass die Konzentration der Leerstellen, welche die Ausscheidungskinetik unterstützen bzw. beeinflussen unterschiedlich ist. Zum anderen könnte es sein, dass sich die gebildeten Atomcluster in ihrer Form, Größe oder Verteilung unterscheiden. In jedem Fall scheint es, als stelle der Einfluss der Kaltauslagerung sowie die Stabilisierung einen konkurrierenden Prozess im Legierungssystem 6060.22 dar.

Sowie bei den anderen Legierungen stellte sich auch für die 6060.22 heraus, dass die höhere Temperatur (120 °C) die besseren Festigkeitswerte erzielt. Es scheint so als wäre diese allgemein für die 6xxx-Serie und OP4 am besten geeignet.

#### - Leitfähigkeit

Der Verlauf der Leitfähigkeit ist in Abbildung 40 ersichtlich. Die LF zeigt zu Beginn leichte Schwankungen und nimmt ab 12 Stunden Kaltauslagerungszeit konstant ab. Ein Sprung wie in den Versuchen der Legierung 6082.CR beobachtet wurde ist hier nicht zu erkennen.

Zwischen dem LF-Verlauf nach der Stabilisierung sowie nach der Wärmebehandlung ist eine Spanne von etwa 2 MS/m vorhanden. Daran lässt sich die Ausscheidungssequenz im Verlauf des Warmauslagerungsprozesses erkennen. Nach der Stabilisierung liegen im System Atomcluster / pre- $\beta$ "-Phasen vor. Dazu ist nur ein Teil der Legierungselemente nötig, der Restanteil befindet sich in Lösung. Wie auch in Tabelle 4 zu erkennen, ist der elektrische Widerstand von Elementen in Lösung größer als jener im ausgeschiedenen Zustand. Nach der Wärmebehandlung scheiden sich die Elemente Mg und Si in Form der  $\beta$ "-Phasen aus wodurch die elektrische Leitfähigkeit steigt.

Bei Vergleich der Absolutwerte der Leitfähigkeit liegt die Legierung 6060.22 deutlich über den anderen Beiden. Somit zeigt sich bei der 6060.22 der geringste elektrische Widerstand und somit die niedrigsten Festigkeitswerte.

- Conclusio

Im Zuge der durchgeführten Versuche zeigte sich, dass für das Legierungssystem 6060.22 (Mg+Si low) mit den niedrigsten Anteilen an Mg und Si eine Zwischenlagerung auf RT nach dem Strangpressen einen positiven Einfluss auf die Festigkeit zeigt. Jedoch kann durch eine Stabilisierungsbehandlung vor der Warmauslagerung eine höhere Festigkeit erzielt werden. Aus diesem Grund ist es sinnvoll zu überlegen, die Kaltauslagerung vor der Warmauslagerung zu streichen und die 6060.22 genauso wie die Legierungen 6082.CR und 6005.SG innerhalb der ersten Stunde bei 120 °C für 4 Stunden zu stabilisieren. Dadurch gelingt es Lagerplatz für die Kaltauslagerung einzusparen. Abschließend sind in Tabelle 8 die zu erreichenden Festigkeitswerte für die wichtigsten Kaltauslagerungszeiten für die drei Wärmebehandlungsstrategien zusammengefasst.

Tahelle 8.	Zusammenfassung	der 0.2-% Dehi	arenze (in MPa	) für die drei
Tabelle 0.	Zusammernassung		IGIENZE (IN INF	

Wärmebehandlungsstrategien sowie unterschiedliche Kaltauslagerungszeiten für	die Legierung
6060.22	

Behandlung	15 min KLT	30 min KLT	6 h KLT	24 / 48 h KLT	5 Wochen KLT
OP4	191	196,25	194,9	198 / 201	208,15
100 °C 4 h + OP4	209,8	214,4	200,75	202,6 / 202,5	-
120 °C 4 h + OP4	217,5	222,8	216,05	209 / 210,4	-

Bei einer Warmauslagerung (OP4) ohne vorherige Stabilisierung ergibt sich nach 6 Stunden Kaltauslagerungszeit eine Festigkeitssteigerung von 5 MPa im Vergleich zu 15 Minuten KLT. Bei einer Stabilisierung bei 120 °C ergibt sich bei 15 min KLT eine Festigkeitssteigerung von 26,5 MPa. Selbst nach 5 Wochen Kaltauslagerung ist die Festigkeit bei reiner Warmauslagerung etwa 10 MPa niedriger im Vergleich zur Stabilisierung innerhalb der ersten Stunde.

## 7 Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit erfolgte die Untersuchung verschiedener Legierungen (6060.22, 6005.SG sowie 6082.CR) des Industriepartners Hammerer Aluminium Industries, um die aktuelle Wärmebehandlungsstrategie im Prozess zu optimieren, mit dem Hauptziel höhere Festigkeiten zu erreichen. Die Legierung 6060.22 stellt dabei jene Legierung mit geringem Anteil an Mg und Si, die Legierung 6082.CR jene mit hohem Anteil an Mg und Si dar. Im Zuge der Literaturrecherche konnten einige Arbeiten gefunden werden, welche die Auswirkung der Lagerung auf RT im System der 6xxx-Familie untersucht haben. Jedoch konnte keine Literatur gefunden werden, welche diese in den ersten 24 Stunden genauer betrachtete.

Im experimentellen Teil erfolgte zuerst eine Untersuchung des Kaltauslagerungsverhaltens mithilfe der Leitfähigkeitsmessung. Der Verlauf dieser bestätigte die in der Literatur gefundenen Messungen.

Des Weiteren erfolgten für die drei Legierungen verschiedene Wärmebehandlungsstrategien, welche aus einer Warmauslagerung (OP4) mit oder ohne vorheriger Stabilisierung nach unterschiedlichen Kaltauslagerungszeiten bestehen. Dabei konnten folgende Erkenntnisse gewonnen werden:

- Für die Legierung 6060.22 (Mg+Si low) zeigt sich ein positiver Effekt durch die Kaltauslagerung. Positiv bedeutet, dass die Festigkeit mit steigender Kaltauslagerungszeit zunimmt.
- Für die Legierung 6005.SG sowie 6082.CR (Mg+Si high) nimmt die Festigkeit mit steigender Lagerzeit auf Raumtemperatur ab. Die Lagerung wirkt sich somit negativ auf die mechanischen Eigenschaften aus.
- Mithilfe einer Stabilisierungsbehandlung kann dem Kaltauslagerungseffekt entgegengewirkt werden.
- Aufgrund der Versuche lässt sich darauf schließen, dass 3 oder mehr verschiedene Arten an Cluster bzw. deren Interaktion mit eingefrorenen Leerstellen eine Rolle in der Ausscheidungskinetik bilden:
  - Atomcluster, welche sich w\u00e4hrend der Kaltauslagerung bei niederlegierten Systemen (hier: 6060.22) bilden und positiv auf die nachfolgende Warmauslagerung wirken
  - Atomcluster, welche sich während der Kaltauslagerung bei höherlegierten Systemen (hier: 6005.SG und 6082.CR) bilden und negativ auf die nachfolgende Warmauslagerung wirken
  - 3. Atomcluster, welche sich während der Stabilisierungsbehandlung bilden und einen positiven Einfluss auf die nachfolgende Warmauslagerung haben

- Die höhere Temperatur von 120 °C stellte sich für die Familie der 6xxx-Legierungen für die Stabilisierung als effektiv heraus.
- Um den Einfluss der Stabilisierung am besten zu nutzen, sollte diese innerhalb der ersten Stunde nach dem Strangpressen erfolgen.
- Bei der Legierung 6060.22 scheint zwischen der Kaltauslagerung und der Stabilisierung ein konkurrierender Prozess abzulaufen, wobei die Stabilisierung die besseren mechanischen Eigenschaften erzielt.
- Bei der Stabilisierungstemperatur von 120 °C scheint in der Stabilisierungszeit noch Potential zur Reduktion vorhanden zu sein.

Aus der Arbeit heraus ergaben sich einige Fragestellungen bzw. Ansätze, welche noch weiter untersucht werden könnten:

- Untersuchung des Sprunges in der LF
- Größere Versuchsreihe an der Legierung 6005.SG, um zu untersuchen ob in diesem Legierungssystem ebenfalls ein Sprung nach 5 Stunden Kaltauslagerung eintritt
- Untersuchung der Anfangsstadien der Entmischung bzw. Charakterisierung der gebildeten Atomcluster
- Versuche zu hohen Stabilisierungstemperaturen (200 °C) f
  ür sehr kurze Zeiten (im Sekundenbereich)

## 8 Literaturverzeichnis

- [1] Ostermann F.: Anwendungstechnologie Aluminium. In: VDI-Buch. Springer Vieweg, Berlin (2014).
- [2] Michael Müller-Görnert: CO<sub>2</sub>-Grenzwert. Internet: https://www.vcd.org/themen/autoumwelt/co2-grenzwert/ (Zugriff: 09.03.2020).
- [3] VDA: CO<sub>2</sub>-Regulierung bei Pkw und leichten Nutzfahrzeugen. Internet: https://www.vda.de/de/themen/umwelt-und-klima/co2-regulierung-bei-pkw-und-leichten-nfz/co2-regulierung-bei-pkw-und-leichten-nutzfahrzeugen.html (Zugriff: 09.03.2020).
- [4] HAI Produkte & Anwendungen. Internet: https://www.hai-aluminium.com/produkteanwendungen/?link=automotive#automotive (Zugriff: 10.03.2020).
- [5] HAI Technology. Internet: https://www.hai-aluminium.com/hai-technology/#extrusion (Zugriff: 10.03.2020).
- [6] Marioara C. et al.: The influence of temperature and storage time at RT on nucleation of the  $\beta''$  phase in a 6082 Al–Mg–Si alloy. Acta Materialia, 51 (2003), 789–796.
- [7] Polmear I. J.: Light alloys. Butterworth-Heinemann, Amsterdam (2006).
- [8] Grazyna Mrówka-Nowotnik, Ph.D., Prof. Jan Sieniawski: Analysis of precipitation strengthening process in 6xxx aluminium alloys. INZYNIERIA MATERIALOWA (2007), 449–454.
- [9] Wulf E.: Produktdatenblatt AA6082. Internet: https://www.leichtmetall.eu/site/assets/files/datenblatt/6082\_Produktdatenblatt\_A4.pdf (Zugriff: 23.03.2020).
- [10] Produktdatenblatt EN-AW-6060. Internet: https://www.alumerogroup.eu/wpcontent/uploads/2018/09/ALUMERO\_Legierungen-EN-AW-6060-AIMgSi0\_web.pdf (Zugriff: 20.04.2020).
- [11] Produktdatenblatt EN-AW-6005. Internet: https://www.alumerogroup.eu/wpcontent/uploads/2018/09/ALUMERO\_Legierungen-EN-AW-6005A-AIMg0\_web.pdf (Zugriff: 20.04.2020).
- [12] Banhart J. et al.: Natural Aging in Al-Mg-Si Alloys A Process of Unexpected Complexity. Advanced Engineering Materials, 12 (2010), 559–571.
- [13] Edwards G. A. et al.: The precipitation sequence in Al–Mg–Si alloys. Acta Materialia, 46 (1998), 3893–3904.

- [14] Sato T.: Early Stage Phenomena and Role of Microalloying Elements in Phase Decomposition of Aluminum Alloys. Materials Science Forum, 331-337 (2000), 85–96.
- [15] Dumitraschkewitz P. et al.: Clustering in Age-Hardenable Aluminum Alloys. Advanced Engineering Materials, 20 (2018), 1800255.
- [16] Murayama M. und K. Hono: Pre-precipitate clusters and precipitation processes in Al-Mg–Si alloys. Acta Materialia, 47 (1999), 1537–1548.
- [17] Dutta I. und S. M. Allen: A calorimetric study of precipitation in commercial aluminium alloy 6061. Journal of Materials Science Letters, 10 (1991), 323–326.
- [18] Marioara C. D. et al.: Atomic model for GP-zones in a 6082 Al–Mg–Si system. Acta Materialia, 49 (2001), 321–328.
- [19] Dutta I., S. M. Allen und J. L. Hafley: Effect of reinforcement on the aging response of cast 6061 Al-Al2O3 particulate composites. Metallurgical Transactions, 22 (1991), 2553–2563.
- [20] Liu S. et al.: On the atomic model of Guinier-Preston zones in Al-Mg-Si-Cu alloys. Journal of Alloys and Compounds, 745 (2018), 644–650.
- [21] Andersen S. J. et al.: The crystal structure of the β" phase in Al–Mg–Si alloys. Acta Materialia, 46 (1998), 3283–3298.
- [22] Jacobs M. H.: The structure of the metastable precipitates formed during ageing of an Al-Mg-Si alloy. Philosophical Magazine, 26 (1972), 1–13.
- [23] Lynch J. P., L. M. Brown und M. H. Jacobs: Microanalysis of age-hardening precipitates in aluminium alloys. Acta Metallurgica, 30 (1982), 1389–1395.
- [24] Zhang J. et al.: Equilibrium pseudobinary Al–Mg 2 Si phase diagram. Materials Science and Technology, 17 (2001), 494–496.
- [25] Pogatscher S. et al.: Mechanisms controlling the artificial aging of Al–Mg–Si Alloys. Acta Materialia, 59 (2011), 3352–3363.
- [26] Pogatscher S. et al.: Influence of interrupted quenching on artificial aging of Al–Mg–Si alloys. Acta Materialia, 60 (2012), 4496–4505.
- [27] Liu M. et al.: Clustering phenomena in quenched Al, Al–Mg, Al–Si and Al–Mg–Si alloys. Scripta Materialia, 177 (2020), 203–207.
- [28] C.D. Marioara, S.J. Andersen, H.W. Zandbergen, and R. Holmestad: The Influence of Alloy Composition on Precipitates of the Al-Mg-Si System. Metallurgical and Materials Transactions A (2005), 691–702.

- [29] Chang C. S. T. et al.: Positive effect of natural pre-ageing on precipitation hardening in Al-0.44at% Mg-0.38at% Si alloy. Ultramicroscopy, 109 (2009), 585–592.
- [30] Ashcroft N. W. und N. D. Mermin: Solid state physics. Brooks/Cole Thomson Learning, South Melbourne (2012).
- [31] Schwerer F. C., J. W. Conroy und S. Arajs: Matthiessen's rule and the electrical resistivity of iron-silicon solid solutions. Journal of Physics and Chemistry of Solids, 30 (1969), 1513–1525.
- [32] Fickett F. R.: Aluminum—1. A review of resistive mechanisms in aluminum. Cryogenics, 11 (1971), 349–367.
- [33] Tipler P. A., G. Mosca und J. Wagner: Physik. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg (2015).
- [34] Hummel R. E.: Electronic Properties of Materials. Springer Science+Business Media LLC, New York, NY (2011).
- [35] Jürgen Eckert und Daniel Kiener: Skriptum der Lehrveranstaltung Materialphysik I, Montanuniversität Leoben (2019).
- [36] Hirosawa S. et al.: Comparison between Resistivity Changes and Monte Carlo Simulation for GP Zone Formation in Al–Cu Base Ternary Alloys. Materials Transactions, JIM, 39 (1998), 139–146.
- [37] Zurob H. S. und H. Seyedrezai: A model for the growth of solute clusters based on vacancy trapping. Scripta Materialia, 61 (2009), 141–144.
- [38] Banhart J. et al.: Kinetics of natural aging in Al-Mg-Si alloys studied by positron annihilation lifetime spectroscopy. Physical Review B, 83 (2011), 89.
- [39] Werinos M. et al.: Hardening of Al–Mg–Si alloys: Effect of trace elements and prolonged natural aging. Materials & Design, 107 (2016), 257–268.
- [40] Müller K. und W. J. Bartz (Hg.): Grundlagen des Strangpressens. expert-Verl., Renningen-Malmsheim (1995).
- [41] Doege E. und B.-A. Behrens: Handbuch Umformtechnik. In: VDI-Buch. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg (2007).
- [42] Lynch C. V.: Die auswirkung der fabrikationsbedingungen auf die qualitaet von pressprofilen aus der legierung almg si-0,5. Z. f. Metallkunde, 1971 (1971), 710–715.
- [43] SIGMATEST® 2.069 | Institut Dr. Foerster GmbH und Co. KG. Internet: https://www.foerstergroup.de/de/deu/produkte/sigmatest-2069/amagnetische-metalle/ (Zugriff: 22.05.2020).

- [44] Bedienungsanleitung Foerster 2.069. Internet: http://www.grimas.at/detail/items/sigmatestd.html?file=tl\_files/\_uploads/\_pdf/Wirbelstrom/Handpruefgeraete/Sigmatest\_2069\_D.p df (Zugriff: 30.09.2020).
- [45] Weißbach W.: Werkstoffkunde. Vieweg + Teubner, Wiesbaden (2010).
- [46] Universalprüfmaschine Für große Bauteile und hochfeste Werkstoffe Quality Engineering. Internet: https://quality-engineering.industrie.de/termineveranstaltungen/messe-control/fuer-grosse-bauteile-und-hochfeste-werkstoffe/ (Zugriff: 22.12.2020).
- [47] Atkins P. W. und L. Jones: Chemie einfach alles. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim (2006).
- [48] SL-26 Umwälzthermostat | JULABO GmbH. Internet: https://www.julabo.com/de/produkte/waermethermostate/umwaelzthermostate/sl-26 (Zugriff: 17.07.2020).
- [49] Memmert GmbH + Co. KG: Wärme- / Trockenschränke. Internet: https://www.memmert.com/de/produkte/waermetrockenschraenke/universalschrank/#!filters=%7B%7D (Zugriff: 17.07.2020).
- [50] Memmert GmbH + Co. KG: Wasser- / Ölbäder. Internet: https://www.memmert.com/de/produkte/wasser-oelbaeder/oelbad/ONE-45/ (Zugriff: 17.07.2020).
- [51] Cao L., P. A. Rometsch und M. J. Couper: Effect of pre-ageing and natural ageing on the paint bake response of alloy AA6181A. Materials Science and Engineering: A, 571 (2013), 77–82.

# 9 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1:	Zusammensetzungsgrenzen kommerzieller 6xxx-Legierungen; die	
	Kurven repräsentieren übliche Spitzenwerte der Streckgrenze nach einer	
	Wärmebehandlung auf T6-Zustand [7]	3
Abbildung 2:	DSC-Kurve einer abgeschreckten Probe der Legierung 6005 (links)	
	sowie 6082 (rechts) mit einer Aufheizrate von 10 °C/min [8]	6
Abbildung 3:	Schematische Darstellung der Ausscheidungsfolge: Clusterbildung,	
	kohärente, teilkohärente sowie inkohärente Ausscheidungen in 6xxx-	
	Legierungen (ohne Berücksichtigung von Leerstellen) [1]	6
Abbildung 4.	AP-FIM-Konzentrationsprofile von Proben welche bei 70 °C für a.) 0,5 h,	
	b.) 8 h und c.) 60 h wärmebehandelt wurden. Eine statistische Analyse	
	von a.) zeigte, dass sowohl Cluster von Si-Atomen als auch von Mg-	
	Atomen vorliegen. Co-Cluster, welche Si und Mg enthalten sind in b.)	
	und c.) präsent. [13]	8
Abbildung 5:	Vickershärte als Funktion der Wärmebehandlungszeit bei 150 °C für eine	
	6082-Legierung mit der Zusammensetzung von 0,6 wt-% Mg, 0,9 wt-%	
	Si, 0,5 wt-% Mn und 0,2 wt-% Fe [18]	9
Abbildung 6:	(a) Hellfeld TEM-Aufnahme und (b) hochauflösende	
	elektronenmikroskopische Aufnahme einer nadelförmigen Ausscheidung	
	entlang seiner Achse [13]	10
Abbildung 7:	Pseudobinäres Phasendiagramm für Al–Mg₂Si-Phase [24]	11
Abbildung 8:	Härteverlauf für (a) 0/125 °C; (b) 0/150 °C; (c) 7/125 °C; (d) 7/150 °C; (e)	
	0/100 °C. Für jede Probe sind jeweils an repräsentativen Positionen die	
	Wärmebehandlungszeiten im Kurvenverlauf eingetragen [6]	13
Abbildung 9:	Härteverlauf für die Warmauslagerung bei 180 °C mit und ohne	
	vorheriger Kaltauslagerung nach dem Abschrecken aus dem	
	Lösungsglühen [29]	15
Abbildung 10:	Effekt der Kaltauslagerung auf den Volumenanteil der gelösten Elemente	
	(Mg, Si und Cu) sowie auf die elektrische Leitfähigkeit im Zustand T4	
	[15]	17
Abbildung 11:	Schematische Darstellung der fünf Stadien der Clusterbildung während	
	der Kaltauslagerung sowie Vorschläge zu den ablaufenden	
	Mechanismen. Vergleich der Härte, des elektrischen Widerstandes $ ho$	
	und der durchschnittlichen Positronenlebensdauer $\tau_{av}$ bei	
	Raumtemperatur mit den Ergebnissen aus der DSC-Untersuchung. Die	
	Peaks der DSC-Kurven spiegeln die Clusterbildung nach den diversen	
---------------	--	------
	Kaltauslagerungszeiten wider. [39]	. 18
Abbildung 12:	Prinzip des direkten Strangpressens ohne Schmiermittel [1]	. 20
Abbildung 13:	(a) C-Kurve für Profile aus der Legierung 6060 (Lynch et al.); (b)	
	Vergleich der Festigkeits- und Zähigkeitswerte der Legierungen 6005A,	
	6061 und 6082 im Zustand T6 [1, 42]	. 21
Abbildung 14:	Messgerät Sigmatest <sup>®</sup> 2.069 der Firma Foerster [43]	. 22
Abbildung 15:	Universalprüfmaschine Inspekt 1200 der Firma Hegewald & Peschke	
	[46]	. 23
Abbildung 16:	Messaufbau zur Aufnahme von LF-Kurven über einen beliebigen	
	Zeitraum	. 25
Abbildung 17:	Darstellung der Probennahme am Auslauf der Strangpresse	. 26
Abbildung 18:	Schematischer Temperatur-Zeit-Verlauf des gesamten Prozesses	. 27
Abbildung 19:	links: Ölbad Julabo SL26, mitte: Ölbad Memmert ONE 45, rechts:	
	Universalschrank Memmert UF30 plus [48–50]	. 27
Abbildung 20:	Verwendetes Doppelhohlkammerprofil mit den eingezeichneten Zonen	
	für die Legierung 6082.CR	. 28
Abbildung 21:	Verwendete Profilform für die Legierung 6005.SG	. 30
Abbildung 22:	verwendete Profilform für die Legierung 6060.22	. 31
Abbildung 23:	Effekt der Kaltauslagerung für eine Dauer von 24 h auf die Leitfähigkeit	
	an den Legierungen 6005.SG, 6060.22 und 6082.CR	. 32
Abbildung 24:	Verlauf des elektrischen Widerstands infolge einer Kaltauslagerung der	
	drei Legierungen 6005.SG, 6060.22 und 6082.CR	. 33
Abbildung 25:	Verlauf des elektrischen Widerstands in Abhängigkeit der	
	Kaltauslagerungszeit für die Legierung 6082.CR	. 34
Abbildung 26:	Härteverlauf für eine Warmauslagerung ohne Stabilisierung sowie mit	
	Stabilisierung für die Legierung 6082.CR (linke Achsenbeschriftung);	
	zum Vergleich der Verlauf für eine kaltausgelagerte Probe (rechte	
	Achsenbeschriftung)	. 35
Abbildung 27:	0,2 %-Dehngrenze für eine Warmauslagerung ohne Stabilisierung sowie	
	mit Stabilisierung für die Legierung 6082.CR	. 36
Abbildung 28:	Leitfähigkeitskurven für eine Warmauslagerung ohne Stabilisierung	
	sowie mit Stabilisierung für die Legierung 6082.CR; gemessen jeweils	
	nach OP4	. 36
Abbildung 29:	Verhalten der LF nach der Stabilisierung mit 120 °C für 4h und nach der	
	Wärmebehandlung mit OP4 sowie die Auswirkung auf die Festigkeit	. 37

Abbildung 30:	LF-Verlauf für die Stabilisierung bei 100 °C 4 h sowie 0,2-% Dehngrenze	
	für die Stabilisierung, OP4 sowie x min KLT + 120 °C 4 h für die	
	Legierung 6082.CR	38
Abbildung 31:	LF nach der Stabilisierung und nach der WBH sowie Rp0,2 für 30 min	
	KLT + 120 °C x min sowie darauffolgender Warmauslagerung mit OP4	39
Abbildung 32:	LF nach der Stabilisierung und nach der WBH sowie Rp0,2 für 120 min	
	KLT + 120 °C x min sowie darauffolgender Warmauslagerung mit OP4	40
Abbildung 33:	0,2-% Dehngrenze für eine Behandlung bei OP4, 120 °C 4 h + OP4	
	sowie für hohe Temperatur und kurze Zeit	41
Abbildung 34:	Verlauf der Kaltauslagerung für die Legierung 6082 aus	
	unterschiedlichen Pressungen	41
Abbildung 35:	LF-Verlauf für die Stabilisierung bei 120 °C 4 h sowie 0,2-% Dehngrenze	
	für OP4 sowie für 120 °C 4h + OP4	43
Abbildung 36:	DSC-Kurven für die Stabilisierungstemperatur von 120 °C mit	
	unterschiedlichen Zeiten im Temperaturbereich von 0-650 °C	44
Abbildung 37:	Detaillierte Darstellung der DSC-Kurve für die Stabilisierungstemperatur	
	von 120 °C mit unterschiedlichen Zeiten	45
Abbildung 38:	Detaillierte Darstellung der DSC-Kurve für unterschiedliche	
	Stabilisierungstemperaturen bei gleicher Stabilisierungszeit (4 Stunden)	46
Abbildung 39:	DSC-Kurve für eine Stabilisierung bei 120 °C mit und ohne	
	nachfolgender Warmauslagerung bei OP4	47
Abbildung 40:	Leitfähigkeitsverlauf für eine Warmauslagerung ohne Stabilisierung	
	sowie mit Stabilisierung für die Legierung 6060.22	48
Abbildung 41:	0,2 %-Dehngrenze für eine Warmauslagerung ohne Stabilisierung sowie	
	mit Stabilisierung für die Legierung 6060.22	49
Abbildung 42:	Beispiel für Echtzeitdaten aus dem Zugversuch	71

## 10 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1:	Chemische Zusammensetzung laut Norm für die Legierungen EN-AW-	
	6005, EN-AW-6060 sowie EN-AW-6082 [9–11]	4
Tabelle 2:	Partikeldichte, Größe und Art der Ausscheidung in Abhängigkeit der	
	Lagerdauer, Wärmebehandlungstemperatur sowie -zeit [6]	14
Tabelle 3:	Eigenschaften wichtiger in der Aluminiummatrix gelöster	
	Legierungselemente [32]	16
Tabelle 4:	Durchschnittlicher Anstieg des elektrischen Widerstandes durch in der	
	Aluminiummatrix gelösten und ausgeschiedenen Legierungselementen	
	[34, 35]	17
Tabelle 5:	Zusammensetzung der verwendeten Legierungen 6060.22, 6005.SG	
	sowie 6082.CR	33
Tabelle 6:	Zusammenfassung der 0,2-% Dehngrenze (in MPa) für die drei	
	Wärmebehandlungsstrategien sowie unterschiedliche	
	Kaltauslagerungszeiten für die Legierung 6082.CR	54
Tabelle 7:	Zusammenfassung der 0,2-% Dehngrenze (in MPa) für die	
	Wärmebehandlung mit OP4 sowie für eine Stabilisierung bei 120 °C für	
	4 Stunden mit nachfolgender Auslagerung mit OP4 für die Legierung	
	6005.SG	56
Tabelle 8:	Zusammenfassung der 0,2-% Dehngrenze (in MPa) für die drei	
	Wärmebehandlungsstrategien sowie unterschiedliche	
	Kaltauslagerungszeiten für die Legierung 6060.22	58

## 11 Abkürzungsverzeichnis

AI	Aluminium
AP-FIM	atom probe field ion microscopy
Cu	Kupfer
DSC	Differential scanning calorimetry
DTA	Differentialthermoanalyse
EDS	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
GP-Zonen	Guinier und Preston Zonen
HRTEM	hochauflösender Durchstrahlungs-Elektronenmikroskopie
KLT	Kaltauslagerungszeit
Mg	Magnesium
OP4	Ofenprogramm 4 (190°C für 4 Stunden)
PALS	Positronenspektroskopie
RT	Raumtemperatur
SADP	Selected area diffraction pattern
Si	Silizium
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie
WBH	Wärmebehandlung
ÜMK	Übersättigter Mischkristall

## 12 Anhang

## 12.1 Echtzeitdaten Zugversuch

In Abbildung 42 ist ein Beispiel für Echtzeitdaten aus dem Zugversuch abgebildet. Diese werden während dem Zugversuch auf der Universalprüfmaschine Inspekt 1200 PC-gesteuert aufgenommen. Nachfolgend werden über eine Software die mechanischen Kennwerte 0,2 %-Dehngrenze (Rp<sub>0,2</sub>), die Zugfestigkeit (R<sub>m</sub>), die Gleichmaßdehnung (A<sub>g</sub>) sowie die Bruchdehnung (A<sub>50</sub>) ermittelt.



Abbildung 42: Beispiel für Echtzeitdaten aus dem Zugversuch

Die Auswertung der Daten erfolgt über Excel, wobei das Mittel über die Zonen für die 0,2 %-Dehngrenze errechnet wird.