



Traditio et Innovatio

# Kurzzeit-Wärmebehandlung von AlMgSi-Legierungen: Phasenumwandlungen und mechanische Eigenschaften

Dissertation zur Erlangung des akademischen Grades Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.) der Fakultät für Maschinenbau und Schiffstechnik der Universität Rostock.

vorgelegt von Hannes Fröck geboren am 10.07.1989 in Wismar

Gutachter:

Prof. Dr.-Ing. habil. Olaf Keßler

Universität Rostock Fakultät für Maschinenbau und Schiffstechnik Lehrstuhl für Werkstofftechnik

Prof. Dr.-Ing. habil. Marion Merklein

Friedrich Alexander Universität Erlangen-Nürnberg Technische Fakultät Lehrstuhl für Fertigungstechnologie

Abgabe: 16.08.2019, Verteidigung 30.01.2020

https://doi.org/10.18453/rosdok\_id00002634

"Der größte Feind des Wissens ist nicht Unwissenheit,

sondern die Illusion, wissend zu sein."

Stephen Hawking

#### Kurzfassung

Die lokale Kurzzeit-Wärmebehandlung, das Tailor Heat Treatment wurde entwickelt, um die Kaltverformungseigenschaften von Aluminiumwerkstoffen zu verbessern. Durch lokal unterschiedliche mechanische Eigenschaften kann der Materialfluss während einer Kaltumformung verbessert, die kritische Umformzone entlastet und somit die Umformbarkeit erhöht werden. Ausscheidungshärtbare Aluminiumlegierungen erreichen ihre hohen Festigkeiten durch die Bildung fein verteilter Teilchen. Diese festigkeitssteigernden Teilchen können durch eine Wärmebehandlung aufgelöst werden, wodurch die Festigkeit des Werkstoffs reduziert wird. Eine Kurzzeit-Wärmebehandlung mittels Laser bietet die Möglichkeit, eine lokal sehr begrenzte Wärmeeinbringung zu realisieren und somit die festigkeitssteigernden Ausscheidungen örtlich begrenzt aufzulösen und den Werkstoff lokal zu entfestigen. Mit einer lokalen Kurzzeit-Wärmebehandlung können somit gezielt verfestigte und entfestigte Bereiche in einem Halbzeug eingestellt werden, wodurch sich eine nachfolgende Umformung verbessern lässt. Für Blechwerkstoffe ist diese Technik bereits zur Serienreife gebracht worden und sogenannte Tailored Heat Treated Blanks (THTB) werden in der Automobilindustrie eingesetzt. Neben Blechen werden im Automobilbau auch umgeformte Strangpressprofile verwendet, um das Gewicht einzelner Komponenten zu reduzieren. Tailored Heat Treated Profiles (THTP) sind bisher wenig erforscht. Im Rahmen dieser Arbeit werden die mikrostrukturellen Veränderungen während unterschiedlicher Kurzzeit-Wärmebehandlungen der aushärtbaren Legierungen EN AW-6060 T4 sowie EN AW-6082 T4 untersucht. Dafür wird das Auflösungs- und Ausscheidungsverhalten mittels thermischer Analyse durch die Differential Scanning Calorimetry (DSC) über einen und Erwärmgeschwindigkeitsbereich aroßen Temperaturaufgenommen. Die mechanischen Eigenschaften während unterschiedlicher Kurzzeit-Wärmebehandlungen werden mittels thermo-mechanischer Analyse durch Zugversuche bestimmt. Die Veränderungen der mechanischen Eigenschaften werden mit dem Ausscheidungs- und Auflösungsverhalten aus der thermischen Analyse korreliert. Aus diesen Ergebnissen wird ein Wärmebehandlungsprozessfenster für Kurzzeit-Wärmebehandlung zur lokalen Entfestigung der untersuchten Legierungen abgeleitet. Um die mechanischen Eigenschaften während einer Kurzzeit-Wärmebehandlung simulieren zu können, wurde ein neues Materialmodell für ausscheidungshärtbare Aluminiumlegierungen entwickelt, welches die temperaturabhängigen mechanischen Eigenschaften in Abhängigkeit der wesentlichen Wärmebehandlungsparameter berechnet.

#### Abstract

Local short-term heat treatment, e.g. Tailored Heat Treatment, was developed in recent years to improve the cold-forming properties of aluminium alloys. Using locally different mechanical properties, the material flow can be improved during a cold forming, the critical forming zone is relieved, and thus the overall formability can be increased. Precipitation-hardening aluminium alloys achieve their high strength by the formation of finely dispersed particles. These strength-increasing particles can be dissolved by a heat treatment, whereby the strength of the material is reduced. Short-term heat treatment using a laser provides the possibility to realise a local limited heat input and thus a local dissolution of the strength-increasing particles. Using a local short-term heat treatment, it is thus possible to set specifically hardened and softened regions in a semi-finished product, which can be used to improve a subsequent forming process. For sheet materials, this technology has already been brought to serial production and Tailored Heat Treated Blanks (THTB) are used, for example, in the automotive industry. In addition to sheet metal, bent extrusion profiles are used in the automotive industry to reduce the weight of individual components. Tailored Heat Treated Profiles (THTP) have not been widely studied so far. In the scope of this work, microstructural changes during different short-term heat treatments of the age-hardening alloys EN AW-6060 T4 and EN AW-6082 T4 were investigated. For this purpose, the dissolution and precipitation behaviours were recorded through thermal analysis by Differential Scanning Calorimetry (DSC) over a wide range of heating rates and temperatures. The mechanical properties during different short-term heat treatments were determined using thermo-mechanical analysis by tensile tests. The mechanical property changes were correlated with the dissolution and precipitation behaviour from the thermal analysis. From these results, a heat treatment process window for local short-term heat treatment was derived for locally softening the investigated alloys. To simulate the mechanical properties during short-term heat treatment, a new material model was developed for precipitation hardening aluminium alloys, which calculates the temperature-dependent mechanical properties as a function of the substantive heat treatment parameters.

# Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung					
2	Kenntni	sstand	5			
	2.1 Ausscheidungshärten		5			
	2.2 Ausscheidungs- und Auflösungsverhalten von AlMgSi-Legierung		9			
	2.3	Kurzzeitwärmebehandlungen von Aluminiumlegierungen	10			
	2.4	Differential Scanning Calorimetry	12			
	2.4.1	Geräteaufbau	13			
	2.4.2	Direkte DSC-Messungen von Aluminiumlegierungen	15			
	2.4.3	Indirekte DSC-Messungen von Aluminiumlegierungen	17			
	2.5	Wärmebehandlungssimulation von Aluminiumlegierungen	18			
	2.6	Fazit	24			
3	Werksto	ffe und Methoden	26			
	3.1	Werkstoffe	26			
	3.1.1	Aluminiumlegierung EN AW-6060 T4	27			
	3.1.2	Aluminiumlegierung EN AW-6082 T4	28			
	3.2	2 Probenfertigung				
	3.3	Differential Scanning Calorimetry	31			
	3.3.1	Versuchsdurchführung	31			
	3.3.2	Auswertung	34			
	3.3.3	Direkte Messungen	37			
	3.3.4	Indirekte Messungen	39			
	3.4	Thermo-mechanische Analyse	44			
	3.4.1	Abschreck- und Umformdilatometer	44			
	3.4.2	Versuchsdurchführung	45			
	3.4.3	Auswertung	48			
	3.4.4	Untersuchungsumfang	49			

4	Ergebnisse und Diskussion 5					
	4.1	Legierung EN AW-6060 T4	59			
	4.1.1	Ausscheidungs-und Auflösungsreaktionen	59			
	4.1.2	Mechanische Eigenschaften	78			
	4.2	Legierung EN AW-6082 T4	85			
	4.2.1	Ausscheidungs-und Auflösungsreaktionen	85			
	4.2.2	Mechanische Eigenschaften	95			
	4.3	Vergleich der untersuchten Legierungen	104			
5 vo	Thermo∙ n aushärtt	-mechanisches Modell für die Simulation der Kurzzeit-Wärmebehandlu oaren Aluminiumlegierungen	ungen 107			
	5.1	Grundidee des Werkstoffmodells	107			
	5.2	Bestimmung der Umwandlungstemperaturen	109			
	5.3	Berechnung der Fließkurven	111			
	5.4	Phasenumwandlung	115			
	5.5	Validierung des mechanischen Modells	117			
6	Erkennti	nisgewinn für den Prozess des Tailor Heat Treatment	121			
	6.1	Prozessfenster für das Tailor Heat Treatment	121			
	6.2	Prozesskettensimulation	125			
7	Zusamm	nenfassung	127			
I.		Selbständigkeitserklärung				
II.		Literaturverzeichnis				
III.		AbbildungsverzeichnisXI				
IV		Anhang XVII				
V.		Verzeichnis projektbezogener betreuter studentischen Arbeiten XX	<u> </u>			
VI		DanksagungXX				
VI		LebenslaufXXII				

# 1 Einleitung

Das gestiegene Umweltbewusstsein der Kunden sowie gesetzliche Vorgaben führen dazu, dass die Reduzierung der CO<sub>2</sub>-Emissionen im Verkehrsmittelbau ein wesentliches Ziel bei der Entwicklung neuer Modelle ist. Die Gewichtsreduzierung stellt dabei eine effiziente Möglichkeit dar, die notwendige Energie zur Fortbewegung und somit den Treibstoffverbrauch sowie die CO2-Emissionen zu verringern. Eine Gewichtsreduzierung einzelner Komponenten kann durch eine gezielte Materialsubstitution von Werkstoffen mit hoher Dichte, wie Stählen, zu Werkstoffen mit geringer Dichte, wie Aluminiumlegierungen, erreicht werden. Um die Dichte geringe von Aluminiumlegierungen effizient nutzen zu können, muss die Festigkeit von reinem Aluminium erheblich gesteigert werden. Dies kann durch die Zugabe von Legierungselementen und bei ausscheidungshärtbaren Legierungen durch das Ausscheidungshärten erreicht werden. Beim Ausscheidungshärten werden durch eine Wärmebehandlung gezielt fein verteilte Teilchen in der Aluminiummatrix ausgeschieden, die das Versetzungsgleiten und somit die plastische Verformung der Aluminiumlegierungen behindern. Leichtbaustrukturen aus Aluminium, insbesondere ausscheidungshärtende Aluminiumlegierungen wie AlMgSi-Legierungen, werden häufig im Automobilbau verwendet. Dies ist auf das gute Verhältnis von Festigkeit zur Dichte, Korrosionsbeständigkeit und Schweißeignung zurückzuführen. Im Vergleich zu Stahl weisen Aluminiumprofile eine verminderte Kaltumformbarkeit auf und neigen beim Querschnittsverformungen. Biegen kleiner Radien unzulässigen Die 711 Kaltumformbarkeit Aluminiumprofilen kann von durch eine lokale Kurzzeit-Wärmebehandlung zur lokalen Entfestigung des Materials verbessert werden. Durch die gezielte Entfestigung einzelner Bereiche kann der Materialfluss gesteuert, die kritische Umformzone entlastet und somit die Umformbarkeit von Aluminiumwerkstoffen verbessert werden. Für Blechwerkstoffe wurde dies bereits als Tailored Heat Treated Blanks (THTB) realisiert und in der Industrie eingesetzt [1].

Die bisherigen Erkenntnisse aus dem Tailor Heat Treatment der Blechwerkstoffe sollen im Rahmen dieser Arbeit auf stranggepresste Profile erweitert werden. Dabei werden besonders die Auflösungs- und Ausscheidungsreaktionen während der Kurzzeit-Wärmebehandlung mit den resultierenden mechanischen Eigenschaften korreliert. Die Entfestigung des Werkstoffs wird dabei durch die Auflösung der festigkeitssteigernden Teilchen während einer lokalen Kurzzeit-Wärmebehandlung hervorgerufen. Eine Verbesserung der Umformbarkeit kann dabei nur durch eine gezielte Festlegung verfestigter und entfestigter Bereiche erreicht werden. Die Herstellung des maßgeschneiderten Festigkeitslayouts für eine spezielle Umformung des Halbzeugs erfordert ein ganzheitliches Prozessverständnis unter der Berücksichtigung aller relevanten Wärmebehandlungsparameter sowie deren Auswirkungen auf die Werkstoffstruktur und den daraus resultierenden mechanischen Eigenschaften.

Das Auflösungs- und Ausscheidungsverhalten von Teilchen in der Aluminiummatrix kann mit Hilfe der Differential Scanning Calorimetry (DSC) in-situ während der Erwärmung [2] und Abkühlung [3] gemessen werden. Mit der konventionellen DSC kann das Auflösungsund Ausscheidungsverhalten über eine sehr große Bandbreite an Erwärm- und Abkühlgeschwindigkeiten von 10<sup>-4</sup> bis 5 Ks<sup>-1</sup> untersucht werden. Die Erwärm- sowie Abkühlgeschwindigkeiten, die während einer typischen Laser-Kurzzeit-Wärmebehandlung auftreten (einige 10 bis einige 100 Ks<sup>-1</sup>), lassen sich derzeit nicht direkt mit der DSC abbilden. Weiterhin bietet die chipbasierte Differential Fast Scanning Calorimetry (DFSC) die Möglichkeit, Erwärm- und Abkühlgeschwindigkeiten oberhalb von 1000 Ks<sup>-1</sup> zu untersuchen.

Ein wesentliches Ziel der vorliegenden Arbeit besteht darin, die Auflösungs- und Ausscheidungsreaktionen während schneller Erwärmraten von einigen Ks<sup>-1</sup> bis zu einigen 100 Ks<sup>-1</sup> zu messen. Dafür wird eine neuartige indirekte Messmethodik entwickelt, mit der das Auflösungs- und Ausscheidungsverhalten von Aluminiumlegierungen während nahezu beliebiger Wärmebehandlungen kalorimetrisch erfasst werden kann.

Für ein tiefgreifendes Verständnis der ablaufenden Auflösungs- und Ausscheidungsvorgänge werden in dieser Arbeit mit Hilfe der konventionellen sowie der neu entwickelten indirekten DSC Erwärmkurven der Legierungen EN AW-6060 T4 sowie EN AW-6082 T4 mit Raten von 0,01 bis 100 Ks<sup>-1</sup> aufgenommen. Damit werden die

mikrostrukturellen Veränderungen der untersuchten Legierungen in Abhängigkeit der Erwärmrate sowie der Temperatur bestimmt. Diese Daten werden in einem kontinuierlichen Temperatur-Zeit-Auflösungs-Diagramm zusammengefasst.

Die Auswirkungen der Auflösungs- und Ausscheidungsreaktionen auf die mechanischen Eigenschaften werden durch die thermo-mechanische Analyse untersucht. In einem Abschreck- und Umformdilatometer werden dazu während und nach unterschiedlicher Kurzzeit-Wärmebehandlungen Zugversuche durchgeführt. Durch die Kombination der Ergebnisse der thermischen Analyse im DSC sowie der thermo-mechanischen Analyse im Abschreck- und Umformdilatometer können die Veränderungen der mechanischen Eigenschaften während unterschiedlicher Wärmebehandlungen anhand der auftretenden Auflösungs- und Ausscheidungsreaktionen begründet werden. Abschließend wird ein Wärmebehandlungsprozessfenster für die Herstellung von THTP unter Einbeziehung aller relevanten Wärmebehandlungsparameter abgeleitet.

Eine Laser-Kurzzeit-Wärmebehandlung ruft Eigenspannungen und Verzüge in dem Aluminiumprofil hervor, welche einen Einfluss auf den nachfolgenden Umformprozess haben können. Die Eigenspannungen und Verzüge können mit einer Wärmebehandlungssimulation vorhergesagt werden. Derzeit existiert kein Materialmodell, welches die mechanischen Eigenschaften von Aluminiumlegierungen in Abhängigkeit der wesentlichen Wärmebehandlungsparameter (aktuelle Temperatur, vorherige Spitzentemperatur, Erwärm- und Abkühlpfad) darstellen kann. Für die numerische Simulation der Kurzzeit-Wärmebehandlung wird, unter Einbeziehung der durch thermische und thermo-mechanische Analyse experimentell gewonnenen Daten, in dieser Arbeit ein neues Materialmodell entwickelt, welches die mechanischen Eigenschaften in Abhängigkeit der relevanten Wärmebehandlungsparameter beschreibt.

# 2 Kenntnisstand

## 2.1 Ausscheidungshärten

Die Festigkeit von reinem Aluminium ist sehr gering und muss daher für die technische Anwendung erhöht werden. Neben dem Legieren und der Kaltverfestigung kann die Festigkeit durch das Ausscheidungshärten bei Aluminiumwerkstoffen effektiv gesteigert werden. Damit eine Legierung ausscheidungshärtbar ist, ist eine notwendige aber nicht hinreichende Voraussetzung eine beschränkte und mit sinkender Temperatur abnehmende Löslichkeit mindestens einer Legierungskomponente. Das Ausscheidungshärten ist das wichtigste Wärmebehandlungsverfahren zur Festigkeitssteigerung von aushärtbaren Aluminiumlegierungen, siehe Abbildung 1. Ziel dieser Wärmebehandlung ist es, feinverteilte Teilchen in der Aluminiummatrix auszuscheiden und somit das Versetzungsgleiten zu behindern. Dafür sind die Teilschritte Erwärmen, Lösungsglühen, Abschrecken und Auslagern notwendig [4].



Abbildung 1: Wärmebehandlungszyklus des Ausscheidungshärtens sowie schematische Gefügeskizzen bei unterschiedlichen Stadien der Wärmebehandlung in Anlehnung an [5].

Abbildung 1 zeigt einen typischen Temperatur-Zeit-Verlauf beim Ausscheidungshärten sowie schematische Gefügeskizzen zu unterschiedlichen Stadien der Wärmebehandlung. Die Ziele der einzelnen Teilschritte sowie einige wichtige ablaufende Prozesse während dieser Teilschritte sollen folgend kurz dargelegt werden.

#### Erwärmen

Als Ausgangszustand vor dem Ausscheidungshärten können sehr unterschiedliche Gefügezustände vorliegen. Beim Erwärmen werden vorhandene Ausscheidungen vollständig oder teilweise aufgelöst. Es können sich während der Erwärmung weiterhin temperaturabhängig neue Ausscheidungen bilden. In Anlehnung an die Zeit-Temperatur-Austenitisierungs-Diagramme von Stählen wurden kontinuierliche Temperatur-Zeit-Auflösungs-Diagramme von Aluminiumlegierungen entwickelt [2], siehe Kapitel 2.4.2. Ziel des Erwärmens beim Ausscheidungshärten ist es, Ausscheidungen aufzulösen und die Legierungselemente in der Aluminiummatrix zu lösen.

#### Lösungsglühen

Das Ziel des Lösungsglühen ist es Ausscheidungen, die innerhalb der Erwärmung noch nicht aufgelöst wurden, während des Lösungsglühens in Lösung zu bringen und die Legierungselemente homogen im Mischkristall zu verteilen, wie Abbildung 1.1 schematisch zeigt. Das Lösungsglühen sollte bei Knetlegierungen nach Möglichkeit im Einphasengebiet des  $\alpha$ -Mischkristalls der Legierung durchgeführt werden. Die Lösungsglühtemperatur muss dabei so gewählt werden, dass möglichst viele Legierungsbestandteile in Lösung gebracht und homogen verteilt werden können, jedoch darf die Temperatur auch nicht so hoch gewählt werden, dass es zu lokalen Anschmelzungen in geseigerten Bereichen des Gefüges kommt. Das Lösungsglühen sollte daher nicht oberhalb der eutektischen Temperatur des Legierungssystems durchgeführt werden. Je nach Legierung ergeben sich damit unterschiedliche Lösungsglühtemperaturen [5]. Abbildung 2 zeigt das quasibinäre Zustandsdiagramm Al-Mg<sub>2</sub>Si mit dem markierten Einphasengebiet des  $\alpha$ -Mischkristalls und typischen Lösungsglühtemperaturen von AlMgSi-Knetlegierungen [6].

Eine unvollständige Auflösung von Ausscheidungen sowie eine inhomogene Verteilung der Legierungselemente durch eine zu kurze Glühdauer oder zu niedrige Glühtemperatur kann zu einer Reduzierung der erreichbaren Festigkeiten sowie einer erhöhten kritischen Abschreckgeschwindigkeit führen [7]. Aus diesem Grund sind die Lösungsglühparameter für die späteren Werkstoffeigenschaften von besonderer Bedeutung.

6



Abbildung 2: Quasibinäres Zustandsdiagramm Al-Mg<sub>2</sub>Si [8], grau markiert das Einphasengebiet des α-Mischkristalls und typische Lösungsglühtemperaturen von AlMgSi-Knetlegierungen.

#### Abschrecken

Das Abschrecken ist ein kritischer Prozessschritt während des Ausscheidungshärtens. Durch das Abkühlen unterhalb der Solvustemperatur des α-Mischkristalls hat der Werkstoff das Bestreben, eine Sekundärphase auszuscheiden. Die Ausscheidungen, die sich schon während der Abkühlung bilden, sind vergleichsweise grob und tragen somit nur sehr begrenzt zur Festigkeit bei. Gleichzeitig sinkt durch eine vorzeitige Ausscheidungsbildung der Gehalt an gelösten Legierungselementen in der Matrix und damit das Potential der nachfolgenden Ausscheidungsbildung [9]. Das Ziel des Abschreckens ist es daher, den lösungsgeglühten Gefügezustand einzufrieren und einen an Leerstellen und Legierungselementen doppelt übersättigten Mischkristall bei Raumtemperatur zu erhalten. Dazu muss das Abschrecken schnell genug durchgeführt werden, um die Diffusion der Legierungselemente zu unterdrücken und somit eine Ausscheidungsbildung zu verhindern. Eine sehr schnelle Abkühlung führt jedoch durch die Wärmeleitung innerhalb des Werkstoffs zu einer lokal ungleichmäßigen Abkühlung des Werkstücks und begünstigt damit das Entstehen von Eigenspannungen und Verzügen. Aus diesem Grund sollte das Abschrecken nicht unnötig schnell durchgeführt werden. Die Wahl der Abkühlgeschwindigkeit hat somit einen entscheidenden Einfluss auf die späteren Werkstoffeigenschaften. [5]

In Anlehnung an die Temperatur-Zeit-Umwandlungs-Diagramme von Stählen sind kontinuierliche Temperatur-Zeit-Ausscheidungs-Diagramme verschiedener Aluminiumlegierungen veröffentlicht [10–17]. Die kritische Abschreckgeschwindigkeit liegt bei den technischen Legierungen legierungsspezifisch zwischen wenigen 1 Ks<sup>-1</sup> bis zu mehreren 100 Ks<sup>-1</sup>.

#### Auslagern

Nach dem Abschrecken des Werkstoffs erfolgt das Auslagern. Das Auslagern hat das Ziel, feine Ausscheidungen in die Gefügematrix einzubringen und somit das Versetzungsgleiten zu behindern. Das Auslagern kann auf unterschiedliche Weisen durchgeführt werden. Ein wichtiges Auslagerungsverfahren ist das Warmauslagern. Dabei wird der Werkstoff bei erhöhten Temperaturen, für AlMgSi-Legierungen typischerweise zwischen 150 bis 200 °C für einige Stunden gehalten. Durch die erhöhte Temperatur wird eine Diffusion der Legierungselemente ermöglicht, wodurch sich in der Aluminiummatrix Ausscheidungen bilden können. Dabei durchlaufen die unterschiedlichen Legierungssysteme wie AlMgSi [18], AlMgSiCu [19] oder AlZnMgCu [20] unterschiedliche Ausscheidungssequenzen. Die Ausscheidungen wachsen mit steigender Auslagerungsdauer von sehr kleinen Clustern über verschiedene Zwischenstadien bis zu groben Gleichgewichtsphasen, wie Abbildung 1 Stadien 2-4 schematisch zeigen. Durch die Ausscheidungsbildung kommt es mit zunehmender Warmauslagerungsdauer in der Regel zu einer Zunahme der Festigkeit bis zu einem Festigkeitsmaximum. Eine längere Warmauslagerung führt durch die Vergröberung der Ausscheidungen zu einer erneuten Abnahme der Festigkeit. Die Warmauslagerungskinetik ist legierungs- und temperaturabhängig und lässt sich in Auslagerungsdiagrammen darstellen. Das Warmauslagern kann auch mehrstufig bei unterschiedlichen Temperaturen durchgeführt werden. [5]

Eine weitere Variante der Auslagerung ist das Kaltauslagern. Dabei wird der Werkstoff für mehrere Tage bis Wochen bei geringer Temperatur, typischerweise Raumtemperatur, ausgelagert.

Im Rahmen dieser Arbeit werden zwei verschiedene kaltausgehärtete AIMgSi-Knetlegierungen untersucht. Aus diesem Grund soll die Ausscheidungssequenz der AIMgSi-Legierungen nachfolgend genauer betrachtet werden.

# 2.2 Ausscheidungs- und Auflösungsverhalten von AlMgSi-Legierungen

Während der Auslagerung beim Ausscheidungshärten kommt es wie bereits in Kapitel 2.1 beschrieben, zur Ausscheidung unterschiedlicher Teilchen. Die Ausscheidungssequenz für AIMgSi-Legierungen [18] während der Warmauslagerung ist sehr komplex und ist nachfolgend verkürzt angegeben:

$$\alpha_{\text{Übers}} \rightarrow \text{Mg} - \text{Cluster und Si} - \text{Cluster} \rightarrow \text{Mg/Si Co-Cluster} \rightarrow \text{GP-Zonen} \rightarrow \beta^{``} \rightarrow \text{B}^{`} \text{ und } \beta^{``} \text{ oder } \beta^{`} \rightarrow \beta - \text{Mg}_2\text{Si}$$
(1)

Nach dem Abschrecken liegt ein an Legierungselementen und Leerstellen doppelt übersättigter Mischkristall vor [21]. Schon nach kurzer Zeit bilden sich sowohl bei der Warm- als auch bei der Kaltauslagerung Mg- sowie Si-Cluster [22] und nachfolgend Mg/Si Co-Cluster [23]. Anschließend wachsen die Ausscheidungen weiter an und bilden GP-Zonen (Guinier Preston-Zonen) [24]. Die GP-Zonen haben eine Ausdehnung von 1-2 nm [25]. Bei der Kaltauslagerung ist die Ausscheidungssequenz mit der Bildung der GP-Zonen weitestgehend abgeschlossen [5]. Die GP-Zonen stellen für den kaltausgelagerten Zustand die festigkeitssteigernden Ausscheidungen dar. Bei der Warmauslagerung hingegen dienen die GP-Zonen als Keimstellen für die  $\beta$ ``-Ausscheidungen [26]. Die nadelförmigen  $\beta$ ``-Ausscheidungen [27] liefern den höchsten Beitrag zur Festigkeit bei den AlMgSi-Legierungen, haben eine Länge von einigen 10 nm und einen Durchmesser von wenigen nm [28, 29]. Die  $\beta$ ``-Ausscheidungen lösen sich im weiteren Verlauf teilweise auf und wandeln sich zu β`-Ausscheidungen um [30]. Die stäbchenförmigen  $\beta$ `-Ausscheidungen haben eine Länge von einigen 100 nm und einen Durchmesser von wenigen 10 nm [31]. Als Gleichgewichtsphase bildet sich abschließend die plattenförmige Mg2Si-Phase [32]. Die Mg2Si-Platten können Kantenlängen von einige 10 µm erreichen.

Abbildung 3 zeigt ein Auslagerungsdiagramm der Legierung während einer Warmauslagerung bei 180 °C [33]. Es wird deutlich, dass die Härte mit steigender Auslagerungsdauer zunächst ansteigt. Nach wenigen Minuten werden Cluster und GP-Zonen gebildet, was zu einer geringen Härtezunahme führt. Anschließend werden die  $\beta$ ``-Ausscheidungen gebildet. Durch diese Ausscheidungen wird die höchste Festigkeit erreicht. Danach werden  $\beta$ `-Ausscheidungen gebildet. Die Festigkeit sinkt leicht ab. Es kommt zu einer Überalterung. Die Festigkeit infolge der Ausscheidungsbildung der Gleichgewichtsphase  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Si wird weiter reduziert.



Abbildung 3: Auslagerungsdiagramm der Legierung EN AW-6060 nach unterschiedlicher Abkühlung und 24 stündiger Raumtemperaturzwischenlagerung [33].

# 2.3 Kurzzeitwärmebehandlungen von

### Aluminiumlegierungen

Nach dem Ausscheidungshärten können weitere Wärmebehandlungen durchgeführt werden. Bei den Kurzzeit-Wärmebehandlungen beispielsweise kann in eine unerwünschte thermische Beeinflussung, wie beim Schweißen, oder eine erwünschte thermische Beeinflussung, wie beim Rückglühen unterschieden werden.

Beim Schweißen werden in Abhängigkeit vom Abstand zur Schweißnaht verschiedene Spitzentemperaturen mit hohen Erwärm- und Abkühlgeschwindigkeiten erreicht. Durch diese thermische Beeinflussung können gebildete Ausscheidungen, die vorher einen wesentlichen Festigkeitsbeitrag hatten, aufgelöst werden, wodurch es in der Wärmeeinflusszone von ausscheidungsgehärteten Aluminiumlegierungen zu einer entfestigten Zone kommt. Diese Entfestigung ist unerwünscht. [34]

Im Gegensatz zu der unerwünschten Entfestigung kann auch eine Kurzzeit-Wärmebehandlung durchgeführt werden, bei der das Material gezielt entfestigt wird. Diese Kurzzeit-Wärmebehandlung wird als Rückglühen bezeichnet. Beim Rückglühen werden aushärtbare Aluminiumlegierungen durch ein kurzzeitiges Glühen entfestigt. Das Ziel dieser Wärmebehandlung ist die Verbesserung der Umformeigenschaften des Werkstücks mit dem Potential einer anschließenden Festigkeitssteigerung. Die Zeitdauer für eine solche Kurzzeit-Wärmebehandlung liegt typischerweise bei einigen Sekunden Minuten. Während dieser Wärmebehandlung bis zu wenigen werden die festigkeitssteigernden Ausscheidungen aufgelöst, wodurch es zu der gewünschten

Entfestigung des Materials kommt. Die Glühparameter sind dabei stark von der Legierung und dem Ausgangszustand abhängig. [5]

Eine spezielle Form des Rückglühens ist das Tailor Heat Treatment. Im Leichtbau werden bevorzugt hochfeste Werkstoffe eingesetzt. Diese Werkstoffe weisen meist eine verminderte Umformbarkeit auf, wodurch kleine Radien bzw. hohe Umformgerade nicht realisiert werden können [35]. Beim Tailor Heat Treatment werden nur lokale Bereiche des Materials entfestigt, um eine nachfolgende Umformung zu verbessern. Durch diese Technik können über ein Halbzeug verteilt unterschiedliche Werkstoffeigenschaften eingestellt werden. Somit ist es möglich, ein Halbzeug mit angepassten Festigkeitsverteilungen für einen nachfolgenden Umformprozess zu erzeugen [36]. Die mechanischen Eigenschaften können dabei sowohl von Stählen [37], als auch von Aluminiumlegierungen [38] gezielt örtlich angepasst werden.

Um die Werkstoffeigenschaften örtlich gezielt einstellen zu können, ist es wichtig, den Wärmeeinfluss möglichst lokal zu begrenzen. Dies lässt sich durch eine hohe Erwärmgeschwindigkeit sowie eine hohe Abkühlgeschwindigkeit erreichen. Für die Wärmebehandlung bieten sich unterschiedliche Erwärmtechnologien an, wie z.B. eine Erwärmung mittels Laser, Induktion oder Konduktionsplatten [1]. Die örtliche Wärmeeinbringung führt zu großen Temperaturgradienten innerhalb des Materials. In Kombination mit der hohen Wärmeleitfähigkeit von Aluminium führt dies dazu, dass schon in Folge der Selbstabkühlung eine hohe Abkühlgeschwindigkeit erreicht wird. Durch die kurzzeitige Erwärmung des Materials können sich die festigkeitssteigernden Ausscheidungen des Ausgangszustands auflösen. Gleichzeitig kann es durch die erhöhte Temperatur zu einer Verringerung der Versetzungsdichte sowie bei stark umgeformten Werkstoffen zu einer Rekristallisation mit einer Vergröberung der Kornstruktur kommen [39]. Durch diese Vorgänge wird der Werkstoff entfestigt. Durch die Auflösung der Ausscheidungen liegen nach der Kurzzeit-Wärmebehandlung Legierungselemente in gelöster Form im Aluminiummischkristall vor. Diese Legierungselemente können nach der Kurzzeit-Wärmebehandlung und Umformung erneut Ausscheidungen während einer Kalt- oder Warmauslagerung bilden. Daher sollte die Umformung zeitnah nach der Kurzzeit-Wärmebehandlung durchgeführt werden, um das maximale Potential der Entfestigung nutzen zu können [39]. Für Blechwerkstoffe, Tailor Heat Treated Blanks (THTB), hat sich diese Technologie bereits etabliert und wird zum Beispiel für Karosserieteile in der Automobilindustrie eingesetzt [40]. Bei der Entwicklung der THTB hat sich gezeigt, dass die Herausforderungen darin bestehen zum einen die Wärmebehandlungsparameter gezielt einzustellen und zum anderen ein geeignetes Festigkeitslayout für die nachfolgende Umformung zu erstellen. In den meisten Anwendungen sollte sich die entfestigte Zone nicht direkt in der kritischen Umformzone, sondern kurz außerhalb, befinden. Die kritische Umformzone ist charakterisiert durch die höchsten Spannungen oder ein Bauteilversagen während der Umformung, zum Beispiel durch eine unzulässige Materialdünnung oder einem Ausbeulen. Mit Hilfe eines angepassten Festigkeitslayouts wird das Material außerhalb der kritischen Umformzone stärker in die Umformung mit eingebunden. Durch die Entfestigung außerhalb der kritischen Umformzone kann das entfestigte Material während der Umformung in die kritische Umformzone fließen, wodurch eine erhöhte Umformbarkeit erreicht werden kann [39].

Aus bisherigen Untersuchungen ist bekannt, dass der Haupteinflussfaktor für die Entfestigung bei den Blechwerkstoffen die Maximaltemperatur während der Kurzzeit-Wärmebehandlung ist [41]. Die Erwärmgeschwindigkeit und Abkühlgeschwindigkeit haben einen untergeordneten Einfluss auf die Entfestigung des Werkstoffs [1].

Bisherige Untersuchungen zum Tailor Heat Treatment wurden hauptsächlich an Blechwerkstoffen durchgeführt. Stranggepresste Aluminiumprofile werden jedoch auch in großem Umfang in der Industrie eingesetzt und umgeformt. Die Versagensmechanismen beim Umformen von Profilen sind jedoch vielfältig [42]. Um die Umformeigenschaften von stranggepressten Profilwerkstoffen zu verbessern, werden aktuell Tailored Heat Treated Profile (THTP) erforscht.

Die mechanischen Eigenschaften von Aluminiumlegierungen hängen entscheidend vom Ausscheidungszustand ab. Um eine Kurzzeit-Wärmebehandlung zur Einstellung der lokalen mechanischen Eigenschaften zu entwickeln, ist die Kenntnis des Ausscheidungsund Auflösungsverhaltens beim raschen Erwärmen in der Aluminiumlegierung von entscheidender Bedeutung. Dieses Verhalten kann mit der Differential Scanning Calorimetry aufgenommen werden.

# 2.4 Differential Scanning Calorimetry

Die Differential Scanning Calorimetry (DSC) ist eine etablierte Methode, um temperaturabhängige Eigenschaften von verschiedenen Materialien zu messen. Dazu zählen unter anderem die Glasübergangstemperatur von Polymeren, das Kristallisationsund Schmelzverhalten verschiedener Stoffe sowie der Festphasenübergang von Metallen. Mit Hilfe der DSC ist es möglich über eine große Erwärm- und Abkühlratenbandbreite mit einer Probenmasse von wenigen mg bis zu einigen g zu untersuchen. [43]

In der Kalorimetrie werden zugeführte oder abgeführte Wärmemengen gemessen. Ausscheidungsreaktionen in Aluminiumlegierungen verlaufen exotherm. Bei einer exothermen Reaktion wird Energie frei. Auflösungsreaktionen haben hingegen einen endothermen Verlauf. Durch diese Effekte lassen sich Ausscheidungs- und Auflösungsreaktionen in Aluminiumlegierungen kalorimetrisch mit Hilfe der DSC messen.

Der Volumenanteil an Ausscheidungen in den untersuchten Aluminiumlegierungen beträgt nur wenige Prozent. Aus diesem Grund sind die aufzuzeichnenden Messeffekte gering und unterschiedliche DSC-Gerätetypen eignen sich nur für einen begrenzten spezifischen Erwärm- und Abkühlgeschwindigkeitsbereich. Durch die Kombination verschiedener Gerätetypen kann die Bandbreite an untersuchbaren Erwärm- und Abkühlgeschwindigkeiten stark erweitert werden.

### 2.4.1 Geräteaufbau

Der grundsätzliche Aufbau von allen dynamischen Differenzkalorimetern ist sehr ähnlich. Ein Differenzkalorimeter besteht im Wesentlichen aus zwei baugleichen Sensoren, die entweder thermisch oder elektrisch miteinander verbunden sind. Das kennzeichnende Merkmal aller DSC-Messsysteme ist die Zwillingsausführung und die direkte Differenzmessung. Während eines vorgegebenen Temperatur-Zeit-Verlaufs wird entweder die Differenz der zugeführten Leistung in die einzelnen Öfen oder der Wärmestrom zwischen den beiden Messzellen gemessen. Die Ofentemperatur folgt dabei einem vorgegebenen Temperatur-Zeit-Verlauf [44]. Für die Untersuchung einer großen Bandbreite an Erwärmgeschwindigkeiten werden in dieser Arbeit zwei unterschiedliche DSC-Gerätetypen genutzt, deren Aufbau im Folgenden beschrieben wird.

#### Wärmestrom-DSC

Abbildung 4 zeigt den schematischen Aufbau eines Wärmestrom-Kalorimeters des Calvet-Typs. Das Gerät besteht aus zwei zylindrischen Messkammern welche sich in einem Ofen befinden. An der Außenseite der Messkammern befinden sich eine Vielzahl von Thermoelementen, welche die Proben- bzw. Referenzprobentemperatur messen. Eine auftretende Temperaturdifferenz zwischen den beiden Messkammern stellt bei diesem Gerätetyp die primäre Messgröße dar. Die Temperaturdifferenz zwischen der Proben- und der Referenzseite ist dabei proportional zum Reaktionswärmestrom. [45]



Abbildung 4: Schematischer Aufbau eines Wärmestrom-Kalorimeters vom Calvet-Typ: (S) Probenseite, (R) Referenzseite, ( $\Delta$ T) Temperaturdifferenz zwischen Proben- und Referenzseite, (1) Proben- und Referenzprobenkammer, (2) Thermosäulen, (3) Ofen, (4) Ofendeckel [44].

Durch eine exotherme oder endotherme Reaktion in der Probe tritt eine Temperaturdifferenz zwischen der Probenmesskammer und der Referenzmesskammer auf. Mit Hilfe einer Kalibrierfunktion kann aus der auftretenden Temperaturdifferenz die Reaktionswärme der Probe berechnet werden. [45]

#### Leistungskompensiertes DSC

Abbildung 5 zeigt den schematischen Aufbau eines leistungskompensierten Kalorimeters. Der Gerätetyp besteht aus zwei baugleichen thermisch voneinander entkoppelten Platin-Iridium-Mikroöfen, welche sich in einem gekühlten Aluminiumblock befinden. Die Temperatur der Mikroöfen wird über Widerstandsthermometer gemessen. Die Mikroöfen werden über einen Heizdraht erwärmt. Im Gegensatz zum Wärmestrom DSC wird bei den leistungskompensierten Kalorimetern keine Temperaturdifferenz zwischen den beiden Mikroöfen zugelassen. Über einen Regelkreis wird die Temperatur in beiden Öfen kontinuierlich angepasst. Durch eine Erhöhung oder Verringerung der eingebrachten Leistung in einen der Mikroöfen wird eine thermische Asymmetrie zwischen beiden Mikroöfen kompensiert. Die eingebrachte Leistungsdifferenz in beide Mikroöfen stellt für das leistungskompensierte Kalorimeter die primäre Messgröße dar. Die Heizleistungsdifferenz ist proportional zum Wärmestrom der ablaufenden Reaktionen.

Auch während eines Abkühlvorgangs wird eine Heizleistung über die Heizdrähte in die Mikroöfen eingebracht. Eine schnellere Abkühlung wird dabei durch eine reduzierte Leistung in beiden Mikroöfen realisiert. [44]



#### Abbildung 5: Schematischer Aufbau eines leistungskompensierten Kalorimeters: (S) Probenofen mit Probentiegel, (R) Referenzofen mit Referenztiegel, (1) Heizdrähte, (2) Widerstandsthermometer [44].

Durch ablaufende exotherme oder endotherme Reaktionen muss die Heizleistung in einem der Öfen erhöht oder reduziert werden, damit in beiden Öfen die gleiche Temperatur vorliegt. Dieser eingebrachte Leistungsunterschied kann über eine Kalibrierfunktion in die Reaktionswärme der Probe umgerechnet werden. [45]

Die spezifischen Geschwindigkeitsbereiche der Geräte sind für direkte in-situ Aufnahmen von Erwärm- oder Abkühlkurven gültig. Die direkten DSC-Messungen liefern kontinuierliche Informationen über ablaufende Reaktionen während der Messung. Ein Auszug der bisherigen Arbeiten zu direkten DSC-Messungen an Aluminiumlegierungen wird in Kapitel 2.4.2 dargelegt. Trotz der Kombination der verschiedenen verfügbaren DSC-Gerätetypen lassen sich sehr langsame oder sehr schnelle Erwärm- und Abkühlgeschwindigkeiten häufig nicht direkt untersuchen. In den vergangenen Jahren wurden daher verschiedene Methoden entwickelt, die durch indirekte Messungen auf das Umwandlungsverhalten während nicht direkt messbarer Prozesse, schließen lassen. Durch die indirekten Messungen können die untersuchbaren Geschwindigkeitsbereiche erweitert werden. Die bisher entwickelten Methoden zur indirekten DSC-Messung werden in dem Kapitel 2.4.3 erläutert.

### 2.4.2 Direkte DSC-Messungen von

#### Aluminiumlegierungen

Die DSC-Technik hat sich etabliert um die Ausscheidungs- und Auflösungsreaktionen von ausscheidungshärtbaren Aluminiumlegierungen zu untersuchen. Dabei kann durch die Nutzung verschiedener Gerätetypen eine große Bandbreite an Erwärm- und Abkühlgeschwindigkeiten untersucht werden, wie Abbildung 6 anhand der gerätespezifischen Erwärm- und Abkühlgeschwindigkeitsbereiche unterschiedlicher DSC-Gerätetypen zeigt. [43]



Abbildung 6: Erwärm- / Abkühlgeschwindigkeiten unterschiedlicher DSC-Gerätetypen.

#### Temperatur-Zeit-Auflösungs-Diagramme

Aluminiumlegierungen können in unterschiedlichen Ausgangszuständen vorliegen. Während der Erwärmung können Ausscheidungen aufgelöst werden und es können sich neue Ausscheidungen bilden. Dieses Auflösungs- und Ausscheidungsverhalten während unterschiedlicher Erwärmgeschwindigkeiten kann in kontinuierlichen Temperatur-Zeit-Auflösungs-Diagrammen dargestellt werden. OSTEN ET AL. [2] haben dazu umfangreiche verschiedenen AlMgSi-Legierungen Untersuchungen an in unterschiedlichen Ausgangszuständen durchgeführt und haben gezeigt, dass sich die DSC-Technik zur Aufnahme solcher Diagramme über eine relativ große Bandbreite von eignet. Erwärmgeschwindigkeiten Die aufgezeichneten Peaks werden den Ausscheidungen der Ausscheidungssequenz zugeordnet. Der Peak (a) wird als die Bildung von Clustern und GP-Zonen angesehen, welche in Peak (B) wieder aufgelöst werden. Peak (c) wird als die Bildung der  $\beta''$ -Ausscheidungen und der Peak (d) als die Bildung der  $\beta'$ -Ausscheidungen angenommen. Peak (F) wird als die Auflösung der  $\beta''$ β´-Ausscheidungen und angesehen. Der Peak (g) wird der Bildung der Gleichgewichtsphase β-Mg<sub>2</sub>Si zugeordnet, während der Peak (H) als die Auflösung der Gleichgewichtsphase angesehen wird. Abbildung 7 zeigt diese Diagramme für jeweils eine Charge der Legierung EN AW-6005A T4 sowie EN AW-6082 T4.



Abbildung 7: Kontinuierliches Temperatur-Zeit-Auflösungs-Diagramm einer Legierung a) EN AW-6005A T4 sowie einer Legierung b) EN AW-6082 T4 [2].

Aus diesen Diagrammen geht hervor, dass es während einer Erwärmung zu einem ständigen Wechsel von Auflösungs- und Ausscheidungsreaktionen entsprechend der Ausscheidungssequenz kommt. Die festigkeitssteigernden Teilchen werden in Abhängigkeit der Erwärmgeschwindigkeit sowie der Temperatur aufgelöst und andere Teilchen können sich während der Erwärmung ausscheiden. Mit steigenden Erwärmgeschwindigkeiten verschieben sich die Umwandlungstemperaturen zu höheren Werten.

Abbildung 7 zeigt deutlich, dass die konventionelle DSC-Technik bei Erwärmraten von wenigen Ks<sup>-1</sup> eine obere Grenze erreicht. Die konventionelle DSC-Technik ist bisher nicht in der Lage, sehr hohe Erwärmgeschwindigkeiten von einigen 10 bis zu wenigen 100 Ks<sup>-1</sup> abzubilden, welche für technische Prozesse wie z.B. Lasererwärmung eine bedeutende Rolle spielen.

#### 2.4.3 Indirekte DSC-Messungen von

#### Aluminiumlegierungen

SCHUMACHER ET AL. [46] haben eine Methode entwickelt, um die Ausscheidungsenthalpie während extrem langsamer Abkühlungen zu messen. Dazu wird die Enthalpieänderung der Proben nach einem definierten sehr langsamen Abkühlen in einem externen Ofen durch ein Wiedererwärmen in einem konventionellen DSC bestimmt. Die Enthalpieänderung der Wiedererwärmung ist unter bestimmten Randbedingungen mit der Ausscheidungsenthalpie während der Abkühlung gleichzusetzen.

ZOHRABYAN ET AL. [47] haben hingegen sehr schnelle Abkühlvorgänge untersucht. Dabei wurden Proben im Differential Fast Scanning Calorimeter (DFSC) lösungsgeglüht, definiert schnell abgeschreckt und anschließend im gleichen Gerät mit gerätespezifisch optimaler Rate wiedererwärmt. Auch durch diese Messmethode kann unter bestimmten

Randbedingungen die Ausscheidungsenthalpie während der Abkühlung durch das Wiedererwärmen gemessen werden. Mit Hilfe dieser Methode kann die kritische Abkühlgeschwindigkeit für sehr abschreckempfindliche Aluminiumlegierungen bestimmt werden.

Die Information, bei welcher Temperatur eine Ausscheidungsreaktion abläuft, kann aus den oben genannten Ergebnissen jedoch nicht gewonnen werden. Für diese Problematik haben YANG ET AL. [14] aufbauend auf der Messmethodik von ZOHRABYAN eine weitere Messmethodik entwickelt. Dabei werden die Proben im DFSC lösungsgeglüht und anschließend definiert abgekühlt. Der Abkühlvorgang wird bei einer festgelegten Temperatur durch ein anschließendes überkritisches Abschrecken abgebrochen. Anschließend wird die Probe wiedererwärmt, wobei erneut die Enthalpieänderung gemessen werden kann. Die gemessene Enthalpieänderung stammt aus den Ausscheidungsreaktionen von der Lösungsglühtemperatur bis zur Abbruchtemperatur. Diese Messungen werden für eine Vielzahl von unterschiedlichen Abbruchtemperaturen die Entwicklung durchgeführt. Durch der Enthalpieänderung über die Abbruchtemperaturen kann eine Aussage über Start- und Endtemperaturen von Ausscheidungsreaktionen während der nicht direkt messbaren Abkühlung getroffen werden.

Bei der DFSC werden sehr kleine und aufwendig herzustellende Proben genutzt. Die Proben werden daher für mehrere aufeinanderfolgende Wärmebehandlungen verwendet, um einen guten Kontakt zwischen Probe und Sensor herzustellen [48]. Aus diesem Grund ist es mit der DFSC kaum möglich, Erwärmkurven aus dem Ausgangszustand aufzunehmen, wodurch diese Messmethode nicht für die Aufnahme von schnellen Erwärmkurven aus dem Ausgangszustand geeignet ist.

# 2.5 Wärmebehandlungssimulation von Aluminiumlegierungen

Die numerische Wärmebehandlungssimulation hat sich in vielen Bereichen etabliert und wird hauptsächlich genutzt, um eine rechnerische Vorhersage über Prozessergebnisse, wie Temperaturverläufe, Eigenschaften, Eigenspannungen und Verzüge zu treffen. Mit Hilfe der numerischen Simulation kann weiterhin das Prozessverständnis verbessert werden, indem Zwischenzustände, die experimentell nur sehr schwer oder gar nicht messbar sind, simuliert und somit zugänglich gemacht werden können. Gleichzeitig kann der experimentelle Aufwand zur Optimierung von Prozessparametern durch die

numerische Simulation reduziert werden. Für die thermische und strukturmechanische Simulation hat sich die Finite Element Methode (FEM) etabliert. [49]

Wärmebehandlungssimulation ist besonders Modellierung In der die des Stählen [50–54] und Aluminiumlegierungen [55–58] Abschreckverhaltens von Gegenstand zahlreicher Untersuchungen und wird heute für viele industrielle Anwendungen genutzt [59]. Neben der reinen Abschrecksimulation werden die numerischen Verfahren in der Wärmebehandlung auch zur Simulation verschiedener Fertigungsprozesse wie dem Schweißen von Stählen [60] und Aluminiumlegierungen [61] oder dem Induktionshärten [62] genutzt.

Zusätzlich zu der reinen thermischen Simulation umfasst eine vollständige Wärmebehandlungssimulation eine metallurgische und eine mechanische Simulation. Durch eine Berücksichtigung aller drei Simulationsbereiche kann die Temperaturverteilung, das Gefüge sowie die Verformungs- und Spannungsverteilung berechnet werden. Die einzelnen Simulationsbereiche sind über physikalische Wechselwirkungen miteinander gekoppelt, wie Abbildung 8 schematisch zeigt. [54, 55]



# Abbildung 8: Physikalische Bereiche und Wechselwirkungen bei einer Wärmebehandlungssimulation nach REICH [55].

Gefügeumwandlungen können, wie Umwandlungsschaubilder darstellen, durch Temperaturänderungen im Werkstoff hervorgerufen werden, siehe Wechselwirkung (1). Die Gefügeumwandlungen wirken sich durch die entstehenden Umwandlungswärmen wiederum auf den Temperaturverlauf aus (2). Bei einem Temperaturgradienten innerhalb des Werkstoffs hat die thermische Ausdehnung einen Einfluss auf die auftretenden Spannungen und Dehnungen, siehe Wechselwirkung (3a). Die mechanischen Eigenschaften sind stark von der aktuellen Temperatur abhängig (3b). Plastische Dehnungen rufen im Werkstoff eine mechanische Arbeit hervor, die sich wiederum auf den Temperaturhaushalt auswirkt (4). Während einer Gefügeumwandlung kann es zu einer Umwandlungsdehnung kommen. Dies beeinflusst die auftretenden Spannungen und Dehnungen (5a). Die mechanischen Eigenschaften eines Werkstoffs sind neben der Temperatur auch von dem Gefüge abhängig (5b). Im Gegenzug können Spannungen und Dehnungen in metallischen Werkstoffen auch eine Gefügeumwandlung hervorrufen (6). [63]

Eine Simulation, die alle dargestellten physikalischen Wechselwirkungen berücksichtigt, stellt eine große Herausforderung an die Eingabedaten dar. Diese sind im Allgemeinen temperatur- und phasenabhängig und teilweise nur schwer zu bestimmen. Auch die Hardware-Kapazitäten und somit die Rechenleistung zur Lösung der numerischen Simulationen sind begrenzt. Einige der aufgeführten Wechselwirkungen haben nur einen geringen Einfluss auf das finale Simulationsergebnis und können somit in dem Modell vernachlässigt werden.

Welche Wechselwirkungen für eine Wärmebehandlungssimulation relevant sind und berücksichtigt werden müssen, ist zum einen von dem untersuchten Werkstoff und zum anderen von der Art der Wärmebehandlung abhängig. Daher sollte die Bewertung der einzelnen Wechselwirkungen für jede Simulation neu erfolgen. Im Folgenden werden die einzelnen Wechselwirkungen in Bezug auf die Auswirkung bei einer Kurzzeit-Wärmebehandlung einer aushärtbaren Aluminiumlegierung betrachtet.

Mittels DSC kann das Ausscheidungs- und Auflösungsverhalten von Aluminiumlegierungen während einer Erwärmung [2] sowie einer Abkühlung [3] aufgenommen und zu Umwandlungsdiagrammen verarbeitet werden. Diese Diagramme können für die Simulation einer Erwärmung sowie einer Abkühlung nach dem Lösungsglühen als Eingabedaten, Wechselwirkung (1), herangezogen werden.

In der DSC wird die Ausscheidungswärme durch die Gefügeumwandlung gemessen. In zahlreichen Arbeiten wurde gezeigt, dass die Umwandlungswärme von AlMgSi-Legierungen während einer Erwärmung [2] oder Abkühlung [12] nur wenig Jg<sup>-1</sup> beträgt und somit nur einen vernachlässigbaren Anteil am Temperaturverlauf hat. Die Umwandlungswärme, infolge von Ausscheidungsoder Auflösungsreaktionen, Wechselwirkung (2),kann der Wärmebehandlungssimulation in von Aluminiumlegierungen somit vernachlässigt werden.

Die thermische Ausdehnung von metallischen Werkstoffen spielt bei der thermomechanischen Simulation, besonders bei der Simulation der Eigenspannungen und Verzügen eine wichtige Rolle und muss daher berücksichtigt werden (3a). Der thermische Ausdehnungskoeffizient zahlreicher Aluminiumlegierungen ist in der Literatur verfügbar und kann vergleichsweise einfach mit einem Dilatometer bestimmt werden.

Die mechanische Arbeit beim Abschrecken von Aluminiumlegierungen (4) ist sehr gering und hat nur einen schwachen Einfluss auf den Temperaturhaushalt der Wärmebehandlung. Aus diesem Grund kann die Verformungswärme bei der thermischen Simulation vernachlässigt werden. [63]

Anders als bei der Umwandlung von Stählen, bei denen das komplette Gefüge umwandeln kann, ist bei der Ausscheidung oder Auflösung von Teilchen in Aluminiumlegierungen nur ein geringer Anteil des Gefüges beteiligt. Die Volumenänderungen durch diese Ausscheidungs- und Auflösungsreaktionen sind gerade bei vergleichsweise niedrig legierten AlMgSi-Legierungen sehr gering und nur sehr schwer messbar [64–66]. Die Umwandlungsdehnung, Wechselwirkung (5a), kann für die beiden untersuchten Legierungen als sehr gering eingeschätzt werden und kann somit in der thermo-mechanischen Simulation vernachlässigt werden.

Zug- oder Druckspannungen können die Martensitbildung in Stählen unterstützen oder hemmen [67]. Die Ausscheidungsbildung von Teilchen ist bei Aluminiumlegierungen hingegen nur schwach vom Spannungszustand abhängig. OSTEN ET AL. [68] konnten zeigen, dass das Ausscheidungsverhalten der Legierung EN AW-2024 bei einer überlagerten elastischen Verformung während der Abkühlung unbeeinflusst ist und eine überlagerte plastische Verformung nur einen schwachen Einfluss auf die Ausscheidungsbildung hat. Die mechanisch induzierte Umwandlungsbildung (6) kann demnach in der Wärmebehandlungssimulation von Aluminiumlegierungen vernachlässigt werden.

Die mechanischen Eigenschaften eines metallischen Werkstoffs sind stark von der aktuellen Temperatur (3b) und dem vorliegenden Gefüge (5b) abhängig. Eine Berücksichtigung der temperatur- und gefügeabhängigen mechanischen Eigenschaften ist für eine thermo-mechanische Wärmebehandlungssimulation notwendig [69].

Für die Simulation einer Kurzzeit-Wärmebehandlung von Aluminiumlegierungen kann das Berechnungsschema der verschiedenen Simulationsbereiche wie in Abbildung 9 reduziert werden. In der vorliegenden Arbeit werden vor allem die Wechselwirkungen (1) und (3b/5b) thematisiert.



# Abbildung 9: Physikalische Simulationsbereiche und erforderliche Wechselwirkungen bei einer Kurzzeit-Wärmebehandlung von Aluminiumlegierungen.

Um die mechanischen Eigenschaften eines Materials zu simulieren, können grundsätzlich zwei verschiedene Ansätze zur Modellbildung genutzt werden. Zum einen die empirischen und zum anderen die physikalisch-basierten Modelle.

Phänomenologische Modellansätze definieren die mechanischen Eigenschaften wie Dehngrenze und Zugfestigkeit vereinfachend in Abhängigkeit der beeinflussenden Prozessparameter. Die Parameter für solche Ansätze werden anhand von experimentellen Daten angepasst und verglichen. Nachteil dieser Ansätze ist, dass diese Modelle keine Allgemeingültigkeit aufweisen und nur für den untersuchten Parameterraum, wie Anfangsbedingungen, Glühtemperatur oder ähnliches gültig sind. Die physikalischen Mechanismen in dem Gefüge werden bei diesen Ansätzen nicht berücksichtigt. [70]

Physikalisch basierte Modellansätze beschreiben das Materialverhalten durch physikalische Zusammenhänge auf mikrostruktureller Ebene. Aus diesen theoretischen Zusammenhängen kann das Materialverhalten und damit die Fließspannungen, abgeleitet werden [71]. Die Fließspannung wird dabei aus der mikroskopischen Betrachtungsweise, etwa der Versetzungssimulation [72, 73] abgeleitet. Die physikalischen Modelle scheinen derzeit, für eine ingenieurmäßige Beschreibung des Materialverhaltens während einer Wärmebehandlungssimulation, als zu aufwendig in Bezug auf die Modellierung und die Hardwareressourcen. Aus diesem Grund wird ein phänomenologisches Materialmodell zur Beschreibung der mechanischen Eigenschaften in Abhängigkeit der Prozessparameter als zweckmäßig angesehen.

Für Aluminiumlegierungen wurden einige Materialmodelle entwickelt. Diese sind jedoch nicht für eine Wärmebehandlungssimulation [74, 75] oder nur für spezielle Teilbereiche, wie die Abschrecksimulation [55, 58] oder eine Auslagerungssimulation [76, 77], konzipiert. Das Abschrecken von Aluminiumlegierungen beim Ausscheidungshärten hat das Ziel, Ausscheidungsreaktionen während der Abkühlung zu unterdrücken. Daher kann für eine Simulation der Eigenspannungen und Verzüge in der Abschrecksimulation bei Abkühlgeschwindigkeit die Ausscheidungsbildung einer ausreichend hohen vernachlässigt werden. In vielen Materialmodellen von Aluminiumlegierungen für das Abschrecken wurden daher keine Gefügeumwandlungen berücksichtigt. Bei der Kurzzeit-Wärmebehandlung sollen jedoch Ausscheidungen aufgelöst werden, um einige Bereiche gezielt zu entfestigen. Eine Berücksichtigung der Gefügeumwandlung ist daher für die Simulation einer Kurzzeit-Wärmebehandlung von zentraler Bedeutung.

Die Fertigung von Tailor Heat Treated Bauteilen besteht aus zwei wesentlichen Fertigungsschritten. Zum einen der Kurzzeit-Wärmebehandlung zur Einstellung gradienter Werkstoffeigenschaften und zum anderen dem nachfolgendem Umformprozess. Die bisherigen Materialmodelle zur Simulation von Tailor Heat Treated Halbzeugen wurden ausschließlich für die Abbildung des Umformprozesses entwickelt.

GEIGER ET AL. [41] haben ein phänomenologisches Fließkurven-Modell speziell für das Tiefziehen nach einem Tailor Heat Treatment der Legierung EN AW-6016 T4 entwickelt. Dieses Materialmodell stellt die mechanischen Eigenschaften auf Raumtemperatur in Abhängigkeit der Maximaltemperatur, die während der Kurzzeit-Wärmebehandlung erreicht wurde, bereit. Die mechanischen Eigenschaften können einzelnen Bereichen, entweder nach einer rein thermischen Simulation oder auf Grundlage von experimentellen Daten, in Abhängigkeit der Maximaltemperatur zugeordnet werden. Mit diesem Modell können die unterschiedlichen Festigkeitsbereiche für eine nachfolgende Umformsimulation bereitgestellt werden. Die mechanischen Eigenschaften können dabei nur auf Raumtemperatur, also nach der Wärmebehandlung, angegeben werden.

KAHRIMANIDIS ET AL. [40] haben diesen Ansatz aufgenommen und das Materialmodell um die Auslagerungsdauer nach einer Wärmebehandlung erweitert. Zwischen einer Kurzzeit-Wärmebehandlung und dem Umformprozess kann eine gewisse Zeitspanne liegen. In dieser Zeit können sich die entfestigten Bereiche erneut verfestigen. Das Materialmodell von Geiger wurde daher um die Dimension der Zwischenauslagerungsdauer erweitert, um diesen Einfluss in der Umformsimulation zu berücksichtigen. In beiden vorgestellten Materialmodellen werden die mechanischen Eigenschaften auf Raumtemperatur in Abhängigkeit der erreichten Maximaltemperatur der Kurzzeit-Wärmebehandlung bereitgestellt. Die mechanischen Eigenschaften während der Kurzzeit-Wärmebehandlung können die Materialmodelle jedoch nicht liefern. Zur Simulation der Eigenspannungen und Verzüge, die während der Kurzzeit-Wärmebehandlung entstehen, ist jedoch ein Materialmodell erforderlich, welches in Abhängigkeit der Maximaltemperatur sowie der aktuellen Temperatur die zugehörigen Fließkurven berechnet und bei der Erwärmung andere Fließkurven bereitstellt als bei der Abkühlung.

Der Temperatur-Zeit-Verlauf in der Wärmeeinflusszone beim Schweißen ist mit dem einer Kurzzeit-Wärmebehandlung zur Herstellung von THTP vergleichbar. Die Schweißsimulation von aushärtbaren Aluminiumlegierungen stellt daher ähnliche Anforderungen an das Materialmodell wie für die THTP. STRIEWE ET AL. [78] haben für eine Legierung ähnlich einer EN AW-6082, Fließkurven für verschiedene Spitzentemperaturen sowie für verschiedene Temperaturen auf dem Abkühlpfad der Maximaltemperatur von 550 °C in der Software Simufact.welding implementiert. Temperaturabhängige Fließkurven nach verschiedenen Maximaltemperaturen auf dem Abkühlpfad wurden in diesem Materialmodell nicht implementiert.

### 2.6 Fazit

Die Kurzzeit-Wärmebehandlung stellt einen entscheidenden Prozessschritt beim Tailor Heat Treatment (THTB/THTP) dar. Bisher wurden die Wärmebehandlungsparameter überwiegend empirisch auf Grundlage mechanischer Eigenschaften nach der Wärmebehandlung definiert. Ein wesentliches Ziel dieser Arbeit ist es daher, den Einfluss der Kurzzeit-Wärmebehandlung auf die Phasenumwandlungen und deren Korrelation mit den mechanischen Eigenschaften zu charakterisieren.

Für die Charakterisierung der Phasenumwandlungen wird die thermische Analyse mittels DSC genutzt. In Abschnitt 2.4 wurde gezeigt, dass die DSC eine geeignete Technik darstellt, das Auflösungs- und Ausscheidungsverhalten von Aluminiumlegierungen über eine relativ große Bandbreite an Erwärm- und Abkühlgeschwindigkeiten aufzunehmen. Die konventionelle DSC ist derzeit jedoch auf maximale Erwärm- und Abkühlraten von 5 Ks<sup>-1</sup> limitiert. Die DFSC ermöglicht hingegen die Messungen sehr hoher Erwärmraten von mindestens 1000 Ks<sup>-1</sup>. Ein wesentliches Ziel dieser Arbeit ist es daher, eine Messmethodik zu entwickeln, die es ermöglicht, Informationen über das Auflösungs- und

Ausscheidungsverhalten von Aluminiumlegierungen während hoher Erwärmraten von einigen Ks<sup>-1</sup> bis zu wenigen 100 Ks<sup>-1</sup> zu erhalten, um somit die mikrostrukturellen Veränderungen während einer Kurzzeit-Wärmebehandlung abbilden zu können.

Perspektivisch soll die Kurzzeit-Wärmebehandlung von Aluminium-THTP durch eine numerische Simulation abgebildet werden. Mit den derzeitig verfügbaren mechanischen Materialmodellen ist es weder möglich beim Erwärmen und Abkühlen unterschiedliche mechanische Eigenschaften zu hinterlegen, noch eine Abhängigkeit der mechanischen Eigenschaften von der zuvor auftretenden Maximaltemperatur zu beschreiben. Um das Tailor Heat Treatment simulieren zu können, wird im Rahmen dieser Arbeit ein neues mechanisches Materialmodell entwickelt, welches temperaturabhängige Fließkurven auf dem Erwärmpfad sowie Fließkurven in Abhängigkeit der erreichten Maximaltemperatur sowie der aktuellen Temperatur auf dem Abkühlpfad bereitstellt.

# **3** Werkstoffe und Methoden

In den folgenden Kapiteln werden die beiden untersuchten Aluminiumlegierungen vorgestellt. Weiterhin werden die verwendeten Untersuchungsmethoden in ihrem Aufbau, der Anwendung und der Auswertung der erlangten Daten dargelegt. Zu den einzelnen Untersuchungsmethoden werden die durchgeführten Messserien erläutert und die wichtigsten Parameter angegeben.

# 3.1 Werkstoffe

Untersucht wurden die beiden Aluminiumlegierungen EN AW-6060 sowie EN AW-6082 im kaltausgelagerten Zustand T4. Die chemische Zusammensetzung der beiden Legierungen wurde mittels optischer Emissionsspektrometrie (OES) bestimmt und ist in Tabelle 1 mit den zugehörigen Normbereichen angegeben. Die untersuchten Legierungen sind dem ausscheidungshärtbaren Legierungssystem AlMgSi zuzuordnen. Die Legierung EN AW-6060 ist in diesem Legierungssystem niedrig legiert, während die EN AW-6082 als hochlegiert einzustufen ist.

OES Analysa	Legierungselementanteile in Ma%								
OES-Analyse	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn		
EN AW-6060	0,40	0,22	0,07	0,14	0,56	0,02	0,02		
DIN EN 573-3	0,3-0,6	0,1-0,3	<0,10	<0,10	0,35-0,6	<0,05	0,15		
EN AW-6082	0,94	0,19	0,05	0,58	0,76	0,08	0,20		
DIN EN 573-3	0,7-1,3	<0,5	<0,1	0,4-1,0	0,6-1,2	<0,25	<0,2		

Tabelle 1: Hauptlegierungselemente der untersuchten Werkstoffe.
#### 3.1.1 Aluminiumlegierung EN AW-6060 T4

Die untersuchte Charge der Aluminiumlegierung EN AW-6060 T4 hat zu Beginn des Untersuchungszeitraumes eine Härte im Ausgangszustand von 52 HV1, was einem typischen Wert dieser Legierung im kaltausgelagerten Zustand entspricht [79]. Wie aus Tabelle 1 hervorgeht, weist die untersuchte Charge der Legierung EN AW-6060 T4 innerhalb des Legierungsbereichs einen mittleren Siliziumgehalt und einen vergleichsweise hohen Magnesiumgehalt auf. Der Mangangehalt liegt leicht oberhalb der angegebenen Normtoleranz. Abbildung 10 zeigt eine metallografische Gefügeaufnahme der Legierung EN AW-6060 T4 im Ausgangszustand nach einer Ätzung nach WECK. Es sind die Korngrenzen sowie einige grobe Primärausscheidungen zu erkennen.



# Abbildung 10: Metallografische Aufnahme der Legierung EN AW-6060 T4 nach einer Ätzung nach WECK.

Das Material lag als stranggepresstes quadratisches Vierkantprofil mit, einer Außenkantenlänge von 20 mm und einer Wandstärke von 2 mm vor, wie Abbildung 11 zeigt. Zur Handhabbarkeit der Profile wurden diese auf eine Länge von ca. 400 mm getrennt. Die Profile wurden bei Raumtemperatur gelagert. Durch diese Lagerung wurde 80 Nmm<sup>-2</sup> ein Anstieg der Dehngrenze von zu 104 Nmm<sup>-2</sup> über den Untersuchungszeitraum von zwei Jahren festgestellt.



Abbildung 11: Untersuchtes Extrusionsprofil der Legierung EN AW-6060.

#### 3.1.2 Aluminiumlegierung EN AW-6082 T4

Die untersuchte Charge der Aluminiumlegierung EN AW-6082 T4 weist eine Ausgangshärte von 82 HV1 und somit eine typische Härte für den kaltausgelagerten Zustand dieser Legierung auf [79]. Aus Tabelle 1 geht hervor, dass die untersuchte Charge im mittleren Bereich der möglichen Legierungszusammensetzung liegt. Im Vergleich zu der untersuchten Legierung EN AW-6060 T4 weist die Legierung EN AW-6082 T4 einen deutlich höheren Gehalt der Hauptlegierungselemente Si und Mg auf. Abbildung 12 zeigt eine metallografische Gefügeaufnahme der Legierung EN AW-6082 im Ausgangszustand nach einer Ätzung nach WECK. Es ist eine Kornstruktur erkennbar sowie kleinere Ausscheidungen.



Abbildung 12: Metallografische Aufnahme der Legierung EN AW-6082 T4 nach einer Ätzung nach WECK.

Das Material lag als stranggepresstes quadratisches Vierkantprofil mit, einer Außenkantenlänge von 40 mm und einer Wandstärke von 3 mm vor. Zur Handhabbarkeit der Profile wurden diese auf eine Länge von ca. 500 mm getrennt. Während der Untersuchungen an der Legierung EN AW-6060 T4 konnte ein unerwünschter

Festigkeitsanstieg durch die fortschreitende Kaltauslagerung über den Untersuchungszeitraum festgestellt werden. Um eine Veränderung bei der Legierung EN AW-6082 T4 zu vermeiden, wurden die Profile über den aesamten Untersuchungszeitraum von zwei Jahren in einer Tiefkühltruhe bei ca. -20 °C gelagert, wodurch ein Festigkeitsanstieg über den Untersuchungszeitraum von zwei Jahren nachweislich verhindert werden konnte.



Abbildung 13: Untersuchtes Extrusionsprofil der Legierung EN AW-6082.

### 3.2 Probenfertigung

In dieser Arbeit wurden hauptsächlich zylindrische Proben für die thermische sowie Flachzugproben für die thermo-mechanischen Untersuchungen verwendet. Auf die genauen Probenabmessungen wird in den folgenden Kapiteln eingegangen. Die untersuchten Legierungen lagen im kaltausgelagerten Zustand vor. Um diesen auch nach der Probenfertigung zu erhalten, darf der Werkstoff während der Probenfertigung eine kritische Temperatur nicht überschreiten, da es sonst zu einer Auflösung der festigkeitssteigernden Ausscheidungen der Kaltauslagerung, oder einem beginnenden Warmauslagern kommen könnte. Mit den durchgeführten DSC-Messungen konnte festgestellt werden, dass die Werkstoffe unter 100 °C keine signifikanten Veränderungen des Ausscheidungszustandes zeigen, siehe Kapitel 4. Als kritische Temperatur für die Probenfertigung wurde somit 100 °C festgelegt. Diese Temperatur darf auch kurzzeitig nicht überschritten werden.

Als konventionelles Fertigungsverfahren für die verwendeten Proben stehen spanende Fertigungsverfahren wie das Drehen und Fräsen zur Verfügung. Bei diesen Fertigungsverfahren kann eine hohe Oberflächenqualität sowie eine hohe Maß- und Formgenauigkeit erreicht werden. Jedoch besteht die Gefahr, dass sich das Werkstück während der Fertigung kurzzeitig erwärmt und somit der Ausscheidungszustand des Materials verändert wird. Um die Erwärmung für den konkreten Fall beurteilen zu können, wurde in Vorversuchen ein Profil mit einem Thermoelement bestückt. Damit wurde die Temperatur in einem Abstand von 1,5 mm zur spanenden Fertigung einer Flachzugprobe gemessen, wie Abbildung 14 schematisch zeigt.



#### Abbildung 14: Schematischer Aufbau zur Temperaturmessung bei der spanenden Fertigung.

Abbildung 15 zeigt den Temperatur-Zeit-Verlauf beim Fräsen einer Flachzugprobe aus einer Fläche des Profils. Der Fräskopf hat bei der Fertigung vier Mal das Thermoelement in einem Abstand von ca. 1,5 mm passiert. Es wird deutlich, dass es durch den Fräsprozess zu keiner kritischen Temperaturerhöhung im Werkstoff kommt. Dies wird durch einen hohen Volumenstrom an Kühlschmiermittel während der Fertigung gewährleistet. Durch diese Vorversuche konnte gezeigt werden, dass die spanende Fertigung unter der Zuhilfenahme eines Kühlschmiermittels für die Probenherstellung geeignet ist.



#### Abbildung 15: Zeit Temperatur-Verlauf beim Ausfräsen einer Flachzugprobe aus einer Profilseite.

Die zylindrischen Proben wurden für alle Untersuchungen im ersten Schritt aus dem Profil gefräst und im folgenden Schritt auf die endgültigen Abmessungen gedreht.

Für die Flachzugproben wurde alternativ das Drahterodieren genutzt. Auch dieses Fertigungsverfahren wird als thermisch neutral angesehen [80]. Somit eignet sich dieses Verfahren dafür, die Flachzugproben präzise in hoher Stückzahl herzustellen ohne dabei den Ausgangszustand zu verändern.

### 3.3 Differential Scanning Calorimetry

Die Differential Scanning Calorimetry (DSC) wurde für zwei wesentliche Untersuchungsbereiche dieser Arbeit verwendet. Zum einen wurden direkt kalorimetrische Erwärmkurven über einen großen Erwärmgeschwindigkeitsbereich aufgenommen und zum anderen wurde im Rahmen dieser Arbeit eine neuartige indirekte Messmethodik entwickelt, mit der durch Wiedererwärmversuche im DSC Informationen über die ablaufenden Ausscheidungs- und Auflösungsreaktionen bei vorherigen deutlich höheren Erwärmgeschwindigkeiten gewonnen werden können.

#### 3.3.1 Versuchsdurchführung

Die direkten Erwärmversuche wurden in zwei unterschiedlichen Gerätetypen realisiert, um die große Bandbreite an Erwärmgeschwindigkeiten von 0,01 bis zu 5 Ks<sup>-1</sup> untersuchen zu können.

Die geringen Erwärmgeschwindigkeiten von 0,01 bis zu 0,1 Ks<sup>-1</sup> wurden in den Wärmestrom-Kalorimetern Setaram SenSys und Setaram S121 durchgeführt. Die beiden verwendeten Geräte ähneln sich in den Leistungsdaten und verfügen auch über einen baugleichen Messblock. Bei den Geräten handelt es sich lediglich um unterschiedliche Gerätegenerationen. Für diese Geräte sind üblicherweise zylindrische Proben mit einer Höhe von 9 mm oder 21,65 mm und einem Durchmesser von 6,0 mm vorgesehen. Diese Proben werden in Reinaluminiumtiegel gelegt, um einen direkten Kontakt der Probe mit der Messzelle zu vermeiden und den Einfluss unterschiedlicher Oberflächeneigenschaften und somit Strahlungseigenschaften, die bei höherer Temperatur relevant werden, zwischen Probe und Referenz zu vermeiden.

Diese Probengeometrien konnten durch die vergleichsweise geringe Wandstärke der untersuchten Strangpressprofile von 2 bzw. 3 mm nicht gefertigt werden. OSTEN ET AL. [2] haben jedoch gezeigt, dass gestapelte Proben die gleichen Ergebnisse liefern, wie massive Proben. Aus diesem Grund wurden in den Wärmestromkalorimetern einzelne Proben mit einem Durchmesser von 6,0 mm und einer Höhe von 2 mm bei der Legierung EN AW-6060 verwendet. Davon wurden jeweils fünf einzelne Proben in einem Tiegel gestapelt, siehe Abbildung 16. Die Gesamtmasse der gestapelten Proben beträgt dabei etwa 750 mg.

Die einzelnen Proben der Legierung EN AW-6082 haben ebenfalls einen Durchmesser von 6,0 mm sowie eine Höhe von 2,1 mm. Von diesen Proben wurden jeweils zehn einzelne Proben gestapelt und in zwei Reinaluminiumtiegel verpackt, wie Abbildung 16 schematisch zeigt. Die gestapelten Proben habe eine Gesamtmasse von ca. 1580 mg Als Referenzproben wurden gestapelte Reinstaluminiumproben aus Al5N5 (99,9995 % Reinheit) gleicher Geometrie verwendet. Die verpackten Proben wurden mit einem Schubstab liegend in die Messzelle geschoben. Durch einen Anschlag an dem Schubstab wurde gewährleistet, dass die Proben alle an der identischen Position im DSC platziert wurden.



# Abbildung 16: Schematischer Probenaufbau für die Verwendung in den genutzten Wärmestromkalorimetern.

Ein isothermes Halten von 5 min ist vor sowie nach dem Erwärmsegment notwendig damit das Gerät ein thermisches Gleichgewicht erreicht und die Messungen frei von Störsignalen sind.

Die direkten Messungen mit höheren Erwärmgeschwindigkeiten von 0,3 bis 5 Ks<sup>-1</sup> sowie alle Wiedererwärmversuche für die indirekte DSC wurden in den leistungskompensierten Kalorimetern PerkinElmer Pyris Diamond und PerkinElmer 8500 durchgeführt. Für diesen Gerätetyp haben die Proben einen Durchmesser von 6,4 mm und eine Höhe von 1 mm. Auch diese Proben werden in einen Reinaluminiumtiegel gelegt und mit einem Reinaluminiumdeckel abgedeckt, wie Abbildung 17 schematisch zeigt. Die Proben haben eine Masse von ca. 80 mg. Auch bei diesen Messungen wurde als Referenzprobe Reinstaluminium Al5N5 gleicher Geometrie verwendet. Bei diesem Gerätetyp ist ein isothermes Halten von 2 min vor und nach dem Erwärmsegment notwendig, damit das Gerät einen thermischen Gleichgewichtszustand erreicht.



# Abbildung 17: Schematischer Probenaufbau für die Verwendung in den genutzten leistungskompensierten Kalorimetern.

Die in den Reinaluminiumtiegel verpackten Proben wurden mittels Pinzette mittig in dem Mikroofen positioniert. Eine außermittige Positionierung würde zu einem unsymmetrischen Wärmeabfluss führen und somit eine Verkrümmung des Messsignals verursachen. Die Mikroöfen wurden mittels Platin-Deckel abgedeckt. Die Ausrichtung dieser Deckel wurde durch Markierungen zwischen den einzelnen Messungen möglichst reproduzierbar gehalten.

Vor den Messungen wurden die Messgeräte präzise auf den Wärmestrom [81] und die Temperatur [82] justiert und kalibriert. Die Ableitung von Wärmebehandlungsparametern bei hohen Erwärmgeschwindigkeiten ist ein grundlegendes Ziel dieser Arbeit. Daher ist eine genaue Kenntnis der Temperaturbereiche, in denen einzelne Reaktionen ablaufen von besonderem Interesse. Die Temperatur während einer Messung wird in den leistungskompensierten Kalorimetern in den Mikroöfen mittels Thermoelement gemessen und reguliert, wie in Kapitel 2.4.1 beschrieben wurde. Dennoch kommt es bei sehr schnellen Erwärmvorgängen zu einer thermischen Verzögerung des Messsystems. Aus diesem Grund ist es wichtig, die Temperaturkalibrierung mit unterschiedlichen Reinmetallen für verschiedene Erwärmraten durchzuführen, um die thermische Verzögerung des Messsystems aus den Messdaten herausrechnen zu können. [83]

Die aufgenommenen Messkurven weisen in den Rohdaten eine Verkrümmung auf und können somit ohne eine weitere Verarbeitung nicht interpretiert werden. Durch den sehr präzisen Aufbau der Messgeräte kann sich die Grundkrümmung der Messkurven zeitlich leicht verändern. Diese Grundkrümmung ist gerätespezifisch und kann sich z.B. durch leicht unterschiedliche Wärmekapazitäten der Mikroöfen, Probenpositionierung, Positionierung und Form der Ofendeckel oder veränderliche Umgebungsbedingungen geringfügig ändern. Durch die Aufnahme einer Basislinie kann diese gerätespezifische Kurvenverkrümmung weitestgehend aus den Messdaten eliminiert werden. Bei der Aufnahme einer Basislinie werden in beide Mikroöfen oder Messzellen inerte Reinstaluminiumreferenzen (AL5N5: 99,9995 % Reinheit) platziert. Mit dieser Konfiguration wird das gleiche Messprogramm wie bei einer Probenmessung durchgeführt. Das Messergebnis stellt die gerätespezifische Kurvenverkrümmung dar. Diese Verkrümmung der Messkurven kann sich gerade bei den leistungskompensierten Kalorimetern innerhalb weniger Stunden leicht verändern. Aus diesem Grund ist es wichtig, für jede Probenmessung eine zeitnah aufgenommene Basislinienmessung durchzuführen. Um sowohl den Messaufwand möglichst gering zu halten und trotzdem keine Abstriche bei der Messqualität machen zu müssen, wurde der Messplan Probenmessung – Basislinienmessung – Probenmessung gewählt. Somit ist gewährleistet, dass es zu jeder Probenmessung eine zeitnah aufgenommene Basislinienmessung gibt. Gleichzeitig können mit einer Basislinienmessung zwei Probenmessungen ausgewertet werden.

Vor der Messung in den Kalorimetern wurden alle Proben mit Ethanol in einem Ultraschallbad gereinigt. Die gereinigten Proben wurden anschließend auf der Waage Sartorius micro M 500 P oder Sartorius Cubis MSE Mikrowaage mit einer Auflösung von 0,001 mg abgewogen.

#### 3.3.2 Auswertung

Die Basis für präzise Messergebnisse stellen gute Rohmessdaten dar. Als Messdaten wird der Wärmestrom in Abhängigkeit von der Zeit oder der Temperatur exportiert, wie Abbildung 18 A schematisch zeigt.

Die Ergebnisse der Probenmessung (schwarz) zeigen eine gerätespezifische Kurvenverkrümmung, wie Abbildung 18 A darstellt. Diese gerätespezifische Krümmung kann durch die Subtraktion der Basislinie (rot) von der Probenmessung aus den Messdaten eliminiert werden, wie Abbildung 18 B zeigt. Durch eine Änderung der Scanrate, wie z.B. beim Wechsel vom isothermen Halten zum Erwärmen, kommt es durch die Trägheit des Messsystems zu Einschwingpeaks. Diese Peaks resultieren aus dem Messsystem und dürfen nicht als Reaktionen der Probe fehlinterpretiert werden. Aus diesem Grund werden diese Peaks aus den Messdaten entfernt. Die Peakgröße der einzelnen Reaktionen ist in den Rohmessdaten bei den DSC-Messungen zum einen von der Intensität der ablaufenden Reaktionen und zum anderen von der Probenmasse sowie der Scanrate abhängig. Ein Ziel dieser Arbeit ist es, den Verlauf der Reaktionsintensität über eine große Bandbreite an Erwärmgeschwindigkeiten aufnehmen zu können. Aus



Abbildung 18: Auswerteroutine der DSC-Daten am Beispiel der Legierung EN AW-6082 T4 mit einer Erwärmrate von 1 Ks<sup>-1</sup>: (A) Rohmessdaten; (B) Subtraktion von Proben- und Basislinienmessung; (C) normierte Messdaten; (D) aufbereitete Messdaten.

diesem Grund ist es notwendig, die Messergebnisse verschiedener Erwärmgeschwindigkeiten sowie Probengeometrien vergleichen zu können. Dazu werden alle Messergebnisse mit Gleichung (2) auf die spezifische Exzesswärmekapazität normiert [44]. Abbildung 18 C zeigt die normierte Messkurve.

$$C_{p_{excess}} = \frac{\dot{Q}_S - \dot{Q}_{Bl}}{m_S \cdot \beta} \text{ in Jg}^{-1} \text{K}^{-1}$$
(2)

*C*<sub>*p*<sub>excess</sub>: spezifische Exzesswärmekapazität</sub>

- $\dot{Q}_{s}$ : Wärmestrom der Probenmessung
- $\dot{Q}_{Bl}$ : Wärmestrom der Basislinienmessung
- *m<sub>s</sub>*: Probenmasse
- $\beta$ : Scanrate

Neben der gerätespezifischen Kurvenverkrümmung kommt es bei jeder Messung zu einer weiteren Verkrümmung der Messkurven. Diese kann zum Beispiel durch unterschiedliche Probenpositionierung oder leicht veränderte Umgebungsbedingungen hervorgerufen werden. Diese Verkrümmung kann durch ein Polynomfit weitestgehend aus den Messdaten herausgerechnet werden [84]. Dazu werden nur die reaktionsfreien Bereiche der Messkurve bei niedrigen sowie hohen Temperaturen betrachtet. Wenn keine Reaktion in der Probe abläuft, soll das Messsignal "Null" sein, dies ist jedoch durch die beschriebenen äußeren Einflüsse nicht immer gegeben. An diese reaktionsfreien Bereiche wird ein Polynom 3. Grades gefittet und von der Messkurve subtrahiert, wie Abbildung 18 C zeigt. Durch diesen Auswerteschritt wird die restliche Verkrümmung weitestgehend aus den Messdaten entfernt und die reaktionsfreien Bereiche werden auf "Null" gebracht. Diese Entkrümmung muss mit äußerster Vorsicht durchgeführt werden, um einen subjektiven Einfluss möglichst gering zu halten. Die Polynomparameter wurden durch die Software OriginPro<sup>1</sup> automatisch an die reaktionsfreien Bereiche angepasst. Um diese Kurvenentkrümmung durchführen zu können, sind reaktionsfreie Bereiche bei niedrigen sowie hohen Temperaturen zwingend erforderlich. Um zum Ende der Erwärmung, bei hohen Temperaturen, einen reaktionsfreien Bereich zu erreichen, müssen alle Auflösungsreaktionen abgeschlossen sein und die erwärmratenspezifische Solvustemperatur der Legierung muss überschritten werden. Dazu muss die Erwärmung bis zu möglichst hohen Temperaturen durchgeführt werden. Gleichzeitig muss ein Schmelzen der Probe verhindert werden, da dies das Kalorimeter beschädigen könnte. Die Maximaltemperatur der Erwärmversuche wurde mit Hilfe eines Schmelzversuchs festgelegt. Eine Probe wurde dazu in einem Keramiktiegel im Kalorimeter geschmolzen und die Solidustemperatur konnte bestimmt werden. Für die Legierung EN AW-6082 konnte eine Solidustemperatur von 607 °C bei einer Erwärmrate von 1 Ks<sup>-1</sup> festgestellt werden. Die Maximaltemperatur aller Erwärmversuche wurde auf 600 °C festgelegt, um bis zu einer möglichst hohen Temperatur zu erwärmen, jedoch dabei die Probe nicht zu schmelzen.

Die Messungen unterliegen einer gewissen Streuung. Aus diesem Grund wurden für jeden Parametersatz mehrere Messungen durchgeführt. Abbildung 18 D zeigt den Mittelwert sowie den Streubereich aus sechs Einzelmessungen der Legierung EN AW-6082 T4 bei einer Erwärmgeschwindigkeit von 1 Ks<sup>-1</sup>. An dieser Kurve wurden anschließende Auswertungen vorgenommen.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> OriginPro der Firma OriginLab Corporation

Das Nullniveau jeder einzelnen Messkurve wird im Folgenden durch eine gestrichelte Linie dargestellt. Bei einem Abweichen der Messkurve oberhalb dieser Linie, also in den endothermen Bereich, dominiert eine Auflösungsreaktion, wohingegen bei einem Abweichen der Messkurve unter das Nullniveau, also in den exothermen Bereich, eine Ausscheidungsreaktion dominiert.

### 3.3.3 Direkte Messungen

Die direkten Messungen umfassen die Erwärmgeschwindigkeiten von 0,01 bis zu 5 Ks<sup>-1</sup>. Wie bereits in Abschnitt 3.3.1 beschrieben, wurden dafür zwei unterschiedliche Gerätetypen verwendet. Bei den geringen Erwärmraten von 0,01 bis zu 0,1 Ks<sup>-1</sup> im Wärmestromkalorimeter wurden je Scanrate jeweils vier Probenmessungen mit zwei Basislinienmessungen durchgeführt. Bei den höheren Erwärmraten von 0,3 bis zu 5 Ks<sup>-1</sup> wurden je Scanrate mindestens sechs Probenmessungen mit drei zugehörigen Basislinien aufgenommen. Tabelle 2 gibt die Untersuchungsparameter der direkten DSC-Messungen wieder.

Erwärm- rate	Maximal- temperatur	Differential Scanning Calorimeter	Proben- masse	Anzahl Proben- messungen je Scanrate
0,01 Ks <sup>-1</sup>		0.1.0101	~ 750 mg	
0,03 Ks⁻¹	600 °C	Setaram S121	(EN AW-6060)	4
0,05 Ks⁻¹		Setaram SenSys	~ 1580 ma	
0,1 Ks <sup>-1</sup>			(EN AW-6082)	
0,3 Ks <sup>-1</sup> 0 5 Ks <sup>-1</sup>		PerkinElmer Pyris		
0,5 Ks 1 Ks <sup>-1</sup>	600 °C	Diamond	~ 80 mg	6
3 Ks <sup>-1</sup>		PerkinElmer 8500		
5 Ks <sup>-1</sup>				

Tabelle 2: Untersuchungsparameter für die direkten DSC-Messungen.

Anhand der aufbereiteten Messdaten wurde anschließend eine Reaktionstrennung durchgeführt. Durch die Überlappung der einzelnen Reaktionen ist diese Trennung ausschließlich anhand der Messkurven physikalisch nicht korrekt möglich. Die Reaktionstrennung wurde vereinfacht, in Anlehnung an die Arbeit von OSTEN ET AL. [2], durchgeführt. Dazu wurde zum einen die Start- und Endtemperatur der Gesamtmesskurve ausgewertet. Weiterhin wurden die Nulldurchgänge der Messkurve als Start einer neuen Reaktion interpretiert. Manche Peaks erreichen jedoch nicht das Nullniveau. Eine Betrachtung über die große Bandbreite an Erwärmgeschwindigkeiten

zeigt aber, dass diesen Peaks Reaktionen zugeordnet werden können. In diesen Fällen wurde dann die Peaktemperatur ausgewertet. Abbildung 19 zeigt schematisch das Vorgehen bei der Peaktrennung der Erwärmkurven. Es sei an dieser Stelle noch einmal darauf hingewiesen, dass lediglich die Start- und Endtemperatur der gesamten Messkurve als physikalisch korrekt betrachtet werden können.



Abbildung 19: Schematische Vorgehensweise bei der Trennung einzelner Reaktionen am Beispiel der Legierung EN AW-6060 T4 mit der Erwärmgeschwindigkeit von 0,05 Ks<sup>-1</sup>.

Die beiden untersuchten Legierungen weisen ähnliche DSC-Erwärmkurven auf. Aus diesem Grund werden die vergleichbaren Peaks in beiden untersuchten Legierungen auch identisch bezeichnet. Die Peakbenennung erfolgt in Anlehnung an OSTEN ET AL. [2] durch Buchstaben, wobei endotherme Peaks mit großen Buchstaben und exotherme Reaktionen mit kleinen Buchstaben benannt werden. Eine Zuordnung zu konkreten Auflösungs- und Ausscheidungsreaktionen erfolgt in Kapitel 4.1.1 und 4.2.1.



Abbildung 20: Peakbenennung der untersuchten Legierungen am Beispiel einer Erwärmkurve bei 0,03 Ks<sup>-1</sup>.

#### 3.3.4 Indirekte Messungen

Die konventionelle DSC ist nach heutigem Stand auf Erwärmgeschwindigkeiten bis zu 5 Ks<sup>-1</sup> limitiert [43]. Kurzzeit-Wärmebehandlungen weisen jedoch Erwärmgeschwindigkeiten 100 Ks<sup>-1</sup> einigen 10 auf. Für von bis ein grundlagenwissenschaftliches Verständnis der ablaufenden Ausscheidungsund Auflösungsprozesse während einer solchen Wärmebehandlung ist es daher notwendig, auch bei diesen Erwärmraten Informationen über die ablaufenden Reaktionen zu erlangen. Ein zentrales Ziel dieser Arbeit ist es daher, eine Messmethodik zu entwickeln, kalorimetrische Informationen über ablaufende Ausscheidungsmit der und Auflösungsreaktionen während schneller Erwärmprozesse erhalten werden können.

Wie bereits in Abschnitt 2.4.3 beschrieben, kann durch ein Wiedererwärmen im Kalorimeter auf Ausscheidungsvorgänge während einer vorherigen Wärmebehandlung geschlossen werden. Auf dieser Grundlage wurde eine neue Messmethodik entwickelt.

Bei dieser neu entwickelten Messmethodik werden Proben zunächst der zu untersuchenden Wärmebehandlung unterzogen. Diese Wärmebehandlung wird an einer definierten Stelle durch ein Abschrecken abgebrochen. Die Proben werden anschließend DSC Wiedererwärmkurve im wiedererwärmt. Durch die kann auf den Ausscheidungszustand Abbruchpunkt untersuchenden an dem der zu Wärmebehandlung geschlossen werden. Eine systematische Variation des Abbruchpunkts der zu untersuchenden Wärmebehandlung in Kombination mit der Auswertung der zugehörigen Wiedererwärmkurven ermöglicht es, auf die nicht direkt kalorimetrisch messbaren Reaktionen während der Wärmebehandlung zu schließen. Die Wärmebehandlungsparameter der Wiedererwärmung sind dabei unabhängig von den Parametern der zu untersuchenden Wärmebehandlung.

Die Wärmebehandlung zur Einstellung unterschiedlicher Wärmebehandlungszustände kann dabei in einem beliebigen Gerät durchgeführt werden, welches in der Lage ist definiert flexible Wärmebehandlungen mit hohen Erwärmsowie Abkühlgeschwindigkeiten zu realisieren. In dieser Arbeit wurde dafür das Abschreckdilatometer Bähr 805 A, welches genauer in Abschnitt 3.4.1 beschrieben wird, im Abschreckmodus verwendet. Das anschließende Wiedererwärmen der zuvor wärmebehandelten Proben wird in den leistungskompensierten Kalorimetern PerkinElmer Pyris Diamond sowie PerkinElmer 8500 mit einer gerätespezifisch optimalen Erwärmgeschwindigkeit von 1 Ks<sup>-1</sup> durchgeführt. Abbildung 21 zeigt das schematische Temperatur-Zeit-Profil für die indirekten Messungen mit den verwendeten Wärmebehandlungsparametern. Damit diese Methode zuverlässig funktioniert, müssen einige Randbedingungen eingehalten werden:

- Der Ausscheidungszustand des Materials darf sich während der Abkühlung nicht verändern. Das Abschrecken muss dazu überkritisch erfolgen.
- Der Ausscheidungszustand des Materials darf sich zwischen dem Abschrecken und dem Wiedererwärmen nicht verändern. Eine Kaltauslagerung muss verhindert werden. Die Proben werden dazu tiefgekühlt.



#### Abbildung 21: Schematisches Temperatur-Zeit-Profil für die indirekten DSC-Messungen.

In dieser Arbeit wurden für beide Legierungen die Erwärmgeschwindigkeiten von 1; 20 und 100 Ks<sup>-1</sup> sowie 0,1 Ks<sup>-1</sup> bei der Legierung EN AW-6060 T4, durch die indirekte Messmethodik untersucht. Die Wiedererwärmkurven mit einer Erwärmgeschwindigkeit von 1 Ks<sup>-1</sup> werden mit der direkt gemessenen Erwärmkurve bei 1 Ks<sup>-1</sup> verglichen. Diese Messserie dient als Validierungskurve für die indirekte Messmethodik.

Die Abbruchtemperatur der Wärmebehandlung im Dilatometer wurde in den durchgeführten Untersuchungen für die Legierung EN AW-6060 zwischen 150 und 300 °C in Schritten von 25 K und zwischen 300 und 600 °C im Wesentlichen in Schritten von 50 K variiert. Bei der Legierung EN AW-6082 wurde die Abbruchtemperatur zwischen 150 und 575 °C um 25 K-Intervalle variiert.

Die Temperatur während der Wärmebehandlung im Dilatometer wird mit Hilfe eines Thermoelements gemessen und geregelt. Das Thermoelement wird mittels Widerstandspunktschweißen an den Proben befestigt. Während des Schweißprozesses kommt es zu einer Erwärmung der Probe. Durch diese Erwärmung wird der Ausgangszustand der Probe bereits verändert. Aus diesem Grund ist eine weitere Untersuchung dieser Probe nicht zulässig. Für die Wärmebehandlung im Dilatometer wurde daher eine Dummyprobe verwendet, an der die Temperatur gemessen und geregelt wird. Die Dummyprobe wird zwischen zwei zu untersuchenden Proben eingeklemmt. An den zu untersuchenden Proben wird die Temperatur nicht direkt gemessen. Abbildung 22 zeigt den schematischen Aufbau des Dilatometers zur Wärmebehandlung von DSC-Proben. Die Dummyprobe hat die gleiche Geometrie und ist aus dem gleichen Werkstoff wie die zu untersuchenden Proben. Die Proben werden im Abschreckmodus durch zwei Quarzschubstangen in dem Dilatometer eingeklemmt und positioniert. Die notwendige Klemmkraft wird mittels Feder aufgebracht und reguliert.



# Abbildung 22: Schematischer Aufbau zur Wärmebehandlung von DSC-Proben im Abschreckdilatometer.

Um die Maximaltemperatur sicher zu erreichen, wurde bei diesen Wärmebehandlungen zwischen dem Erwärmen und dem Abkühlen ein Haltesegment von 1 s eingefügt. Weiterhin kam es während der sehr dynamischen Wärmebehandlungen zu einem Überschwingen der Maximaltemperatur über die vorgegebene Temperatur. Die vorgegebene Maximaltemperatur des Temperaturprofils wurde daraufhin so angepasst,

dass die Proben die gewünschte Maximaltemperatur möglichst genau erreichen. Wie aus Abbildung 22 hervorgeht, befinden sich alle drei Proben während der Wärmebehandlung in der Induktionsspule. Trotzdem muss sichergestellt werden, dass auch die nicht geregelten Proben die gleiche Wärmebehandlung erfahren, wie die geregelte Dummy Probe. Dazu wurden in Vorversuchen alle drei Proben mit Thermoelementen versehen, wobei lediglich die Temperatur der mittleren Probe, wie bei den späteren Wärmebehandlungen, geregelt wurde. Die Temperatur der äußeren Proben wurde nur gemessen. Durch diesen Messaufbau kann die Temperaturverteilung zwischen den einzelnen Proben beurteilt werden. Diese Messungen wurden für alle verwendeten zeigt Parametersätze der Wärmebehandlung durchgeführt. Abbildung 23 die Abweichung der Maximaltemperatur der nicht geregelten Proben von der Zieltemperatur am Beispiel der Legierung EN AW-6082 und einer Erwärmgeschwindigkeit von 20 Ks<sup>-1</sup>. Es zeigt sich, dass die erreichte Maximaltemperatur der ungeregelten Proben höchstens 5 K von der Zieltemperatur abweicht. Die meisten Proben zeigen bei dieser Wärmebehandlung jedoch nur eine Abweichung von höchstens 2 K von der Zieltemperatur. Diese Abweichungen werden als gering im Vergleich zur Temperaturschrittweite von 25 K eingestuft.



Abbildung 23: Abweichung der Maximaltemperaturen der ungeregelten Proben von der Zieltemperatur bei der Legierung EN AW-6082 und einer Erwärmrate von 20 Ks<sup>-1</sup> (links) sowie die zugehörige Probenanordnung (rechts).

Das anschließende Abkühlen muss so schnell durchgeführt werden, dass der Ausscheidungszustand, welcher sich während der zu untersuchenden Erwärmung eingestellt hat, eingefroren wird. Dafür ist es notwendig die Ausscheidungsbildung während der Abkühlung durch ein überkritisches Abschrecken zu unterdrücken. Das Abschrecken wird in den Versuchen durch die maximal mögliche Stickstoff-Gasabschreckung realisiert. Die Abkühlung verläuft dabei nicht linear und die Abkühlgeschwindigkeit ist von der Maximaltemperatur der Wärmebehandlung abhängig. Die erreichte Abkühlgeschwindigkeit liegt im Mittel aller Abkühlung oberhalb von 100 Ks<sup>-1</sup>.

In vorherigen Arbeiten wurde die kritische Abschreckgeschwindigkeit verschiedener Chargen der Legierungen EN AW-6060 [3] sowie EN AW-6082 [3, 7] nach einem vollständigen Lösungsglühen untersucht. Aus diesen Arbeiten geht hervor, dass eine Abkühlgeschwindigkeit von über 100 Ks<sup>-1</sup> für beide untersuchten Legierungen als überkritisch angesehen werden kann.

Das Wiedererwärmen der Proben im DSC erfolgt nicht unbedingt direkt im Anschluss an die Wärmebehandlung im Dilatometer. Während dieser Zwischenlagerung muss eine Veränderung des Ausscheidungszustands verhindert werden. Dazu werden die Proben direkt nach der Wärmebehandlung bis unmittelbar vor dem Wiedererwärmen im DSC bei ca. -80 °C in einer Tiefkühltruhe gelagert. Durch dieses Tiefkühlen kann die Kaltauslagerung der Proben effektiv verlangsamt bzw. Diffusionsprozesse unterbunden werden [5].

Das Wiedererwärmen im DSC unterscheidet sich methodisch nicht von den direkten DSC-Messungen. Die Wiedererwärmversuche wurden einheitlich mit einer Erwärmgeschwindigkeit von 1 Ks<sup>-1</sup>, welches eine optimale Erwärmrate des verwendeten Gerätetyps darstellt, bis zu einer Temperatur von 600 °C durchgeführt. Auch bei diesen Messungen ist ein isothermes Halten bei Raumtemperatur für 2 min vor dem Erwärmschritt notwendig, um ein thermisches Gleichgewicht in dem Gerät zu erreichen und somit eine gute Messgualität zu erreichen. Für jeden untersuchten Parametersatz wurden mindestens vier Probenmessungen mit zwei zugehörigen Basislinienmessungen durchgeführt. Durch die Auswertung der auftretenden Auflösunasund Ausscheidungspeaks in den Wiedererwärmkurven kann auf den Ausscheidungszustand am Abbruchpunkt der vorherigen Wärmebehandlung geschlossen werden. Durch die Auswertung der Wiedererwärmkurven aller Abbruchtemperaturen kann ein Temperaturintervall abgeleitet werden, in dem bestimmte Ausscheidungsund Auflösungsreaktionen während der zu untersuchenden Wärmebehandlung ablaufen. Eine Aussage über die Intensität der ablaufenden Reaktionen kann bisher jedoch noch nicht getroffen werden.

Tabelle 3 zeigt zusammenfassend die wichtigsten Parameter für die Wärmebehandlung der indirekten DSC-Messungen.

Wärmebehandlung im Dilatometer						Wiedererwärmen im	
						DSC	
Erwärm-	Untersuchter		Temperatur-		Abkühl-	Erwärm-	Maximal-
rate	Temperaturbereich		schrittweite		rate	rate	temperatur
	AW-6060	AW-6082	AW-6060	AW-6082			
0,1 Ks <sup>-1</sup>			25 K				
1 Ks <sup>-1</sup>	ů		30 K				
20 Ks <sup>-1</sup>	150-600	150-575 °C	50-300 °C) 00-600 °C)	25 K	>100 Ks <sup>-1</sup>	1 Ks <sup>-1</sup>	D. 009
100 Ks <sup>-1</sup>			5 K (1 ) K (3				

25 50

Tabelle 3: Wärmebehandlungsparameter für die indirekten DSC-Messungen.

## 3.4 Thermo-mechanische Analyse

Neben der Bestimmung der Auflösungs- und Ausscheidungsreaktionen, sind die daraus resultierenden mechanischen Eigenschaften von besonderem Interesse. Diese werden in verschiedenen Messserien in einem Abschreck- und Umformdilatometer aufgenommen, dessen Aufbau nachfolgend erläutert wird.

### **3.4.1** Abschreck- und Umformdilatometer

Um die mechanischen Eigenschaften der untersuchten Legierungen bei unterschiedlichen Wärmebehandlungen aufzunehmen, wurden Zugversuche in dem Abschreck- und Umformdilatometer Bähr 805 A/D<sup>2</sup> durchgeführt. Das Abschreck- und Umformdilatometer kombiniert die Eigenschaften eines Abschreckdilatometers mit denen einer Zugprüfmaschine. In dem Dilatometer lassen sich Zugversuche während einer definierten Wärmebehandlung durchführen. Der schematische Aufbau des Dilatometers ist in Abbildung 24 dargestellt. Die Zugprobe wird durch Stahlstifte in die Probenhalter eingespannt. Durch ein hydraulisches System kann eine maximale Zugkraft von 6,5 kN auf die Probe aufgebracht werden. Für dieses Gerät ist eine spezielle Probengeometrie erforderlich. Aus diesem Grund weicht die Geometrie der verwendeten Zugproben von denen einer Normzugprobe ab und wurde in vorherigen Untersuchungen speziell für

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Abschreck- und Umformdilatometer Bähr 805 A/D der Firma Bähr-Thermoanalyse GmbH

dieses Dilatometer entwickelt [85]. Die Probenabmessungen sind im Anhang dargestellt. Die Längenänderung im Messbereich der Zugprobe wird über zwei Quartzschubstangen aufgenommen. Die Schubstangen sind taktil mit den Stegen der Zugprobe verbunden. Die Wärmebehandlung wird mit Hilfe einer doppelwandigen Induktionsspule realisiert. Dabei können je nach Probengeometrie und Probenmaterial Erwärmgeschwindigkeiten von mehreren 100 bis zu wenigen 1000 Ks<sup>-1</sup> erreicht werden [86]. In die innere Wandung der Spule kann ein Gas geleitet werden. Durch eine Perforierung der Spuleninnenseite wird dieses Gas direkt auf die Probe geleitet, wodurch eine Gasabschreckung realisiert werden kann. Bei der Gasabschreckung können, je nach Probengeometrie und Material, Abkühlgeschwindigkeiten von wenigen 100 Ks<sup>-1</sup> erreicht werden. Die Temperatur wird über ein Thermoelement, welches mittels Punktschweißen mit der Probe verbunden wurde, gemessen und geregelt.



Abbildung 24: Schematischer Aufbau des Umformdilatometers Bähr 805 A/D im Zugmodus (links) und realer Aufbau des Umformdilatometers (rechts).

Zum Punktschweißen wurde das Gerät "Spot Welding Apparatus 9060"<sup>3</sup> verwendet. Es wurden Thermoelemente vom Typ S verwendet, welche aus Platin-Rhodium / Platin-Drähten bestehen.

## 3.4.2 Versuchsdurchführung

Die verwendeten Zugproben wurden aus den vorhandenen Profilen mittels Drahterodieren gefertigt. Das Drahterodieren wurde lediglich als 2D-Verfahren angewendet. Aus diesem Grund haben die Zugproben die Materialstärke der untersuchten Profile. Die Zugproben der Legierung EN AW-6060 haben eine Nennmaterialstärke von 2 mm während die Zugproben der Legierung EN AW-6082 eine Nennmaterialstärke von 3 mm aufweisen. Bei diesen Profilen ist eine Abweichung der Wandstärke von  $\pm$  0,3 mm zulässig [87]. Da die Materialstärke der Zugproben nicht weiter bearbeitet wurde, liegt auch die Probenstärke in diesem Toleranzbereich. Damit die

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Spot Welding Apparatus 9060 der Firma Bähr Thermoanalyse

Ergebnisse untereinander verglichen werden können, wurden im Messbereich der Proben vor jedem Versuch die Breite und Dicke mittels Messschieber mit einer Auflösung von 0,01 mm vermessen, um die Daten bei der Auswertung auf den tatsächlichen Anfangsquerschnitt normieren zu können.

Die Messlänge der Zugprobe von 10 mm befindet sich im eingespannten Zustand komplett im Inneren der Induktionsspule. Die untersuchten Zugproben sind jedoch nicht vollständig von der Induktionsspule umgeben, da z.B. die Einspannköpfe zur Befestigung der Proben in dem Dilatometer außerhalb der Spule liegen müssen. In diesem Bereich bildet sich kein örtlich homogenes Magnetfeld aus. Weiterhin werden durch die unterschiedlichen Querschnitte der Zugprobe, bedingt durch die Stege und Einspannköpfe, unterschiedliche Wirbelströme in der Probe induziert. Zusätzlich kann durch Wärmeleitungseffekte thermische Energie in die Probenaufnahmen des Dilatometers geleitet werden. Alle diese Faktoren führen dazu, dass keine homogene Temperaturverteilung über die komplette Zugprobenlänge vorliegt. Das Punktschweißen des Thermoelements an die Zugprobe führt zu einer kurzzeitigen lokalen thermischen Beeinflussung und zu einer kleinen geometrischen Kerbe. Aus diesen Gründen ist es nicht zulässig, dass Thermoelement in dem zu untersuchenden Messbereich anzuschweißen. Das regelnde Thermoelement wird daher auf Höhe eines Stegs (s. Abbildung 24) an der Zugprobe befestigt. Das Thermoelement für die Temperaturregelung ist somit außermittig mit der Probe verbunden und misst gerade bei thermisch hochdynamischen Messungen leicht von der Messlänge abweichende Temperaturen. Um zum einen den Messbereich unbeeinflusst untersuchen zu können und zum anderen die gewünschte Temperatur im Messbereich einstellen zu können, wurde vor jeder Messserie für die einzelnen Temperaturprogramme eine Probe mit drei Thermoelementen präpariert. Das Regelthermoelement wurde dabei wie auch in den späteren Messungen auf der Höhe des Stegs positioniert. Ein weiteres Thermoelement wurde in der eigentlichen Messlänge und ein drittes auf Höhe des zweiten Stegs der Zugprobe positioniert. Abbildung 25 zeigt exemplarisch den Temperatur-Zeit-Verlauf in einer Zugprobe an den verschiedenen Thermoelementpositionen bei der maximalen Heizleistung des Dilatometers sowie die Maximaltemperaturen bei unterschiedlichen Kurzzeit-Wärmebehandlungen. Durch diese Voruntersuchungen kann exakt die Temperaturverteilung in der Zugprobe während der Wärmebehandlung charakterisiert werden. Die Temperaturprogramme wurden anschließend so angepasst, dass die Messlänge der Zugprobe den gewünschten Temperaturverlauf durchläuft.



Abbildung 25: A) Temperatur-Zeit-Verlauf gemessen an verschiedenen Positionen einer Zugprobe während einer Kurzzeit-Wärmebehandlung: B) Maximaltemperatur an verschiedenen Positionen einer Zugprobe während unterschiedlicher Kurzzeit-Wärmebehandlungen.

Bei den Untersuchungen hoher Erwärmgeschwindigkeiten kommt es, trotz optimierten Regelparametern, zu einem leichten Überschwingen der Temperatur über die programmierte Maximaltemperatur, wie Abbildung 26 zeigt. Die erreichte Spitzentemperatur wird zeitlich leicht verzögert mit dem Ende des Heizsegments der Wärmebehandlung erreicht. Um die Spitzentemperatur der Kurzzeit-Wärmebehandlung reproduzierbar zu erreichen, wurde zwischen das Heizsegment und das Abkühlsegment ein isothermes Halten von einer Sekunde programmiert. Während dieser Haltezeit wird das Temperaturmaximum der Kurzzeit-Wärmebehandlung erreicht.





Vor jeder Messung wurde die Messkammer evakuiert, um Oxidationsreaktionen und thermische Konvektionsverluste während der Wärmebehandlung zu minimieren. Als Abschreckmedium wurde Stickstoff verwendet.

Für die Untersuchung der mechanischen Eigenschaften auf einer erhöhten Temperatur wurde die Wärmebehandlung auf der Zieltemperatur abgebrochen und es wurde in ein isothermes Halten übergeleitet. Die gemessene Temperatur folgt dem vorgegebenen Temperaturverlauf leicht verzögert, wie Abbildung 26 zeigt. Damit sich die Temperatur in der Probe stabilisieren kann und über die Messlänge möglichst konstant ist, wurde die Temperatur für wenige Sekunden vor dem Zugversuch konstant gehalten. Anschließend wurde der Zugversuch auf dieser Temperatur durchgeführt. Zu Beginn des Zugversuchs steigt die Temperatur in der Probe leicht an. Die kurzzeitige Temperaturabweichung wird jedoch schnell wieder kompensiert. Die Umformgeschwindigkeit beträgt bei allen Zugversuchen 0,01 mms<sup>-1</sup>. Mit der Messlänge von 10 mm ergibt sich damit eine Dehnrate von 0,1 s<sup>-1</sup>. Mit dem Dilatometer ist eine maximale Verlängerung der Proben im Zugmodus um 8 mm möglich. Alle Zugversuche wurden auch bis zu einer Verlängerung von 8 mm durchgeführt. Bei den meisten Proben ist es vor dem Erreichen dieser Verlängerung zum Bruch gekommen, lediglich bei sehr hohen Temperaturen konnte mit dieser Verlängerung kein Probenbruch herbeigeführt werden. Für jeden Parametersatz wurden mindestens drei Zugversuche durchgeführt.

#### 3.4.3 Auswertung

Das Abschreck- und Umformdilatometer zeichnet neben der Temperatur im Zugmodus auch die aufgebrachte Kraft sowie die Probenverlängerung auf. Aus dem Messgerät wurde zu jedem Zugversuch die Kraft sowie die Probenverlängerung exportiert, wie Abbildung 27 A anhand der Rohmessdaten zeigt. Die weitere Auswertung der Messdaten wurde mit der Software OriginPro durchgeführt.

Die aufgenommenen Kraft-Verlängerungs-Kurven wurden zu technischen Spannungs-Dehnungs-Kurven normiert [88]. Dieser Arbeitsschritt ist in Abbildung 27 B dargestellt.

Durch die thermische Ausdehnung der Zugproben während der Wärmebehandlung, startet der Zugversuch nicht genau bei der Verlängerung von Null, sondern es liegt bereits eine Längenänderung vor dem eigentlichen Zugversuch vor. Auch nach dem Probenbruch wird weiterhin eine gewisse Verlängerung der Probe gemessen, ohne dass dafür eine Kraft aufgebracht werden muss. Diese Bereiche wurden in den Messdaten bereinigt, um nur den eigentlichen Zugversuch abzubilden, wie die roten Bereiche in Abbildung 27 C zeigen. An der resultierenden Kurve in Abbildung 27 D wurden die Kenngrößen des Zugversuchs bestimmt. Der Zugversuch mit einer nicht normgerechten Zugprobengeometrie ist nicht geeignet, um die Bruchdehnung normgerecht zu bestimmen.



Abbildung 27: Auswerteroutine der thermo-mechanischen Untersuchungen: (A) Rohmessdaten; (B) normierte Daten; (C) Daten um Artefakte bereinigen und verschieben; (D) aufbereitete Daten.

#### 3.4.4 Untersuchungsumfang

Die mechanischen Eigenschaften nach einer Wärmebehandlung auf Raumtemperatur sind für das Umformen der Halbzeuge sowie die finalen Bauteileigenschaften von Interesse. Eigenspannungen und Verzüge entstehen jedoch während der Wärmebehandlung und werden somit wesentlich von den mechanischen Eigenschaften auf erhöhter Temperatur bestimmt. Um dies abzubilden wurden verschiedene Messserien auf Raumtemperatur und bei erhöhten Temperaturen durchgeführt.

#### Legierung EN AW-6060 T4

### A) Thermo-mechanische Untersuchungen nach Erwärmen bei Raumtemperatur

Der Einfluss der Ausscheidungs- und Auflösungsvorgänge auf die mechanischen Eigenschaften wurde durch Zugversuche auf Raumtemperatur nach einer vorherigen Wärmebehandlung untersucht. Dazu wurden Zugproben im Abschreck- und Umformdilatometer mit der Erwärmrate von 1 Ks<sup>-1</sup> auf verschiedene Temperaturen

erwärmt und von dort unmittelbar überkritisch auf Raumtemperatur abgeschreckt. Der Zugversuch wird anschließend auf Raumtemperatur durchgeführt. Abbildung 28 zeigt den untersuchten Temperatur-Zeit-Verlauf mit den untersuchten Temperaturen sowie die wesentlichen Parameter für den Zugversuch bei Raumtemperatur. Die gewählten Temperaturen gehen aus der Analyse der DSC-Erwärmkurve bei 1 Ks<sup>-1</sup> hervor, siehe Kapitel 4.1.1.



Abbildung 28: Schematischer Temperatur-Zeit-Verlauf sowie Angabe wesentlicher Parameter der thermo-mechanischen Analyse zur Aufnahme von Kraft-Verlängerungs-Kurven nach einer Erwärmung mit 1 Ks<sup>-1</sup> zu unterschiedlichen Temperaturen.

# B) Thermo-mechanische Untersuchungen beim Erwärmen auf verschiedene Temperaturen

Von der Legierung EN AW-6060 T4 wurden bei einer linearen Erwärmung Kraft-Verlängerungs-Kurven aufgenommen. Dazu wurden Zugproben im Abschreck- und Umformdilatometer Bähr 805 A/D mit den Erwärmraten von 0,1 und 20 Ks<sup>-1</sup> auf verschiedene Zieltemperaturen erwärmt. Auf der Zieltemperatur wurde die Erwärmung unterbrochen und der Zugversuch wurde unmittelbar mit einer Umformgeschwindigkeit von 0,01 mms<sup>-1</sup> bis zum Bruch durchgeführt. Die wesentlichen Parameter dieser Messserien sind in Abbildung 29 angegeben.



Abbildung 29: Schematischer Temperatur-Zeit-Verlauf sowie Angabe der wesentlichen Parameter der thermo-mechanischen Analyse zur Aufnahme von Kraft-Verlängerungs-Kurven auf unterschiedlichen Temperaturen während der Erwärmung.

# C) Thermo-mechanische Untersuchungen beim Abkühlen auf verschiedenen Temperaturen

Die mechanischen Eigenschaften während der Abkühlung wurden nach einer Erwärmung mit 20 Ks<sup>-1</sup> auf 550 °C und einem 20-minütigen Lösungsglühen untersucht. Dazu wurden Zugproben von der Lösungsglühtemperatur im Dilatometer mit 0,1 und 20 Ks<sup>-1</sup> auf eine Zieltemperatur abgekühlt. Im Anschluss wurde der Zugversuch auf dieser Temperatur bis zum Bruch durchgeführt. Die wesentlichen Parameter dieser Messserien sind in Abbildung 30 angegeben.



Abbildung 30: Schematischer Temperatur-Zeit-Verlauf sowie Angabe der wesentlichen Parameter der thermo-mechanischen Analyse zur Aufnahme von Kraft-Verlängerungs-Kurven auf unterschiedlichen Temperaturen während der Abkühlung.

## D) Thermo-mechanische Untersuchung während nachgefahrener Laser-Wärmebehandlungen

Der Temperatur-Zeit-Verlauf einer Kurzzeit-Wärmebehandlung mittels Laser ist nichtlinear. Daher wurde der Temperatur-Zeit-Verlauf während einer realen Laserwärmebehandlung am Lehrstuhl für Fertigungstechnologie der Universität Erlangen-Nürnberg gemessen. Dabei wurde die Wärmebehandlung auf einem Extrusionsprofil der untersuchten Legierung EN AW-6060 mit einem Nd-YAG Laser, einem Spotdurchmesser von 16 mm, einer Verfahrgeschwindigkeit von 50 mms<sup>-1</sup> und vier verschiedenen Leistungen zwischen 0,7 bis zu 1,4 kW durchgeführt. Die Temperatur wurde mittels Thermoelement, welches in der wärmebehandelten Profilseite platziert wurde, gemessen. Während der unterschiedlichen Laserwärmebehandlung mit unterschiedlichen Laserleistungen konnten Maximaltemperaturen von 180 bis 400 °C gemessen werden.

Die aufgenommenen Temperatur-Zeit-Verläufe wurden im Abschreck- und Umformdilatometer Bähr 805 A/D an Zugproben nachgefahren. Die Wärmebehandlung wurde an definierten Stellen unterbrochen und der Zugversuch wurde direkt folgend auf der Zieltemperatur im gleichen Gerät durchgeführt.

Abbildung 31 zeigt die untersuchten Temperatur-Zeit-Verläufe sowie die Stellen, an denen die Wärmebehandlung abgebrochen wurde, um direkt im Anschluss eine Kraft-Verlängerungs-Kurve mit den angegebenen Parametern aufzunehmen.



Abbildung 31: Schematischer Temperatur-Zeit-Verlauf sowie Angabe wesentlicher Parameter der thermo-mechanischen Analyse zur Aufnahme von Kraft-Verlängerungs-Kurven während unterschiedlicher simulierter Laser-Wärmebehandlungen.

Tabelle 4 zeigt die Abbruchtemperaturen der vier untersuchten Kurzzeit-Wärmebehandlungen, an denen direkt im Anschluss die Kraft-Verlängerungs-Kurven aufgenommen wurden. Die vier unterschiedlichen Kurzzeit-Wärmebehandlungen zeigen eine vergleichbare weitgehend lineare Erwärmrate von ca. 100 Ks<sup>-1</sup> bis zur Maximaltemperatur. Aus diesem Grund wurden die Kraft-Verlängerungs-Kurven während der Erwärmung nicht für alle vier untersuchten Laserwärmebehandlungen gesondert bestimmt, sondern durch einen Erwärmpfad abgebildet.

	Erwärmen	Abkühlen			
		Т <sub>мах</sub> : 400 °С	Т <sub>мах</sub> : 300 °С	Т <sub>мах</sub> : 250 °С	Т <sub>Мах</sub> : 180 °С
chtemperatur in °C	25	398	297	248	180
	125	375	275	218	170
	225	325	225	178	130
	325	275	175	140	70
	375	225	90	90	30
obru		175	25	25	
A		25			

Tabelle 4: Abbruchtemperaturen der verschiedenen simulierten Kurzzeit-Wärmebehandlungen zur Aufnahme von Kraft-Verlängerungs-Kurven.

#### Legierung EN AW-6082 T4

# A) Thermo-mechanische Untersuchungen nach Erwärmen bei Raumtemperatur

#### Variation der Maximaltemperatur und der Erwärmgeschwindigkeit

Der Einfluss der Erwärmgeschwindigkeit und Maximaltemperatur auf die mechanischen Eigenschaften wurde durch Zugversuche auf Raumtemperatur nach einer vorherigen Wärmebehandlung untersucht. Dazu wurden Zugproben im Abschreck- und Umformdilatometer mit der Erwärmrate 10 und 100 Ks<sup>-1</sup> auf unterschiedliche Maximaltemperaturen erwärmt. Von dieser Temperatur wurden die Proben unmittelbar mit 100 Ks<sup>-1</sup> abgeschreckt. Der Zugversuch wurde anschließend auf Raumtemperatur durchgeführt. Abbildung 32 zeigt den untersuchten Temperatur-Zeit-Verlauf mit den verschiedenen Maximaltemperaturen sowie den wesentlichen Parameter des Zugversuchs.





Abbildung 33 zeigt den realen Temperatur-Zeit-Verlauf der Messreihe bei einer Erwärmgeschwindigkeit von 100 Ks<sup>-1</sup>, die über den ganzen Temperaturbereich erreicht wird, das isotherme Halten für 1 s damit die Maximaltemperatur erreicht wird, sowie das Abkühlen mit der vorgegebenen Abkühlgeschwindigkeit von 100 Ks<sup>-1</sup>. Die lineare Abkühlgeschwindigkeit von 100 Ks<sup>-1</sup> wird in Abhängigkeit der Maximaltemperatur unterhalb von 250 und 180 °C nicht mehr erreicht, wie Abbildung 34 beispielhaft zeigt.





Erwärm- und Abkühlgeschwindigkeit

Abbildung 33: Realer Temperatur-Zeit-Verlauf Abbildung 34: der Messserie mit der Erwärmgeschwindigkeit Abkühlgeschwindigkeit von 100 Ks<sup>-1</sup> und einer Abkühlgeschwindigkeit mit 100 Ks<sup>-1</sup> Abschreck- und Umformdilatometer.

Reale Erwärmund bei der vorgegebenen Maximaltemperatur 550 °C sowie einer im vorgegebenen Erwärmund Abkühlgeschwindigkeit von 100 Ks<sup>-1</sup>.

#### Variation der Maximaltemperatur und der Abkühlgeschwindigkeit

Der Einfluss der Maximaltemperatur und Abkühlgeschwindigkeit auf die mechanischen Eigenschaften wurde durch Zugversuche auf Raumtemperatur nach einer vorherigen Wärmebehandlung untersucht. Dazu wurden Zugproben im Abschreckund Umformdilatometer 100 Ks<sup>-1</sup> mit der Erwärmrate auf unterschiedliche Maximaltemperaturen erwärmt. Von dieser Temperatur werden die Proben unmittelbar mit 1; 10 und 100 Ks<sup>-1</sup> abgekühlt. Der Zugversuch wird anschließend auf Raumtemperatur durchgeführt. Abbildung 35 zeigt schematisch den untersuchten Temperatur-Zeit-Verlauf mit den verschiedenen Abkühlgeschwindigkeiten sowie die wesentlichen Parameter des Zugversuchs. Bei dieser Messserie kann wie bereits in Abbildung 33 und Abbildung 34 dargestellt, die Abkühlgeschwindigkeit von 100 Ks<sup>-1</sup> nicht erreicht werden. Die bis zur Raumtemperatur geringeren untersuchten Abkühlgeschwindigkeiten werden annähernd bis zur Raumtemperatur erreicht.



Abbildung 35: Schematischer Temperatur-Zeit-Verlauf sowie Angabe wesentlicher Parameter der thermo-mechanischen Analyse zur Aufnahme von Kraft-Verlängerungs-Kurven nach einer Erwärmung mit 100 Ks<sup>-1</sup> zu unterschiedlichen Maximaltemperaturen und einer anschließenden Abkühlung mit 1; 10 und 100 Ks<sup>-1</sup>.

# B) Thermo-mechanische Untersuchungen beim Erwärmen auf verschiedene Temperaturen

Eine reale Laser-Kurzzeit-Wärmebehandlung zeigt Erwärmgeschwindigkeiten von rund 100 Ks<sup>-1</sup>. Um das mechanische Verhalten während unterschiedlicher Kurzzeit-Wärmebehandlungen systematisch zu untersuchen, wurden Zugproben mit 100 Ks<sup>-1</sup> auf unterschiedliche Temperaturen erwärmt. Die Temperaturen wurden dabei von 200 bis 400 °C und in 50 K Schritten variiert. Abbildung 36 zeigt den schematischen Temperatur-Zeit-Verlauf der durchgeführten Wärmebehandlungen sowie die wesentlichen Parameter der durchgeführten Zugversuche.



Abbildung 36: Schematischer Temperatur-Zeit-Verlauf sowie Angabe wesentlicher Parameter der thermo-mechanischen Analyse zur Aufnahme von Kraft-Verlängerungs-Kurven während einer Wärmebehandlung mit der Erwärmrate von 100 Ks<sup>-1</sup> auf unterschiedliche Temperaturen.

# C) Thermo-mechanische Untersuchungen beim Abkühlen auf verschiedene Temperaturen

Eine reale Laser-Kurzzeit-Wärmebehandlung zeigt Abkühlgeschwindigkeiten von wenigen 10 Ks<sup>-1</sup>. Um das mechanische Verhalten während unterschiedlicher Kurzzeit-Wärmebehandlungen systematisch zu untersuchen, wurden Zugproben mit 100 Ks<sup>-1</sup> auf unterschiedliche Temperaturen erwärmt und anschließend mit 10 Ks<sup>-1</sup> abgekühlt. Diese Wärmebehandlung wurde bei unterschiedlichen Zieltemperaturen unterbrochen. Direkt im Anschluss wurde ein Zugversuch auf dieser Temperatur durchgeführt. Die Maximaltemperatur wurde dabei von 200 bis 400 °C und die Zieltemperatur von 100 bis 400 °C in 50 K Schritten variiert. Abbildung 37 zeigt den schematischen Temperatur-Zeit-Verlauf der durchgeführten Wärmebehandlungen sowie die wesentlichen Parameter der durchgeführten Zugversuche.



Abbildung 37: Schematischer Temperatur-Zeit-Verlauf sowie Angabe wesentlicher Parameter der thermo-mechanischen Analyse zur Aufnahme von Kraft-Verlängerungs-Kurven während einer Wärmebehandlung mit der Erwärmrate von 100 Ks<sup>-1</sup> auf unterschiedliche Maximaltemperaturen und anschließender Abkühlung mit 10 Ks<sup>-1</sup>.

# **4** Ergebnisse und Diskussion

## 4.1 Legierung EN AW-6060 T4

#### 4.1.1 Ausscheidungs-und Auflösungsreaktionen

#### Reaktionszuordnung

Das Auflösungs- und Ausscheidungsverhalten der Legierung EN AW-6060 aus dem Ausgangszustand T4 wurde in-situ mittels der Differential Scanning Calorimetry aufgenommen. Abbildung 38 zeigt die Kalorimeter-Erwärmkurve der Legierung EN AW-6060 T4 bei einer Erwärmgeschwindigkeit von 0,1 Ks<sup>-1</sup>. Es wird deutlich, dass sich endotherme Auflösungsreaktionen und exotherme Ausscheidungspeaks während der kontinuierlichen Erwärmung abwechseln. Diese Sequenz an endothermen und exothermen Reaktionen ist typisch für AlMgSi Legierungen und wurde schon für ähnliche Ausgangszustände für vergleichbare Legierungen beobachtet [2, 89–92]. Aus diesem Grund lassen sich den einzelnen Peaks, mit Hilfe der Literatur, zugehörige Reaktionen zuordnen.



Abbildung 38: Kalorimeter-Erwärmkurve der Legierung EN AW-6060 T4 bei der Erwärmrate von 0,1 Ks<sup>-1</sup> mit zugeordneten Reaktionen.

Während der kontinuierlichen Erwärmung zeigt sich zunächst ein schwacher exothermer Peak (a). Bei der Kaltauslagerung kann ein geringer Anteil der Legierungselemente in Lösung bleiben. Diese Legierungselemente können bei einer Erhöhung der Temperatur Cluster oder GP-Zonen bilden. Peak (a) kann somit der Bildung von Clustern und GP-Zonen zugeschrieben werden [24]. Bei einer weiteren Erwärmung zeigt sich ein endothermer Peak (B). Wie sich dargestellt, zeigt bei langsamen Erwärmgeschwindigkeiten an diesem Peak eine Schulter. Durch diesen unstetigen Verlauf kann davon ausgegangen werden, dass während dieses Peaks zwei Reaktionen ablaufen. Während der Kaltauslagerung von AlMgSi-Legierungen werden Cluster und GP-Zonen gebildet, die für die Festigkeitssteigerung verantwortlich sind. Peak (B) wird als Auflösung der Cluster sowie der GP-Zonen der Kaltauslagerung interpretiert [26]. Im Anschluss zeigt sich der exotherme Peak (c). Dieser Peak wird als die Ausscheidung der Vorstufenphase  $\beta''$  angesehen [27]. Aus den  $\beta''$ -Ausscheidungen können sich  $\beta$ '-Ausscheidungen bilden [30]. Der exotherme Peak (d) wird daher als die Bildung von β'-Ausscheidungen angesehen. Bei einer weiteren Erhöhung der Temperatur zeigt sich ein endothermer Peak (E). Dieser Peak zeigt im Verlauf ebenfalls eine Schulter. Es kann daher davon ausgegangen werden, dass während dieses Peaks mindestens zwei Reaktionen ablaufen. Der Peak (E) wird als die Auflösung der zuvor gebildeten Phasen  $\beta''$  und  $\beta'$  angesehen [18]. Anschließend tritt der exotherme Peak (f) in Erscheinung. Dieser Peak wird als die Ausscheidung der Gleichgewichtsphase β-Mg<sub>2</sub>Si interpretiert [93]. Bei sehr hohen Temperaturen tritt der endotherme Peak (G) auf. Dieser Peak wird als die Auflösung der Gleichgewichtsphase β-Mg<sub>2</sub>Si sowie aller zuvor nicht aufgelösten Phasen angesehen [91].

#### A) Direkte DSC-Messungen

Abbildung 39 zeigt die kalorimetrisch in-situ aufgenommenen Erwärmkurven der Legierung EN AW-6060 T4 von 0,01 bis zu 5 Ks<sup>-1</sup>. Die Erwärmkurve mit der geringsten Erwärmrate ist oben im Diagramm dargestellt. Die weiteren Erwärmkurven sind mit steigender Erwärmrate absteigend angeordnet. Wie bereits gezeigt, treten bei jeder Erwärmkurve unterschiedliche endotherme Auflösungsreaktionen sowie exotherme Ausscheidungsreaktionen auf. Dabei überlagern sich die einzelnen Peaks untereinander stark.





Abbildung 39: Kalorimeter-Erwärmkurven der Legierung EN AW-6060 T4 bei den Erwärmraten von 0,01 bis zu 5 Ks<sup>-1</sup>.

Abbildung 39 zeigt, dass die Peaks mit steigender Erwärmgeschwindigkeit im Allgemeinen zu höheren Temperaturen verschoben werden. Die Peaktemperatur von Peak (B) verschiebt sich von 161 °C bei 0,01 Ks<sup>-1</sup> zu 274 °C bei 5 Ks<sup>-1</sup>. Auch die anderen

Peaks werden mit steigender Erwärmgeschwindigkeit zu höheren Temperaturen verschoben. Für die Auflösungs- sowie Ausscheidungsreaktionen ist die Diffusion von Legierungselementen notwendig. Durch eine Erhöhung der Erwärmgeschwindigkeit sinkt die Zeitdauer in einem Temperaturintervall. Die Zeit zur Diffusion der Legierungselemente wird dadurch verringert. Als Folge werden die Reaktionen zu höheren Temperaturen verschoben.

Aus Abbildung 39 geht weiterhin hervor, dass die Intensität der Peaks und somit der dazugehörigen Reaktionen, von der Erwärmgeschwindigkeit abhängt. Die Intensität eines Peaks lässt sich als Fläche unter der Messkurve darstellen. Durch die Überlappung der Reaktionen stellt der kalorimetrisch gemessene Peak jedoch nicht genau die Intensität der ablaufenden Reaktion dar. Jedoch gibt die Intensität der Peaks einen Hinweis auf die Stärke der stattfindenden Reaktionen.

Der Peak (a) ist nur in einigen Erwärmkurven schwach zu erkennen. Daraus kann geschlossen werden, dass während der Erwärmung nur sehr wenige Cluster und GP-Zonen gebildet werden. Dies lässt sich erklären, da während der Kaltauslagerung ein Großteil der Legierungselemente schon vorher in den Clustern und GP-Zonen gebunden wurde. Somit stehen für diese Ausscheidungsreaktion nur wenige Legierungselemente zur Verfügung.

Der endotherme Peak (B) wird als Auflösung von Clustern und GP-Zonen interpretiert [26]. Dem Peak (B) in Abbildung 39 über den untersuchten Erwärmgeschwindigkeitsbereich folgend wird deutlich, dass der Peak bis zu einer Erwärmgeschwindigkeit von 0.3 Ks<sup>-1</sup> an Intensität zu gewinnen scheint und anschließend mit steigender Erwärmgeschwindigkeit annähernd konstant bleibt. An diesem Peak kann die Überlappung der Reaktionen deutlich gemacht werden. Aus Abbildung 39 geht hervor. dass die Peaktemperaturen von Peak (B) und Peak (c) bei der Erwärmgeschwindigkeit von 0,01 Ks<sup>-1</sup> nur ca. 55 K auseinander liegen. Durch eine Erhöhung der Erwärmgeschwindigkeit driften die beiden Peaks weiter auseinander, sodass bei der Erwärmgeschwindigkeit von 1 Ks<sup>-1</sup> schon mehr als 80 K zwischen den Peaktemperaturen beider Peaks liegt. Auch die Peaktemperatur jedes einzelnen Peaks ist durch die Überlappung der Reaktionen beeinflusst. Jedoch zeigt sich, dass der Peak (c) mit steigender Erwärmrate stärker zu höheren Temperaturen verschoben wird, als der Peak (B). Da die beiden Peaks mit steigender Erwärmgeschwindigkeit etwas auseinander driften, kann davon ausgegangen werden, dass die Überlappung beider Peaks abnimmt. Der endotherme Wärmestrom der Auflösungsreaktion der Cluster und
GP-Zonen wird bei geringen Erwärmgeschwindigkeiten durch den exothermen Wärmestrom der teilweise zeitgleich stattfindenden Ausscheidung von  $\beta$ ''-Teilchen kompensiert. Für die Auflösung von Ausscheidungen ist lediglich die Diffusion von Legierungselementen notwendig, während für die Bildung von Ausscheidungen eine Keimbildung und -wachstum sowie die Diffusion von Legierungselementen notwendig ist. Daraus folgt, dass Ausscheidungsreaktionen stärker von der Erwärmrate beeinflusst werden, als Auflösungsreaktionen, wie bereits OSTEN ET AL. [2] gezeigt haben. Die Reduzierung der Reaktionsüberlappung verursacht einen scheinbaren Anstieg der gemessenen Intensität des Peaks (B) mit steigender Erwärmgeschwindigkeit. Bei höheren Erwärmgeschwindigkeiten bleibt der Peak (B) in der Intensität annähernd konstant.

Der exotherme Peak (c) wird als die Bildung der  $\beta$  ''-Ausscheidungen interpretiert [27] und wird durch eine Erhöhung der Erwärmgeschwindigkeit zu höheren Temperaturen verschoben. Die Intensität von Peak (c) scheint mit steigender Erwärmgeschwindigkeit bis zu 0,1 Ks<sup>-1</sup> zu steigen. Die Zunahme der Peakintensität lässt sich, wie bereits diskutiert, auf eine Reduzierung der Überlappung mit Peak (B) zurückführen. Durch die verringerte Überlappung beider Reaktionen kommt es zu einer reduzierten Kompensation beider Wärmeströme. Als Folge nimmt die Intensität des exothermen Ausscheidungspeaks mit steigender Erwärmgeschwindigkeit bis zu 0,1 Ks<sup>-1</sup> zu. Durch eine weitere Erhöhung der Erwärmgeschwindigkeit über 0,1 Ks<sup>-1</sup> nimmt die Intensität des Peaks (c) anschließend stetig ab. Durch die höhere Erwärmgeschwindigkeit und der damit verbundenen Reduzierung der Zeit zur Bildung der Ausscheidungen wird die Ausscheidungsbildung zunehmend unterdrückt. Die Unterdrückung von Ausscheidungsvorgängen mit steigender Erwärm- und Abkühlrate ist für viele Legierungen gut dokumentiert und sowohl für das Erwärmen [2, 94–96], als auch das Abkühlen [13, 93, 97, 98] bekannt.

Der exotherme Peak (d) überlappt sich stark mit dem Peak (c). Der Peak (d) wird der Ausscheidung der  $\beta'$ -Phase zugeschrieben [30]. Die beiden Peaks sind bis zu einer Erwärmgeschwindigkeit von 0,1 Ks<sup>-1</sup> als einzelne Peaks erkennbar. Bei höheren Erwärmgeschwindigkeiten laufen die beiden Reaktionen unter einem Peak ab und sind anhand der DSC-Kurven nicht mehr voneinander zu trennen.

Der endotherme Peak (E), welcher der Auflösung der zuvor gebildeten Ausscheidungen  $\beta''$  und  $\beta'$  zugeschrieben wird [18], wird ebenfalls mit steigender Erwärmgeschwindigkeit zu höheren Temperaturen verschoben. Da es sich bei diesem Peak um die Auflösung

der zuvor gebildeten Phasen handelt, lassen sich durch den Peak (E) Erkenntnisse über die vorherigen Ausscheidungsreaktionen gewinnen. Die Intensität des Peaks ist bei geringen Erwärmraten relativ konstant. Daraus kann geschlossen werden, dass bei diesen Erwärmraten während der Peaks (c+d) ein ähnlicher Anteil der Phasen  $\beta''$  und  $\beta'$ ausgeschieden wird, die dann während des Peaks (E) wieder aufgelöst werden. Ebenso wie bei den Peaks (c+d) sinkt die Intensität des Peaks (E) oberhalb von 0,1 Ks<sup>-1</sup> mit steigender Erwärmrate. Wenn die Ausscheidungsreaktionen der Peaks (c+d) mit steigender Erwärmrate unterdrückt werden, kann anschließend in Peak (E) auch nur ein geringer Anteil an Ausscheidungen aufgelöst werden. Somit sinkt die Intensität der Peak (E) mit steigender Erwärmgeschwindigkeit simultan mit der Intensität der Peaks (c+d).

Durch die Auflösung von Ausscheidungen in Peak (E) liegt ein erneutes Potential für die Bildung von Ausscheidungen vor. Entsprechend wird der exotherme Peak (f) der Ausscheidung der Gleichgewichtsphase β-Mg<sub>2</sub>Si zugeordnet [93]. Es wird in Abbildung 39 deutlich, dass der Peak (f) mit steigender Erwärmgeschwindigkeit im Allgemeinen an Intensität verliert. Der Verlauf des Peaks ist stark durch die Überlappung mit Peak (E) und (G) beeinflusst. Ab der Erwärmgeschwindigkeit von 0,3 Ks<sup>-1</sup> wird der exotherme Bereich nur noch geschnitten und ab 1 Ks<sup>-1</sup> gar nicht mehr erreicht. Die plattenförmigen β-Ausscheidungen haben Kantenlängen von einigen μm [32]. Um diese großen Ausscheidungen zu bilden, müssen die Legierungselemente vergleichsweise lange Diffusionswege zurücklegen. Daraus kann geschlussfolgert werden, dass mit steigender Erwärmgeschwindigkeit zum einen die Größe der gebildeten β-Ausscheidungen und zum anderen der Volumenanteil der gebildeten Ausscheidungen sinkt.

Der endotherme Peak (G) wird als die Auflösung der β-Ausscheidungen sowie der zuvor noch nicht vollständig aufgelösten Phasen interpretiert [91]. Der Peak (G) wird mit Erwärmgeschwindigkeit schwächer. Ab steigender kontinuierlich der Erwärmgeschwindigkeit von 3 Ks<sup>-1</sup> kann dieser Peak nicht mehr beobachtet werden. In Peak (G) werden die β-Ausscheidungen, die während des Peaks (f) gebildet wurden, aufgelöst. Wie bereits erläutert. sinkt der Volumenanteil der gebildeten β-Ausscheidungen mit steigender Erwärmgeschwindigkeit. Entsprechend muss während des endothermen Peaks (G) ein geringerer Volumenanteil der β-Ausscheidung aufgelöst werden. Somit sinkt die Intensität des Peaks (G) mit steigender Erwärmrate simultan mit der Intensität des Peaks (f). Ab der Erwärmgeschwindigkeit von 3 Ks<sup>-1</sup> ist weder Peak (f) noch Peak (G) erkennbar. Daraus lässt sich schließen, dass dieser ab

Erwärmgeschwindigkeit im untersuchten Temperaturberiech keine  $\beta$ -Ausscheidungen gebildet werden und eine kritische Erwärmrate der  $\beta$ -Ausscheidung erreicht ist.

Nach dem Peak (G) sind keine weiteren Peaks erkennbar. Daraus kann geschlossen werden, dass oberhalb dieser Temperaturen alle Legierungselemente in Lösung sind.

#### B) Indirekte DSC-Messungen

Im Folgenden werden die Ergebnisse der neu entwickelten indirekten Messmethodik vorgestellt. Die Ergebnisse werden für jede untersuchte Erwärmrate in einem Diagramm Abbildung 40 dargestellt. die entsprechend Dabei sind aufgenommenen Wiedererwärmkurven nach den unterschiedlichen Spitzentemperaturen der zu untersuchenden Wärmebehandlung auf der linken Seiten dargestellt. Der Ausgangszustand befindet sich unten im Diagramm. Die Wiedererwärmkurven sind mit steigender Spitzentemperatur aufsteigend angeordnet. Zu jeder Wiedererwärmkurve ist ein eigenes Nullniveau mittels einer gepunkteten Linie dargestellt. Neben jeder Wiedererwärmkurve Spitzentemperatur ist die der zu untersuchenden Wärmebehandlung angegeben. Auf der rechten Seite befindet sich zu Vergleichszwecken entweder die direkt gemessene Erwärmkurve (Erwärmraten 0,1 und 1 Ks<sup>-1</sup>), oder die aus den Wiedererwärmversuchen rekonstruierten Erwärmkurven (Erwärmraten 20 und 100 Ks<sup>-1</sup>). Diese Kurve ist zur Übersichtlichkeit um 90° gedreht. Damit die Wiedererwärmkurven (links) mit der Temperaturachse der Erwärmkurve (rechts) übereinstimmen. Die Wiedererwärmkurven wurden für die Interpretation in Abschnitte unterteilt. Diese Abschnitte werden durch graue Linien voneinander getrennt und sind durch Römische Ziffern benannt. Die rekonstruierten Erwärmkurven können in ihrem exakten Verlauf nicht abgebildet werden und sind mit Untersicherheiten behaftet. Aus diesem Grund werden die rekonstruierten Erwärmkurven bei 20 und 100 Ks<sup>-1</sup> gestrichelt dargestellt.

Die neu entwickelte indirekte Messmethodik wurde anhand direkt messbarer Erwärmgeschwindigkeiten (0,1 und 1 Ks<sup>-1</sup>) verifiziert und validiert. Die aus diesen Messserien gewonnenen Erkenntnisse können anschließend auf nicht direkt messbare Erwärmgeschwindigkeiten (20 und 100 Ks<sup>-1</sup>) übertragen werden. Lineare Erwärmung der Legierung EN-AW 6060 T4 mit 0,1 Ks<sup>-1</sup>

Abbildung 40 zeigt die Wiedererwärmkurven der Legierung EN AW-6060 T4 aufgenommen mit der Erwärmgeschwindigkeit von 1 Ks<sup>-1</sup> nach einer vorherigen Wärmebehandlung mit der Erwärmrate von 0,1 Ks<sup>-1</sup> bis zu unterschiedlichen Maximaltemperaturen sowie die direkt aufgenommene Erwärmkurve mit 0,1 Ks<sup>-1</sup>.



Abbildung 40: Wiedererwärmkurven der Legierung EN AW-6060 T4 aufgenommen mit 1 Ks<sup>-1</sup> nach einer Erwärmung mit 0,1 Ks<sup>-1</sup> zu unterschiedlichen Maximaltemperaturen (links) sowie die direkt gemessene Erwärmkurve mit 0,1 Ks<sup>-1</sup> (rechts).

Die Wiedererwärmkurven im Abschnitt I bis zur Maximaltemperatur von 180 °C zeigen den identischen Verlauf, wie die Erwärmkurve aus dem Ausgangszustand. Daraus kann geschlossen werden, dass sich der Ausscheidungszustand während der Erwärmung mit 0,1 Ks<sup>-1</sup> bis zu dieser Temperatur nicht grundlegend ändert. Dies zeigt sich auch in der direkt gemessenen Erwärmkurve. Bis zu dieser Temperatur ist keine Reaktion messbar.

66

Die Wiedererwärmkurven im Abschnitt II nach den Spitzentemperaturen zwischen 180 und 230 °C zeigen, dass der Peak (B) mit steigender Maximaltemperatur kontinuierlich an Intensität verliert und bei der Wiedererwärmkurve von 255 °C nicht mehr vorhanden ist. Der Peak (B) repräsentiert die Auflösung der Cluster und GP-Zonen des Ausgangszustands [26]. Werden diese Ausscheidungen bereits während der ersten Erwärmung mit 0,1 Ks<sup>-1</sup> teilweise oder komplett aufgelöst, können die Ausscheidungen während der Wiedererwärmung nicht erneut aufgelöst werden. Diese Interpretation wird durch die direkt gemessene Erwärmkurve gestützt, da in diesem Temperaturintervall der Peak (B) in Erscheinung tritt.

In den Wiedererwärmkurven im Abschnitt III zwischen den Spitzentemperaturen von 230 bis 305 °C zeigt sich, dass der Peak (c+d) mit steigender Spitzentemperatur der ersten Wärmebehandlung an Intensität verliert und schließlich komplett verschwindet. Der Peak (c+d) wird als die Bildung der Vorstufenausscheidungen  $\beta''$  und  $\beta'$  angesehen [27]. Wenn diese Phasen schon während der vorherigen Erwärmung mit 0,1 Ks<sup>-1</sup> ausgeschieden werden und somit die dazu notwendigen Legierungselemente binden, können sich diese Phasen nicht erneut während der Wiedererwärmung ausscheiden. Dies wird durch die direkt gemessene Erwärmkurve bei 0,1 Ks<sup>-1</sup> bestätigt. In diesem Temperaturintervall zeigt sich der Peak (c+d). Der Peak (B) tritt in den Wiedererwärmkurven nicht erneut auf, da vorher alle Cluster und GP-Zonen aufgelöst wurden.

Der Peak (c+d) gewinnt anschließend im Abschnitt IV in den Wiedererwärmkurven der Spitzentemperaturen zwischen 305 und 430 °C erneut an Intensität. Dies spricht dafür, dass während der vorherigen Wärmebehandlung Ausscheidungen aufgelöst wurden und Legierungselemente Wiedererwärmen somit vor dem gelöst in dem Aluminiummischkristall vorliegen. Durch die gelösten Legierungselemente können während der Wiedererwärmung erneut Ausscheidungen gebildet werden, wodurch der Peak (c+d) in den Wiedererwärmkurven erneut erscheint. Gleichzeitig wird der Peak (E) mit steigender Spitzentemperatur schwächer, was weiterhin für die zunehmende Auflösung zuvor gebildeter Ausscheidungen während der vorherigen Erwärmung spricht. Diese Deutung wird ebenfalls durch die direkt gemessene Erwärmkurve gestützt. In diesem Temperaturbereich dominiert der Peak (E), der als die Auflösung der ß" und β'-Phasen gedeutet wird [19].

In dieser Messserie zeigt sich eine Besonderheit. Nur bei dieser langsamen Erwärmgeschwindigkeit von 0,1 Ks<sup>-1</sup> reicht der Peak (f) in den exothermen Bereich.

Dadurch kann in dieser Messserie für den Abschnitt V ein Unterabschnitt V1 definiert werden. Die Wiedererwärmkurve der Spitzentemperatur von 455 °C liegt in diesem Unterabschnitt. Die Wiedererwärmkurve zeigt einen schwachen Peak (c+d). Dies spricht dafür, dass einige wenige Legierungselemente in Lösung sind, wodurch es bei der Wiedererwärmung ein Potential für die Bildung von Ausscheidungen gibt. Diese Ausscheidungen werden anschließend in dem ebenfalls schwach ausgeprägten Peak (E) wieder aufgelöst. Der Peak (f) ist in der Wiedererwärmkurve ebenfalls nur sehr schwach ausgeprägt. Es wird jedoch deutlich, dass der Peak (G), welcher als die Auflösung der Gleichgewichtsphase β interpretiert wird, im Vergleich zu den anderen Wiedererwärmkurven, am stärksten ausgeprägt ist. Daraus lässt sich schließen, dass der ersten Wärmebehandlung mit 0,1 Ks<sup>-1</sup> ein großer Anteil während an β-Ausscheidungen gebildet wurde. Diese müssen während der Wiedererwärmung aufgelöst werden. Diese Erklärung wird erneut von der direkten Erwärmkurve bestätigt, da in diesem Abschnitt der Peak (f) dominiert, der als Ausscheidungsreaktion der Gleichgewichtsphase  $\beta$  angesehen wird [93].

Im Unterabschnitt V<sub>2</sub> bei den Wiedererwärmkurven von 480 und 505 °C im nimmt der Peak (c+d) wieder an Intensität zu. Im gleichen Temperaturintervall wird der Peak (G) mit steigender Spitzentemperatur schwächer. Daraus lässt sich schließen, dass ein Großteil der Legierungselemente vor der Wiedererwärmung in Lösung ist. Dies ist unter Berücksichtigung der vorherigen Wiedererwärmkurve bei 455 °C, bei der zu Beginn ein Großteil der Legierungselemente in der Gleichgewichtsphase  $\beta$  gebunden waren, nur möglich, wenn diese Ausscheidungen wieder aufgelöst wurden. Damit sich der Peak (c+d) in den Wiedererwärmkurven so deutlich zeigt, muss bei der Erwärmung mit 0,1 Ks<sup>-1</sup> zwischen 455 und 505°C die Auflösung der zuvor gebildeten  $\beta$ -Ausscheidungen stattgefunden haben. Diese Interpretation der Wiedererwärmkurven wird durch die direkte Erwärmkurve bestätigt. In diesem Temperaturbereich dominiert der Peak (G), welcher hauptsächlich als Auflösung der  $\beta$ -Ausscheidungen interpretiert wird [91].

Die Wiedererwärmkurven im Abschnitt VI der Spitzentemperaturen 530 und 555 °C zeigen den gleichen Verlauf. Daraus lässt sich schließen, dass der Ausscheidungszustand nach der Erwärmung mit 0,1 Ks<sup>-1</sup> sowohl bei der Spitzentemperatur von 530 und 555 °C identisch ist. In dem Temperaturbereich zwischen 530 und 555 °C sind während der ersten Wärmebehandlung demnach keine Ausscheidungs- oder Auflösungsreaktionen mehr abgelaufen. Diese Interpretation wird durch die direkte Erwärmkurve gestützt, die in diesem Temperaturintervall einen reaktionsfreien Bereich zeigt.

#### Lineare Erwärmung der Legierung EN-AW 6060 T4 mit 1 Ks<sup>-1</sup>

zeigt die Wiedererwärmkurven der Legierung Abbildung 41 EN AW-6060 T4 aufgenommen mit der Erwärmgeschwindigkeit von 1 Ks<sup>-1</sup> nach einer Wärmebehandlung mit der Erwärmrate von 1 Ks<sup>-1</sup> zu unterschiedlichen Maximaltemperaturen sowie die direkt aufgenommene Erwärmkurve mit 1 Ks<sup>-1</sup>. Im Vergleich mit der Messserie mit einer Erwärmgeschwindigkeit von 0,1 Ks<sup>-1</sup> fällt auf, dass die Erwärmkurve aus dem Ausgangszustand einen leicht veränderten Verlauf aufweist. Der Peak (B) ist bei der Messserie der Erwärmrate von 0,1 Ks<sup>-1</sup> stärker ausgeprägt, als bei der Messserie mit 1 Ks<sup>-1</sup>. Dafür weisen die Peaks (c+d) und (G) in dieser Messserie eine größere Intensität auf. Dies wird auf die fortschreitende Kaltauslagerung der untersuchten Legierung zurückgeführt. Die Legierung wurde in einem kaltausgelagerten Zustand angeliefert. Es ist nicht bekannt, wie lange der Werkstoff vor der Lieferung ausgelagert wurde. Die Wiedererwärmversuche nach der Wärmebehandlung mit der Erwärmrate von 0,1; 20 und 100 Ks<sup>-1</sup> wurden etwa ein Jahr nach der Messserie mit der Erwärmgeschwindigkeit von 1 Ks<sup>-1</sup> durchgeführt. In diesem Zeitraum wurde das Material weiterhin bei AlMgSi-Legierungen Raumtemperatur gelagert. können sich während der Kaltauslagerung über einen langen Zeitraum nach der Abschreckung verändern [99, 100]. Die später aufgenommenen Erwärmkurven aus dem Ausgangszustand zeigen einen intensiveren Peak (B). Daraus kann geschlossen werden, dass sich während der längeren Lagerung bei Raumtemperatur weitere Cluster und GP-Zonen gebildet haben. Durch die stärkere Überlappung mit Peak (c+d). Dadurch wirkt dieser Peak in den Erwärmkurven mit 0,1; 20 und 100 Ks<sup>-1</sup> etwas schwächer. Um eine Basiskurve für jede Messserie zu haben, wurde der Ausgangszustand für jede Messserie neu aufgenommen. Eine Messserie wurde innerhalb weniger Tagen oder Wochen durchgeführt. Die Veränderung des Materials während einer Messserie ist daher als gering einzustufen. Grundsätzlich kann die Interpretation aller Wiedererwärmkurven jedoch analog zu der Interpretation der Wiedererwärmkurven der Erwärmgeschwindigkeit von 0,1 Ks<sup>-1</sup> erfolgen.



Abbildung 41: Wiedererwärmkurven der Legierung EN AW-6060 T4 aufgenommen mit 1 Ks<sup>-1</sup> nach einer Erwärmung mit 1 Ks<sup>-1</sup> zu unterschiedlichen Maximaltemperaturen (links) sowie die direkt gemessene Erwärmkurve mit 1 Ks<sup>-1</sup> (rechts).

Die Wiedererwärmkurven im Abschnitt I bis zu der Spitzentemperatur von 170°C verändern sich in ihrem Verlauf nicht. Daraus kann geschlossen werden, dass in diesem Temperaturbereich keine Ausscheidungs- oder Auflösungsreaktion während der vorherigen Wärmebehandlung stattfindet. Diese Interpretation wird durch die direkt gemessene Erwärmkurve bestätigt, die in diesem Temperaturintervall einen reaktionsfreien Bereich zeigt.

Im Abschnitt II von 170 bis 230 °C wird in den Wiedererwärmkurven deutlich, dass der Peak (B) kontinuierlich mit steigender Spitzentemperatur der vorherigen Wärmebehandlung an Intensität verliert. Folglich müssen die Cluster und GP-Zonen mit steigender Spitzentemperatur zunehmend während der ersten Wärmebehandlung

aufgelöst worden sein. Dies wird erneut durch die direkte Erwärmkurve bestätigt, die in diesem Temperaturbereich den endothermen Auflösungspeak (B) zeigt.

In Abschnitt III zwischen 260 und 320 °C zeigt sich in den Wiedererwärmkurven, dass der Peak (B) nicht mehr auftritt, was zu dem Schluss führt, dass die Ausscheidungen der Kaltauslagerung bereits während der ersten Wärmebehandlung aufgelöst wurden. Weiterhin wird deutlich, dass der Peak (c+d) mit steigender Spitzentemperatur kontinuierlich an Intensität verliert. Das zeigt, dass während der Wiedererwärmung mit steigender Spitzentemperatur ein abnehmender Anteil an  $\beta''$ - und  $\beta'$ -Ausscheidungen gebildet wird, da diese bereits während der vorherigen Wärmebehandlung ausgeschieden wurden. Dieses Ergebnis wird wiederum durch die direkte Erwärmkurve gestützt. Im Vergleich zu den Wiedererwärmkurven nach der Wärmebehandlung mit der Erwärmgeschwindigkeit von 0,1 Ks<sup>-1</sup> wird jedoch deutlich, dass der Peak (c+d) in dieser Messserie noch immer deutlich ausgeprägt in den Wiedererwärmkurven auftritt. Daraus kann geschlossen werden, dass bei der Erwärmgeschwindigkeit von 1 Ks<sup>-1</sup> nicht alle zur Verfügung stehenden Legierungselemente für die Bildung der  $\beta''$ - und  $\beta'$ -Ausscheidungen gebunden werden und es schon zu einer Unterdrückung der Ausscheidungsreaktion durch die vorherige erhöhte Erwärmgeschwindigkeit kommt.

In Abschnitt IV bei den Spitzentemperaturen von 310 bis 470 °C zeigt sich in den Wiedererwärmkurven, dass der Peak (c+d) mit steigender Spitzentemperatur kontinuierlich an Intensität zunimmt. Daraus wird geschlossen, dass während der vorherigen Wärmebehandlung zunehmend Legierungselemente durch die Auflösung von Ausscheidungen in Lösung gebracht wurden. Diese gelösten Legierungselemente können anschließend während der Wiedererwärmung Ausscheidungen bilden. Diese Interpretation der Wiedererwärmkurven wird durch die direkt gemessene Erwärmkurve bestätigt. In dem Temperaturintervall dominiert der Peak (E), der als Auflösung der  $\beta''$ - und  $\beta'$ -Ausscheidungen angesehen wird.

Die Wiedererwärmkurven im Abschnitt V der Spitzentemperaturen von 470 bis 530 °C ändern sich in ihrem Verlauf nur wenig. Lediglich der Peak (c+d) gewinnt etwas an Intensität, Auflösungsreaktion was für eine weitere während ersten der Wärmebehandlung spricht. Eine deutliche Intensitätssteigerung des Peaks (G) wie in der vorherigen Messserie ist in keiner Wiedererwärmkurve zu beobachten. Daraus kann geschlossen werden, dass die Ausscheidungsreaktion der Gleichgewichtsphase β bei der Erwärmgeschwindigkeit von 1 Ks<sup>-1</sup> deutlich unterdrückt ist. Dieses Verhalten bildet auch die direkt gemessene Erwärmkurve in dem entsprechenden Temperaturbereich ab.

In dem Abschnitt VI oberhalb der Spitzentemperaturen von 530 °C ändern sich die Wiedererwärmkurven nicht wesentlich. Daraus folgt, dass oberhalb dieser Temperatur während der ersten Wärmebehandlung keine Ausscheidungs- oder Auflösungsreaktionen stattgefunden haben.

Als Zwischenergebnis kann festgehalten werden, dass aus den Veränderungen in den Wiedererwärmkurven nach einer vorherigen Wärmebehandlung auf die Ausscheidungsund Auflösungsreaktionen der zu untersuchenden Wärmebehandlung geschlossen werden kann. Die Informationen, die durch die Wiedererwärmkurven gewonnen werden, werden durch die direkt gemessene Erwärmkurve bestätigt.

#### Lineare Erwärmung der Legierung EN-AW 6060 T4 mit 20 Ks<sup>-1</sup>

Die gewonnen Erkenntnisse über die Veränderung der Wiedererwärmkurven in Abhängigkeit einer vorherigen Wärmebehandlung sollen nun genutzt werden, um die Ausscheidungs- und Auflösungsreaktionen während einer in konventionellen DSCs nicht direkt messbare Erwärmgeschwindigkeit von 20 Ks<sup>-1</sup> darzustellen. Abbildung 42 zeigt die Wiedererwärmkurven der Legierung EN AW-6060 T4 aufgenommen mit der Erwärmgeschwindigkeit von 1 Ks<sup>-1</sup> nach einer vorherigen Wärmebehandlung mit der Erwärmrate von 20 Ks<sup>-1</sup> bis zu unterschiedlichen Maximaltemperaturen sowie die rekonstruierte DSC-Erwärmkurve mit der Erwärmrate von 20 Ks<sup>-1</sup>.

Die Wiedererwärmkurven im Abschnitt I bis zu einer Spitzentemperatur von 200 °C zeigen den identischen Verlauf. Daraus lässt sich schließen, dass während der Erwärmung mit 20 Ks<sup>-1</sup> bis zu 200 °C keine Ausscheidungs- oder Auflösungsreaktionen ablaufen. Dieser reaktionsfreie Bereich wurde in die rekonstruierte Erwärmkurve übernommen.

Bei den Wiedererwärmkurven im Abschnitt II der Spitzentemperaturen zwischen 225 und 275 °C wird der Peak (B) mit steigender Spitzentemperatur der vorherigen Wärmebehandlung kontinuierlich schwächer und verschwindet schließlich komplett. Dieses Verhalten lässt darauf schließen, dass während der vorherigen Erwärmung mit 20 Ks<sup>-1</sup> in diesem Temperaturintervall die Auflösung der Cluster und GP-Zonen des Ausgangszustands stattfindet. Wurden diese Ausscheidungen bereits während der ersten Wärmebehandlung aufgelöst, können diese während der Wiedererwärmung nicht erneut aufgelöst werden. Die Auflösung der Cluster und GP-Zonen wurde als endothermer Auflösungspeak (B) in die rekonstruierte Erwärmkurve übertragen.



Abbildung 42: Wiedererwärmkurven der Legierung EN AW-6060 T4 aufgenommen mit 1 Ks<sup>-1</sup> nach einer Erwärmung mit 20 Ks<sup>-1</sup> zu unterschiedlichen Maximaltemperaturen (links) sowie die rekonstruierte Erwärmkurve mit 20 Ks<sup>-1</sup> (rechts).

Der Peak (c+d) verliert im Abschnitt III in den Wiedererwärmkurven der Spitzentemperaturen von 275 bis 450 °C mit steigender Spitzentemperatur kontinuierlich an Intensität. Dies kann auf die Bildung der  $\beta''$ - und  $\beta'$ -Ausscheidung während der vorherigen Wärmebehandlung zurückgeführt werden. Werden diese Ausscheidungen während der ersten Wärmebehandlung gebildet, sinkt das Potential für eine weitere Bildung dieser Ausscheidungen während der Wiedererwärmung, wodurch der Peak (c+d) in den Wiedererwärmkurven schwächer wird. Diese exotherme Ausscheidungsreaktion (c+d) in dem angegebenen Temperaturintervall wurde in die rekonstruierte Erwärmkurve übernommen.

Bei den Wiedererwärmkurven im Abschnitt IV/V der Spitzentemperaturen oberhalb von 450 °C zeigt sich, dass der Peak (c+d) wieder etwas an Intensität gewinnt. Dies lässt auf die Auflösung der während der vorherigen Wärmebehandlung gebildeten  $\beta''$ - und  $\beta'$ -Ausscheidung schließen. Durch die Auflösung der Vorstufenausscheidungen werden Legierungselemente in dem Aluminiummischkristall gelöst. Diese gelösten Legierungselemente können während der Wiedererwärmung erneut Ausscheidungen bilden, was den Intensitätsgewinn des Peaks (c+d) in den Wiedererwärmkurven begründet. diesem Temperaturintervall In kann somit eine endotherme Auflösungsreaktion (E+G) angenommen werden, welche in die rekonstruierte Erwärmkurve übernommen wurde.

#### Lineare Erwärmung der Legierung EN-AW 6060 T4 mit 100 Ks<sup>-1</sup>

Abbildung 43 zeigt die Wiedererwärmkurven der Legierung EN AW-6060 T4 aufgenommen mit der Erwärmgeschwindigkeit von 1 Ks<sup>-1</sup> nach einer vorherigen Erwärmung mit 100 Ks<sup>-1</sup> auf unterschiedlichen Spitzentemperaturen sowie die daraus rekonstruierte DSC-Erwärmkurve für die Erwärmgeschwindigkeit von 100 Ks<sup>-1</sup>. Im Abschnitt I bis zur Spitzentemperatur von 200 °C ändern sich die Wiedererwärmkurven nicht, was auf einen reaktionsfreien Bereich bei der Erwärmung mit 100 Ks<sup>-1</sup> bis zu 200 °C schließen lässt.

Im Abschnitt II bei den Spitzentemperaturen von 200 bis 300 °C wird der Peak (c+d) in den Wiedererwärmkurven mit steigender Spitzentemperatur kontinuierlich schwächer. Dies wird durch die Auflösung der Cluster und GP-Zonen des Ausgangszustands während der Erwärmung mit 100 Ks<sup>-1</sup> hervorgerufen. Dieser endotherme Auflösungspeak (B) wurde in die rekonstruierte Erwärmkurve übernommen.

Die Wiedererwärmkurven im Bereich VI mit den Spitzentemperaturen oberhalb von 300 °C ändern sich nicht in ihrem Verlauf. Daraus lässt sich schließen, dass die Bildung von  $\beta''$ - und  $\beta'$ -Ausscheidung bei der Erwärmgeschwindigkeit von 100 Ks<sup>-1</sup> unterdrückt wird. In der rekonstruierten Erwärmkurve entfällt daher Peak (c+d). Werden diese Ausscheidungen nicht gebildet, können sie anschließend auch nicht erneut aufgelöst werden, sodass auch der Peak (E) in der rekonstruierten Erwärmkurve entfällt. Aus diesem Grund wird der Abschnitt oberhalb 300 °C bei der Erwärmgeschwindigkeit von 100 Ks<sup>-1</sup> als reaktionsfrei angesehen.



Abbildung 43: Wiedererwärmkurven der Legierung EN AW-6060 T4 aufgenommen mit 1 Ks<sup>-1</sup> nach einer Erwärmung mit 100 Ks<sup>-1</sup> zu unterschiedlichen Maximaltemperaturen (links) sowie die rekonstruierten Erwärmkurve mit 100 Ks<sup>-1</sup> (rechts).

Durch die Interpretation der Wiedererwärmkurven nach der vorherigen Wärmebehandlung kann auf die ablaufenden Auflösungs- und Ausscheidungsreaktionen während einer bisher nicht messbaren Erwärmgeschwindigkeit geschlossen werden. Messmethode Durch diese können die DSC-Erwärmkurven hoher Erwärmgeschwindigkeiten, hier 20 und 100 Ks<sup>-1</sup> rekonstruiert werden.

76

# C) Zusammenfassende Betrachtung der direkten und indirekten kalorimetrischen Messungen

Durch die zusammenfassende Betrachtung der direkten und indirekten Messungen können die Ausscheidungs- und Auflösungsreaktionen während der Erwärmung in einer vorher nicht zugänglichen Erwärmgeschwindigkeitsbandbreite untersucht werden.

Abbildung 44 zeigt die Erwärmkurven der Legierung EN AW-6060 T4 aus den direkten DSC-Messungen von 0,01 bis 5 Ks<sup>-1</sup> sowie die rekonstruierten Erwärmkurven von 20 und 100 Ks<sup>-1</sup>. Es sei nochmal darauf hingewiesen, dass die Peakintensitäten bei der indirekten DSC nur abgeschätzt sind. Die entwickelte Messmethodik liefert verlässlich die Temperaturintervalle, in denen die Reaktionen ablaufen.



Erwärmkurven von EN AW-6060 T4

Abbildung 44: Erwärmkurven der Legierung EN AW-6060 T4 aufgenommen mit der konventionellen DSC von 0,01 bis 5 Ks<sup>-1</sup> und den rekonstruierten Erwärmkurven aus indirekten Messungen bei 20 und 100 Ks<sup>-1</sup>.

Es wird deutlich, dass sich die Peaks der rekonstruierten DSC-Erwärmkurven sehr gut in die ratenabhängige Verschiebung der Temperaturintervalle der direkt gemessenen DSC-Erwärmkurven einfügen.

Die Temperaturintervalle in denen die einzelnen Reaktionen bei einer bestimmten Erwärmgeschwindigkeit dominieren, lassen sich über die komplette untersuchte kontinuierlichen Bandbreite der Erwärmgeschwindigkeiten in Temperatur-Zeit-Auflösungs-Diagrammen darstellen. Diese Diagramme sind zum einen legierungs- und chargenspezifisch und zum anderen abhängig vom Ausgangzustand der untersuchten Charge [2]. Abbildung 45 zeigt das kontinuierliche Temperatur-Zeit-Ausscheidungs-Diagramm der Legierung EN AW-6060 T4 aus dem kaltausgelagerten Ausgangszustand, welches aus den Ergebnissen aus Abbildung 44 abgeleitet wurde. Es sei noch einmal darauf hingewiesen, dass die dargestellten Start- und Endpunkte durch die Überlappung nicht den physikalischen Start und Abschluss einer Reaktion darstellen, sondern nur, in welchem Temperaturbereich eine Reaktion kalorimetrisch dominiert. Lediglich die erste Starttemperatur sowie das Ende der finalen Auflösungsreaktion entsprechen den physikalischen Start- bzw. Endtemperaturen der ablaufenden Reaktionen.



Abbildung 45: Kontinuierliches Zeit-Temperatur-Auflösungs-Diagramm der Legierung EN AW-6060 T4 unter Berücksichtigung direkter und indirekter DSC-Messungen von 0,01 bis 100 Ks<sup>-1</sup>.

Diese Diagramme gelten dabei nur für eine kontinuierliche Erwärmung und sind entlang der einzelnen Erwärmgeschwindigkeiten (graue Linien) von geringen zu hohen Temperaturen zu lesen. Während der Erwärmung werden dabei verschiedene

dominierende Peakbereiche durchlaufen, die eine Auflösung bzw. Ausscheidung einzelner Phasen anzeigen. Aus Abbildung 45 geht hervor, dass die Reaktionen im Allgemeinen mit steigender Erwärmgeschwindigkeit zu höheren Temperaturen verschoben werden. Einzelne Peaks können bei höheren Erwärmgeschwindigkeiten nicht mehr voneinander getrennt werden wie Peak (c) und (d) oder sind durch die zunehmende Unterdrückung der Ausscheidungsreaktionen nicht mehr messbar wie Es dem Diagramm Peak (a). kann in abgelesen werden. welche Erwärmgeschwindigkeiten und Spitzentemperaturen einer Kurzzeit-Wärmebehandlung geeignet sind, um einen gewünschten Ausscheidungszustand zu erreichen. Oberhalb der Erwärmraten spezifischen Solvustemperatur (blaue Linie) sind alle Ausscheidungen aufgelöst. Durch die neu entwickelte indirekte Messmethodik können diese Diagramme signifikant zu höheren Erwärmgeschwindigkeiten erweitert werden.

## 4.1.2 Mechanische Eigenschaften

## A) Thermo-mechanische Untersuchungen nach Erwärmung bei Raumtemperatur

Die Auswirkungen einer Erwärmung auf unterschiedliche Maximaltemperaturen auf die mechanischen Eigenschaften bei Raumtemperatur sind in Abbildung 46 dargestellt. Die Abbildung zeigt die 0,2%-Dehngrenze sowie die Zugfestigkeit auf Raumtemperatur der Legierung EN AW-6060 nach einer Erwärmung mit 1 Ks<sup>-1</sup> auf verschiedene Maximaltemperaturen und einer nachfolgenden Abschreckung. Ebenfalls ist die DSC-Erwärmkurve der untersuchten Legierung bei 1 Ks<sup>-1</sup> dargestellt. Die Fehlerbalken zeigen den höchsten sowie den niedrigsten Wert aus drei Einzelmessungen.



Abbildung 46: Dehngrenze und Zugfestigkeit auf Raumtemperatur nach vorheriger Erwärmung mit 1 Ks<sup>-1</sup> der Legierung EN AW-6060 mit der zugehörigen DSC-Erwärmkurve der Erwärmrate von 1 Ks<sup>-1</sup>.

Im Ausgangszustand beträgt die Zugfestigkeit etwa 170 Nmm<sup>-2</sup> und die Dehngrenze rund 80 Nmm<sup>-2</sup>. Es zeigt sich, dass die Festigkeit durch die Erwärmung bis zu 173 °C und eine nachfolgende Abschreckung leicht ansteigt. In diesem Temperaturbereich zeigt sich in der DSC-Erwärmkurve der exotherme Peak (a), welcher auf die Ausscheidung von Clustern hindeutet. Die schwache Ausscheidung von Clustern korreliert somit mit einer leichten Festigkeitszunahme.

Ein weiterer Anstieg der Maximaltemperatur auf 248 und 276 °C führt zu einer deutlichen Entfestigung des Werkstoffs. Während der Wärmebehandlung bis zu 276 °C wird die Zugfestigkeit im Vergleich zum Ausgangszustand um mehr als 25 % und die Streckgrenze um etwa 35% reduziert. Die DSC-Erwärmkurve zeigt, dass in diesem Temperaturintervall die Auflösung von Clustern und GP-Zonen stattfindet. Die Cluster und GP-Zonen bewirken die Verfestigung im kaltausgelagerten Zustand [6]. Durch die Auflösung dieser festigkeitssteigernden Ausscheidungen ist die Reduzierung der Festigkeitswerte zu erklären.

Die Festigkeit der Legierung wird durch einen Anstieg der Maximaltemperatur auf 328 und 368 °C wieder erhöht. In diesem Temperaturbereich zeigt die DSC-Erwärmkurve die Bildung der  $\beta''$ - und  $\beta'$ -Ausscheidungen. Es ist bekannt, das die Bildung der  $\beta''$ -Ausscheidungen zu einer erheblichen Festigkeitssteigerung in AlMgSi-Legierungen führt [101]. Durch diese Ausscheidungen steigt die Dehngrenze im Vergleich zu den Werten bei 276 °C um ca. 9 % und die Zugfestigkeit um ca. 50 %. Die  $\beta'$ -Ausscheidungen bewirken eine deutlich geringe Festigkeitssteigerung, als die  $\beta''$ -Ausscheidungen [102]. Aufgrund der großen Überlappungen können bereits kleine Unterschiede in den Maximaltemperaturen zu veränderten Anteilen der  $\beta''$ - und  $\beta'$ -Ausscheidungen führen. Dieses Verhalten spiegelt sich in den vergleichsweise großen Streubalken bei dieser Maximaltemperatur wieder.

Maximaltemperaturen oberhalb 368 °C führen zu einer weiteren kontinuierlichen Abnahme der Dehngrenze und Zugfestigkeit. Die Zugfestigkeit wird durch die Erwärmung auf 549 °C und eine anschließende Abschreckung um ca. 25 % im Vergleich zum Ausgangszustand reduziert. Die Dehngrenze sinkt durch diese Wärmebehandlung um mehr als 50 %. Die DSC-Erwärmkurve zeigt in diesem Temperaturbereich hauptsächlich die Auflösung von Ausscheidungen. Durch die Auflösungsreaktionen der festigkeitssteigernden Teilchen ist die Entfestigung zu erklären.

Durch diese Messserien konnte gezeigt werden, dass die kalorimetrisch gemessenen endothermen und exothermen Peaks mit den mechanischen Eigenschaften korrelieren und die Ausscheidungs- und Auflösungsreaktionen einen signifikanten Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften haben. Besonders die Auflösung der Cluster und GP-Zonen führt zu einer erheblichen Entfestigung des Materials, während die Bildung der  $\beta$ ''-Ausscheidungen zu einer erneuten Verfestigung führt.

# B) Thermo-mechanische Untersuchungen während einer Kurzzeit-Wärmebehandlung

Abbildung 47 zeigt technische Spannungs-Dehnungskurven der Legierung EN AW-6060 T4 während einer Erwärmung mit 0,1 und 20 Ks<sup>-1</sup> auf verschiedenen Temperaturen.



Abbildung 47: Technische Spannungs-Dehnungskurven der Legierung EN AW-6060 auf unterschiedlichen Temperaturen bei linearer Erwärmung mit 0,1 und 20 Ks<sup>-1</sup>.

Es wird deutlich, dass die Festigkeit mit steigender Temperatur beim Erwärmen abnimmt. Gleichzeitig nimmt die Bruchdehnung im Allgemeinen mit steigender Temperatur zu. Die Spannungs-Dehnungskurven bei Temperaturen bis zu 225 °C zeigen eine ausgeprägte Verfestigung. Die Spannungs-Dehnungskurven bei höheren Temperaturen zeigen hingegen kaum eine Verfestigung. Teilweise zeigt sich eine Entfestigung wie am Beispiel der Spannungs-Dehnungskurve bei 325 °C beim Erwärmen mit 0,1 Ks<sup>-1</sup>. Dies wird auf eine fortschreitende Auflösung von Teilchen während der Dauer des Warmzugversuchs zurückgeführt.

Abbildung 48 zeigt technische Spannungs-Dehnungskurven der Legierung EN AW-6060 T4 während einer Abkühlung mit 0,1 und 20 Ks<sup>-1</sup> auf verschiedenen Temperaturen nach Lösungsglühen 550 °C, 20 min. Es wird deutlich, dass die Festigkeit mit sinkender Temperatur beim Abkühlen erneut ansteigt.

80



Abbildung 48: Technische Spannungs-Dehnungskurven der Legierung EN AW-6060 auf unterschiedlichen Temperaturen bei linearer Abkühlung mit 0,1 und 20 Ks<sup>-1</sup>, nach Lösungsglühen 550 °C, 20 min.

Abbildung 49 zeigt die Verläufe der Dehngrenze und der Zugfestigkeit der Legierung EN AW-6060 in Abhängigkeit der untersuchten Erwärm- und Abkühlgeschwindigkeiten sowie der Temperatur. Es wird deutlich, dass die Dehngrenze und die Zugfestigkeit beim Erwärmen mit steigender Temperatur kontinuierlich sinken. Im Ausgangszustand weist der Werkstoff eine Dehngrenze von ca. 104 Nmm<sup>-2</sup> sowie eine Zugfestigkeit von rund 200 Nmm<sup>-2</sup> auf. Die Unterschiede des Ausgangszustands im Vergleich zur vorherigen Messserie (Abbildung 46) sind auf die bereits beschriebenen unterschiedlichen Untersuchungszeitpunkte und die fortschreitende Kaltauslagerungsdauer zurückzuführen. Die Dehngrenze und Zugfestigkeit reduziert sich durch eine Erwärmung auf 550 °C bei beiden untersuchten Erwärmgeschwindigkeiten auf ca. 8 Nmm<sup>-2</sup>.

EN AW-6060



Abbildung 49: Verlauf der Dehngrenze und Zugfestigkeit der Legierung EN AW-6060 auf unterschiedlichen Temperaturen bei linearer Erwärmung und bei Lösungsglühen 550 °C, 20 min und anschließender Abkühlung mit 0,1 und 20 Ks<sup>-1</sup>.

Es zeigt sich, dass die Dehngrenze insbesondere bei 325 °C und der schnellen Erwärmung mit 20 Ks<sup>-1</sup> geringfügig unterhalb der Dehngrenze der langsamen Erwärmung liegt. Während der Abkühlung nach dem Lösungsglühen steigen die Dehngrenze sowie die Zugfestigkeit mit sinkender Temperatur erneut an. Bei der Temperatur von 225 °C liegen die Dehngrenzen bei beiden untersuchten Abkühlraten bei 43 Nmm<sup>-2</sup> und die Zugfestigkeit bei 116 Nmm<sup>-2</sup>. Bei einer Abkühlung mit 20 Ks<sup>-1</sup> liegt die Zugfestigkeit bei 93 Nmm<sup>-2</sup> und bei einer Abkühlung mit 0,1 Ks<sup>-1</sup> bei 116 Nmm<sup>-2</sup>. Durch eine weitere Abkühlung steigen die Festigkeitskennwerte im Allgemeinen nicht weiter an.

Für die untersuchte Legierung EN AW-6060 wurden keine kalorimetrischen Abkühlkurven aufgenommen. MILKEREIT ET AL. [103] haben jedoch für eine andere Charge der Legierung EN AW-6060 DSC-Abkühlkurven aufgenommen. Dabei wurde als kritische Abschreckgeschwindigkeit ca. 0,8 Ks<sup>-1</sup> angegeben. Diese Ausscheidungsbildung beginnt bei etwa 350 °C. Daraus folgt, dass während der langsamen Abkühlung mit 0,1 Ks<sup>-1</sup> ab ca. 350 °C grobe Ausscheidungen gebildet werden, die nicht wesentlich zur Festigkeit beitragen. Durch die überkritische Abkühlung mit 20 Ks<sup>-1</sup> kommt es zu keiner Ausscheidungsbildung während der Abkühlung. Somit sind alle Legierungselemente im Mischkristall gelöst. Die gelösten Legierungselemente erhöhen die mechanischen Eigenschaften durch den Mechanismus der Mischkristallverfestigung.

Durch diese Messserie wurde gezeigt, dass die mechanischen Eigenschaften stark von der Prüftemperatur und der Wärmebehandlungsgeschichte abhängen. Insbesondere treten bei gleichen Temperaturen unterschiedliche Eigenschaften auf, je nachdem, ob sich der Werkstoff auf dem Erwärmpfad oder Abkühlpfad befindet. Dies stellt eine große Herausforderung für die Aufstellung mechanischer Werkstoffmodelle, siehe Kapitel 2.5, dar.

## Thermo-mechanische Untersuchung während nachgefahrener Laser-Wärmebehandlungen

Der reale Temperatur-Zeit-Verlauf einer Kurzzeit-Wärmebehandlung mittels Laser zeigt eine sehr hohe Erwärmgeschwindigkeit mit einigen 10 bis 100 Ks<sup>-1</sup> bis zur Maximaltemperatur, keine Haltedauer und eine anschließende zügige Abkühlung mit wenigen 10 Ks<sup>-1</sup>, siehe Abbildung 31. Diese Erwärm- und Abkühlverläufe wurden im Abschreck- und Umformdilatometer nachgefahren. Die Auswertung der Zugversuche und die Darstellung der Ergebnisse entlang des Erwärm- und Abkühlpfades erfolgt analog zu Abbildung 49. Abbildung 50 zeigt die Dehngrenze und Zugfestigkeit während der unterschiedlichen Kurzzeit-Wärmebehandlungen in Abhängigkeit der Temperatur beim

von

EN AW-6060 ······ Kühlen - Zugfestigkeit 0,2 % Dehngrenze Erwärmen Α В T<sub>Max</sub>= 180 °C T<sub>Max</sub>= 250 °C 200 200 2 175-175-125-100 125-50-25-25-250 Spannung in Nmm<sup>2</sup> 125 100 100 25 25 200 300 Temperatur in °C 100 400 100 400 200 300 Temperatur in °C C D 200-200 T<sub>Max</sub>= 300 °C T<sub>Max</sub>= 400 °C Zbannung in Numuza Spannung in N 200 300 Temperatur in °C 100 200 300 400 100 4**0**0 Temperatur in °C

Abbildung 50: Dehngrenze und Zugfestigkeit der Legierung EN AW-6060 während unterschiedlicher Kurzzeit-Wärmebehandlungen beim Erwärmen und Abkühlen von unterschiedlichen Maximaltemperaturen.

Die Zugfestigkeit während einer Kurzzeit-Wärmebehandlung mit der Maximaltemperatur von 180 °C sinkt von 180 Nmm<sup>-2</sup> im Ausgangzustand leicht mit steigender Temperatur auf 144 Nmm<sup>-2</sup> bei 180 °C, wie Abbildung 50 A zeigt. Die Dehngrenze bleibt hingegen annähernd konstant bei 85 Nmm<sup>-2</sup>. Bei der folgenden Abkühlung steigt die Zugfestigkeit mit sinkender Temperatur an und erreicht wieder den Ausgangswert. Die Entwicklung der mechanischen Eigenschaften kann mit der rekonstruierten Erwärmkurve bei 100 Ks<sup>-1</sup>, siehe Abbildung 43, erläutert werden. Während der Kurzzeit-Wärmebehandlung bis zu 180 °C werden noch keine Ausscheidungen aufgelöst.

Abbildung 50 B zeigt, dass während der Kurzzeit-Wärmebehandlung mit der Maximaltemperatur von 250 °C sowohl die Zugfestigkeit als auch die Dehngrenze mit abnehmender Temperatur beim Erwärmen sinken. Bei 250 °C beträgt die Zugfestigkeit 116 Nmm<sup>-2</sup> und die Dehngrenze 55 Nmm<sup>-2</sup>. Während der Abkühlung steigt die Festigkeit erneut an. Die Ausgangswerte werden jedoch nicht wieder erreicht. Nach der

Erwärmen und beim anschließenden Abkühlen Maximaltemperaturen. verschiedenen

Wärmebehandlung beträgt die Zugfestigkeit 147 Nmm<sup>-2</sup> und die Dehngrenze 66 Nmm<sup>-2</sup>. Die rekonstruierte DSC-Erwärmkurve bei 100 Ks<sup>-1</sup>, siehe Abbildung 43, zeigt, dass bei einer Erwärmung bis zu der Maximaltemperatur von 250 °C ein Teil der festigkeitssteigernden Cluster und GP-Zonen aufgelöst werden. Während der Abkühlung werden keine neuen Ausscheidungen gebildet. Durch diese Wärmebehandlung wurde der Anteil an Clustern und GP-Zonen in der untersuchten Legierung reduziert, wodurch die Festigkeitskennwerte nach der Wärmebehandlung geringer sind, als im Ausgangszustand.

Ein vergleichbares Verhalten zeigt sich bei einer Kurzzeit-Wärmebehandlung mit der Maximaltemperatur von 300 °C, siehe Abbildung 50 C. Die Zugfestigkeit und Dehngrenze sinken mit steigender Temperatur bis zu 250 °C moderat und zwischen 250 und 300 °C stark ab. Bei 300 °C erreicht die Zugfestigkeit nur noch 67 Nmm<sup>-2</sup> und die Dehngrenze 44 Nmm<sup>-2</sup>. Während der Abkühlung steigt die Zugfestigkeit bis zu 175 °C erneut an und verharrt dann auf diesem Niveau. Nach der Wärmebehandlung beträgt die Zugfestigkeit 124 Nmm<sup>-2</sup>. Die Dehngrenze bleibt während der Abkühlung annähernd konstant bei 44 Nmm<sup>-2</sup>. Die Zugfestigkeit und Dehngrenze erreichen nach der Kurzzeit-Wärmebehandlung bis zur Maximaltemperatur von 300 °C die Ausgangswerte nicht. Die Zugfestigkeit ist um ca. 30 % und die Dehngrenze um ca. 50 % reduziert. Dies lässt sich erneut durch die Analyse der rekonstruierten DSC-Erwärmkurve mit 100 Ks<sup>-1</sup> erklären. Abbildung 43 zeigt, dass bis zu einer schnellen Erwärmung von 300 °C fast alle festigkeitssteigernden Ausscheidungen des Ausgangszustands aufgelöst werden.

Ebenfalls ein vergleichbares Verhalten zeigt sich bei einer Kurzzeit-Wärmebehandlung mit der Maximaltemperatur von 400 °C, wie Abbildung 50 D zeigt. Die Zugfestigkeit sinkt während der Erwärmung auf 400 °C, bis 26 Nmm<sup>-2</sup> und die Dehngrenze sinkt bis 22 Nmm<sup>-2</sup>. Während der Abkühlung steigt die Zugfestigkeit erneut auf 127 Nmm<sup>-2</sup> und die Dehngrenze auf 38 Nmm<sup>-2</sup> an. Die Festigkeitskennwerte nach der Wärmebehandlung bis zur Maximaltemperatur von 400 °C entsprechen in etwa den Werten nach einer Wärmebehandlung bis zur Maximaltemperatur von 300 °C. Mit Hilfe der rekonstruierten DSC-Erwärmkurve mit 100 Ks<sup>-1</sup> lässt sich dies erklären. Durch eine weitere Erhöhung der Maximaltemperatur auf 400 °C, wird nur noch ein sehr geringer Anteil an Ausscheidungen weiter aufgelöst. Durch die sehr hohe Erwärmgeschwindigkeit werden nach der Auflösung der Cluster und GP-Zonen keine neuen Ausscheidungen gebildet. Es kann weiterhin davon ausgegangen werden, dass während der zügigen Abkühlung keine Ausscheidungen gebildet werden.

Durch diese Messreihe wurde nochmals gezeigt, dass die mechanischen Eigenschaften sowohl von der Prüftemperatur als auch der vorherigen Maximaltemperatur sowie vom Erwärm- oder Abkühlpfad abhängen. Die Maximaltemperatur stellt für die Kurzzeit-Wärmebehandlung den entscheidenden Faktor für den Grad der Entfestigung des Werkstoffs dar.

## 4.2 Legierung EN AW-6082 T4

## 4.2.1 Ausscheidungs-und Auflösungsreaktionen

### Reaktionszuordnung

Das Auflösungs- und Ausscheidungsverhalten der Legierungen EN AW-6082 aus dem Ausgangszustand T4 wurde in-situ mittels der Differential Scanning Calorimetry aufgenommen. Abbildung 51 zeigt die Kalorimeter-Erwärmkurve der Legierung EN AW-6082 T4 bei einer Erwärmgeschwindigkeit von 0,03 Ks<sup>-1</sup>. Die Legierung EN AW-6082 T4 zeigt die gleiche Abfolge an endothermen und exothermen Peaks, wie die Legierung EN AW-6060 T4. Die Temperaturbereiche und die Ausprägung der einzelnen Peaks unterscheiden sich jedoch.





Der Peak (a) wird auch bei der Legierung EN AW-6082 als die Ausscheidung von Clustern und GP-Zonen angesehen [24]. Der Peak (B) zeigt bei dieser Legierung eine Schulter, woraus geschlossen werden kann, dass während dieses Peaks zwei Reaktionen ablaufen. Peak (B) wird ebenfalls als Auflösung der Cluster und GP-Zonen der Kaltauslagerung interpretiert [26]. Peak (c) wird als die Ausscheidung der Vorstufenphase  $\beta''$  angesehen [27]. Peak (d) wird als die Bildung von  $\beta'$ -Ausscheidungen interpretiert. Der Peak (E) wird als die Auflösung der Phasen  $\beta''$ - und

 $\beta'$  angesehen [18]. Peak (f) wird als die Ausscheidung der Gleichgewichtsphase  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Si aufgefasst [93]. Bei der Legierung EN AW-6082 zeigt sich deutlich, dass der Peak (G) aus mehreren überlagerten Reaktionen besteht. Dieser Peak wird als die Auflösung der Gleichgewichtsphase  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Si sowie aller zuvor nicht aufgelösten Phasen angesehen [91].

## A) Direkte DSC-Messungen

Abbildung 52 zeigt die kalorimetrisch in-situ aufgenommenen Erwärmkurven der Legierung EN AW-6082 T4 von 0,01 bis zu 5 Ks<sup>-1</sup>. Die grundsätzliche Peakabfolge ist vergleichbar mit der zuvor beschriebenen der Legierung EN AW-6060 T4. Der Peak (a) ist über alle untersuchten Erwärmraten nur schwach ausgeprägt. Dies deutet darauf hin, dass der Großteil der Legierungselemente in Clustern und GP-Zonen gebunden ist.

Besonders die Erwärmkurven geringer Erwärmgeschwindigkeiten zeigen anhand der deutlichen Schulter, dass Peak (B) zwei Reaktionen zugeordnet werden können, nämlich die Auflösung von Clustern und GP-Zonen [26]. Der Peak (B) scheint im unteren Erwärmgeschwindigkeitsbereich mit steigender Erwärmgeschwindigkeit an Intensität zu gewinnen. Dieser Kurvenverlauf ist analog zu dem Verlauf der Legierung EN AW-6060 T4 durch eine Reduzierung der Überlappung von Peak (B) und Peak (c+d) mit steigender Erwärmgeschwindigkeit zu erklären. Es zeigt sich, dass der Peak (B) mit steigender Erwärmgeschwindigkeit zu höheren Temperaturen verschoben wird. Die Peaktemperatur von Peak (B) verschiebt sich von 163 °C bei 0,01 Ks<sup>-1</sup> auf 275 °C bei 5 Ks<sup>-1</sup>.

β″ Peak (c), die Ausscheidung der Phase [27], nimmt im unteren Erwärmgeschwindigkeitsbereich an Intensität zu, was durch die Überlappung mit Peak (B) zu erklären ist. Über die Intensität von Peak (d), den  $\beta$  -Ausscheidung [30], kann durch die Überlappung mit Peak (c) und (E) keine gesicherte Aussage getroffen werden. Ab einer Erwärmgeschwindigkeit von 1 Ks<sup>-1</sup> überlappen sich die Peaks (c) und (d) so stark, dass sie nichtmehr voneinander getrennt werden können. Bei höheren Erwärmgeschwindigkeiten ab 0,3 Ks<sup>-1</sup> nimmt der Peak (c+d) mit steigender Erwärmgeschwindigkeit kontinuierlich an Intensität ab. Dies ist auf die zunehmende Unterdrückung der Ausscheidungsreaktionen mit steigender Erwärmgeschwindigkeit zurückzuführen. Auch der Peak (c) wird mit steigender Erwärmgeschwindigkeit zu höheren Temperaturen verschoben. Die Peaktemperatur steigt von 204 °C bei 0.01 Ks<sup>-1</sup> auf 342 °C bei 5 Ks<sup>-1</sup>.



Abbildung 52: Kalorimeter-Erwärmkurven der Legierung EN AW-6082 T4 bei den Erwärmraten von 0,01 bis zu 5 Ks<sup>-1</sup>.

Peak (E) erstreckt sich besonders bei niedrigen Erwärmgeschwindigkeiten über ein großes Temperaturfenster und überlagert sich stark mit Peak (f) und (G). Bei höheren Erwärmgeschwindigkeiten ab ca. 0,5 Ks<sup>-1</sup> wird jedoch auch deutlich, dass die Intensität von Peak (E) mit steigender Erwärmgeschwindigkeit abnimmt. Dieses Verhalten liegt in der zunehmenden Unterdrückung der Ausscheidungsreaktion von Peak (c+d) begründet.

Peak (f), welcher als die Ausscheidung der Gleichgewichtsphase β interpretiert wird [93], wird stark durch die Peaks (E) und (G) überlagert und erreicht daher bei langsamer Erwärmung nicht den exothermen Bereich. Es zeigt sich jedoch deutlich, dass auch Peak (f) mit steigender Erwärmrate zu höheren Temperaturen verschoben wird.

Peak (G) zeichnet sich bei geringen Erwärmgeschwindigkeiten durch mehrere Schultern im Verlauf aus. Dies kann durch die Überlagerung mehrerer Reaktionen begründet werden. Es ist möglich, dass die Auflösung der  $\beta$ ``- und  $\beta$ `-Ausscheidungen bei der langsamen Erwärmung im Peak (E) noch nicht vollständig abgeschlossen ist und daher auch in Peak (G) weiter abläuft. Des Weiteren werden die  $\beta$ -Ausscheidungen, welche in Peak (f) gebildet wurden, in Peak (G) wieder aufgelöst. Weiterhin können sich bei hohen Temperaturen Dispersoide auflösen [104]. Diese Schultern reduzieren sich mit steigender Erwärmgeschwindigkeit. Bei den Erwärmgeschwindigkeiten von 3 und 5 Ks<sup>-1</sup> ist der Peak (G) nur noch sehr schwach ausgeprägt, was darauf schließen lässt, dass vorher die Ausscheidungsreaktion der  $\beta$ -Ausscheidung stark unterdrückt wurde.

Durch den höheren Legierungselementgehalt der Legierung EN AW-6082 im Vergleich zu der Legierung EN AW-6060 wird die Solvustemperatur der Gleichgewichtsphase erst bei höheren Temperaturen erreicht. Daher ist auch die Auflösungsreaktion der β-Ausscheidungen erst bei höheren Temperaturen abgeschlossen.

### B) Indirekte DSC-Messungen

Für die Legierung EN AW-6082 T4 wurde die indirekte Messmethodik ebenfalls genutzt, um das Ausscheidungs- und Auflösungsverhalten während schneller Erwärmvorgänge abbilden zu können. Um die Veränderung der Wiedererwärmkurven in Abhängigkeit der Ausscheidungs- und Auflösungsreaktionen der vorherigen Wärmebehandlung beurteilen zu können, wurde erneut eine direkt messbare Erwärmgeschwindigkeit von 1 Ks<sup>-1</sup> untersucht und somit die indirekte Messmethode für eine weitere Legierung validiert.

#### Lineare Erwärmung der Legierung EN-AW 6082 T4 mit 1 Ks<sup>-1</sup>

Abbildung 53 zeigt die Wiedererwärmkurven der Legierung EN AW-6082 T4 aufgenommen mit der Erwärmgeschwindigkeit von 1 Ks<sup>-1</sup> nach einer Erwärmung mit 1 Ks<sup>-1</sup> zu unterschiedlichen Spitzentemperaturen sowie die direkt gemessene Erwärmkurve für die Erwärmgeschwindigkeit von 1 Ks<sup>-1</sup>.



Abbildung 53: Wiedererwärmkurven der Legierung EN AW-6082 T4 aufgenommen mit 1 Ks<sup>-1</sup> nach vorherigen Erwärmung mit 1 Ks<sup>-1</sup> zu unterschiedlichen Maximaltemperaturen (links) sowie die direkt gemessene Erwärmkurve mit 1 Ks<sup>-1</sup> (rechts).

In Abschnitt I bis zu der Spitzentemperatur von 175 °C können keine Veränderungen der Wiedererwärmkurven im Vergleich zum Ausgangszustand gefunden werden. Daraus lässt sich schließen, dass in diesem Temperaturbereich keine Reaktionen ablaufen. Dieses Ergebnis wird durch die direkt gemessene DSC-Erwärmkurve bestätigt.

In Abschnitt II bis zu einer Maximaltemperatur von 250 °C wird der Peak (B) mit steigender Spitzentemperatur kontinuierlich schwächer. Daraus wird geschlossen, dass in diesem Temperaturbereich während der vorherigen Wärmebehandlung die Auflösung der Cluster und GP-Zonen stattfindet. Wenn diese schon teilweise während der ersten Wärmebehandlung aufgelöst werden, kann während der Wiedererwärmung nur noch ein

geringerer Anteil der Cluster und GP-Zonen aufgelöst werden. Dieses Ergebnis wird durch die direkte Messkurve bestätigt.

In Abschnitt III wird der Peak (c+d) mit steigender Spitzentemperatur der ersten Erwärmung kontinuierlich schwächer. Dies liegt in der Bildung der  $\beta''$ - und  $\beta'$ -Ausscheidungen während der vorherigen Erwärmung begründet. Werden diese Ausscheidungen bereits während der vorherigen Wärmebehandlung gebildet, sinkt das Potential für die Ausscheidungsbildung während der Wiedererwärmung. Auch dies wird durch die direkt gemessene DSC-Erwärmkurve bestätigt, da in dem Temperaturintervall der Peak (c+d) dominiert.

In Abschnitt IV bis zur Spitzentemperatur von 475 °C steigt die Intensität des Peaks (c+d) mit zunehmender Maximaltemperatur während der ersten Wärmebehandlung wieder an. Dieses Verhalten lässt sich durch die vorherige Auflösung der Phasen  $\beta''$  und  $\beta'$  erklären. Während des Wiedererwärmens können sich daher die Ausscheidungen des Peaks (c+d) erneut bilden. Dies wird durch die direkt gemessene DSC-Erwärmkurve bestätigt.

In den Wiedererwärmkurven von 450 bis zu 500 °C im Abschnitt V tritt ein neuer Peak (a) bei etwa 100 bis 150 °C auf, Peak (B) erscheint erneut schwach, Peak (c+d) teilt sich in zwei einzelne Peaks auf und Peak (G) wird mit zunehmender Maximaltemperatur der vorherigen Wärmebehandlung kontinuierlich schwächer. In dem Peak (G) werden die Phasen mit einer hohen Solvustemperatur aufgelöst. Dieser Peak wird mit steigender Spitzentemperatur der ersten Wärmebehandlung in den Wiedererwärmkurven kontinuierlich schwächer. Es kann gefolgert werden, dass während der ersten Wärmebehandlung Phasen mit hohen Solvustemperaturen aufgelöst werden. Dies spiegelt sich in dem Erscheinen von Peak (a) wieder. Diese Cluster werden anschließend in dem erneut auftretenden Peak (B) aufgelöst. Diese Interpretationen werden durch die direkt gemessene DSC-Erwärmkurve bestätigt, in der der endgültige Auflösungspeak (G) auftritt.

Die Wiedererwärmkurve bei 575 °C in Abschnitt VI unterscheidet sich im Verlauf nicht von der Wiedererwärmkurve bei 550 °C. Daraus kann geschlossen werden, dass in dem Temperaturintervall keine Reaktionen stattfinden und alle Ausscheidungs- und Auflösungsreaktionen abgeschlossen sind, was durch die direkt gemessene DSC-Erwärmkurve bestätigt wird.

Auch für die Legierung EN AW-6082 T4 wird die erfolgreich validierte indirekte Messmethode auf nicht direkt messbare hohe Erwärmgeschwindigkeit übertragen.

#### Lineare Erwärmung der Legierung EN-AW 6082 T4 mit 20 Ks<sup>-1</sup>

Abbildung 54 zeigt die Wiedererwärmkurven der Legierung EN AW-6082 T4 aufgenommen mit der Erwärmgeschwindigkeit von 1 Ks<sup>-1</sup> nach einer vorherigen Erwärmung mit 20 Ks<sup>-1</sup> bis zu unterschiedlichen Spitzentemperaturen sowie die rekonstruierte DSC-Erwärmkurve für die Erwärmgeschwindigkeit von 20 Ks<sup>-1</sup>.



Abbildung 54: Wiedererwärmkurven der Legierung EN AW-6082 T4 aufgenommen mit 1 Ks<sup>-1</sup> nach vorheriger Erwärmung mit 20 Ks<sup>-1</sup> bis zu unterschiedlichen Maximaltemperaturen (links) sowie die rekonstruierte Erwärmkurve mit 20 Ks<sup>-1</sup> (rechts).

In Abschnitt I bis zu einer Maximaltemperatur von 200 °C ändern sich die Wiedererwärmkurven in ihrem Verlauf nicht. Es kann geschlussfolgert werden, dass beim Erwärmen der Legierung EN AW-6082 mit 20 Ks<sup>-1</sup> bis zu einer Temperatur von 200 °C keine Reaktionen auftreten. Dieses Ergebnis wurde in die rekonstruierte Erwärmkurve übernommen, wie auf der rechten Seite des Diagramms zu sehen ist.

In dem Abschnitt II von 225 °C bis 275 °C zeigen die Wiedererwärmkurven, dass der Peak (B) mit steigender Spitzentemperatur der vorherigen Wärmebehandlung kontinuierlich schwächer wird. Daraus wird geschlossen, dass während der ersten Erwärmung in diesem Temperaturbereich die Cluster und GP-Zonen des Anfangszustands aufgelöst werden. Aus diesem Grund wird der endotherme Auflösungspeak (B) in die rekonstruierte DSC-Erwärmkurve in diesem Temperaturbereich übertragen.

Die Wiedererwärmkurven im Abschnitt III der Spitzentemperaturen von 300 bis 375 °C zeigen, dass der Peak (c+d) mit zunehmender Maximaltemperatur der vorherigen Wärmebehandlung kontinuierlich an Intensität verliert. Daraus kann geschlossen werden, dass in diesem Temperaturbereich während der vorherigen Erwärmung mit 20 Ks<sup>-1</sup> die  $\beta''$ - und  $\beta'$ -Ausscheidungen gebildet werden. Aus diesem Grund wird im Temperaturbereich von 300 bis 375 °C in der rekonstruierten DSC-Erwärmkurve von einer exothermen Ausscheidungsreaktion der Phasen  $\beta''$  und  $\beta'$  ausgegangen.

Die Abschnitte IV und V werden zusammen betrachtet. In den Wiedererwärmkurven oberhalb der vorherigen Spitzentemperatur von 375 °C steigt die Intensität des Peaks (c+d) mit zunehmender Maximaltemperatur kontinuierlich an. Der Peak (c+d) teilt sich in zwei Einzelpeaks (c) und (d) auf. Außerdem tritt während des Wiedererwärmens bei niedrigen Temperaturen der Peak (a) auf. Der Peak (G) verliert in den Wiedererwärmkurven nach hohen Spitzentemperaturen der ersten Wärmebehandlung ebenfalls an Intensität. Aus diesen Beobachtungen kann geschlossen werden, dass während der vorherigen Erwärmung mit 20 Ks<sup>-1</sup> in diesem Temperaturintervall die Auflösung der Phasen  $\beta''$  und  $\beta'$  sowie Phasen mit höheren Solvustemperaturen stattgefunden hat. Ein Gebiet, in dem die Ausscheidung der Gleichgewichtsphase  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Si dominiert, konnte nicht identifiziert werden. Es ist davon auszugehen, dass diese Ausscheidungsreaktion bei der Erwärmgeschwindigkeit von 20 Ks<sup>-1</sup> unterdrückt ist. Daher wurde eine breite Auflösungsreaktion in der rekonstruierten DSC-Erwärmkurve angenommen.

#### Lineare Erwärmung der Legierung EN-AW 6082 T4 mit 100 Ks<sup>-1</sup>

Abbildung 55 zeigt die Wiedererwärmkurven der Legierung EN AW-6082 T4 aufgenommen mit der Erwärmgeschwindigkeit von 1 Ks<sup>-1</sup> nach einer vorherigen Erwärmung mit 100 Ks<sup>-1</sup> bis zu unterschiedlichen Spitzentemperaturen sowie die rekonstruierte DSC-Erwärmkurve für die Erwärmgeschwindigkeit von 100 Ks<sup>-1</sup>. Die Interpretation der Wiedererwärmkurven sowie die Rekonstruktion der DSC-Erwärmkurve

bei 100 Ks<sup>-1</sup> sind äquivalent zu der Interpretation der Wiedererwärmkurven bei 20 Ks<sup>-1</sup>. Die resultierenden Auflösungs- und Ausscheidungsreaktionen der Abschnitte I-V werden, bedingt durch die höhere Erwärmgeschwindigkeit, lediglich zu etwas höheren Temperaturen verschoben.



Abbildung 55: Wiedererwärmkurven der Legierung EN AW-6082 T4 aufgenommen mit 1 Ks<sup>-1</sup> nach vorherigen Erwärmung mit 100 Ks<sup>-1</sup> bis zu unterschiedlichen Maximaltemperaturen (links) sowie die rekonstruierte DSC-Erwärmkurve mit 100 Ks<sup>-1</sup> (rechts).

Auch bei der Legierung EN AW-6082 ermöglicht die Analyse der Wiedererwärmkurven die Rekonstruktion einer DSC-Erwärmkurve von nicht direkt messbaren Erwärmraten. Es ist wichtig zu erwähnen, dass die Temperaturintervalle für verschiedene Reaktionen quantitativ rekonstruiert werden können, während Reaktionsintensitäten nur qualitativ geschätzt werden können. Daher wird die rekonstruierte Kurve als gestrichelte Linie und ohne Skalierung der Exzesswärmekapazität dargestellt.

# C) Zusammenfassende Betrachtung der direkten und indirekten kalorimetrischen Messungen

Abbildung 56 zeigt die DSC-Erwärmkurven der Legierung EN AW-6082 T4 aus den direkten DSC-Messungen von 0,01 bis 5 Ks<sup>-1</sup> sowie die rekonstruierten Erwärmkurven bei 20 und 100 Ks<sup>-1</sup>. Bei dem Vergleich der direkten sowie rekonstruierten DSC-Erwärmkurven zeigt sich erneut, dass die rekonstruierten Temperaturintervalle der einzelnen Peaks sehr gut zu der Temperaturentwicklung der direkt gemessenen Erwärmkurven passen.

Erwärmkurven EN AW-6082 T4



Abbildung 56: Erwärmkurven der Legierung EN AW-6082 T4 aufgenommen mit der konventionellen DSC von 0,01 bis 5 Ks<sup>-1</sup> und den rekonstruierten Erwärmkurven aus indirekten Messungen bei 20 und 100 Ks<sup>-1</sup>.

Abbildung 57 zeigt das kontinuierliche Zeit-Temperatur-Auflösungs-Diagramm der Legierung EN AW-6082 T4, welches aus Abbildung 56 abgeleitet wurde. Der Peak (f)

erreicht über eine große Erwärmgeschwindigkeitsbandbreite nicht den exothermen Bereich. Aus diesem Grund ist es für diesen Peak nicht möglich, ein Start- bzw. Ende des Peaks anzugeben. Daher wurde zu diesem Peak lediglich die Peaktemperatur und somit der Tiefpunkt des Peaks ausgewertet. Es zeigt sich in diesem Diagramm, dass die Ausscheidungs- und Auflösungsreaktionen mit steigender Erwärmgeschwindigkeiten zu höheren Temperaturen verschoben werden. Aus Abbildung 57 können die relevanten Wärmebehandlungsparameter abgelesen werden, um einen gewünschten Ausscheidungszustand direkt nach der Kurzzeit-Wärmebehandlung einzustellen.



Abbildung 57: Kontinuierliches Zeit-Temperatur-Auflösungs-Diagramm der Legierung EN AW-6082 T4 unter Berücksichtigung direkter und indirekter DSC-Messungen von 0,01 bis 100 Ks<sup>-1</sup>.

## 4.2.2 Mechanische Eigenschaften

## A) Thermo-mechanische Untersuchungen bei Raumtemperatur

#### Variation der Maximaltemperatur und der Erwärmgeschwindigkeit

Der Einfluss der Maximaltemperatur sowie der Erwärmgeschwindigkeit auf die mechanischen Eigenschaften der Legierung EN AW-6082 wurde mittels Zugversuchen auf Raumtemperatur nach unterschiedlichen Wärmebehandlungen untersucht.

Abbildung 58 zeigt die Dehngrenze und die Zugfestigkeit der Legierung EN AW-6082 bei Raumtemperatur nach einer Erwärmung mit 10 Ks<sup>-1</sup> auf verschiedene Maximaltemperaturen und einer anschließenden Gasabschreckung sowie die DSC-Erwärmkurve bei der Erwärmrate von 5 Ks<sup>-1</sup>. Für 10 Ks<sup>-1</sup> liegt keine DSC-Erwärmkurve vor, weshalb die Ergebnisse der thermo-mechanischen Untersuchungen mit der DSC-Erwärmkurve von 5 Ks<sup>-1</sup> verglichen werden. Aus Abbildung 57 geht hervor, dass sich die auftretenden Peaks bei diesen hohen Erwärmgeschwindigkeiten nicht mehr wesentlich im Temperaturbereich verschieben und daher die mechanischen Eigenschaften nach einer Erwärmung mit 10 Ks<sup>-1</sup> mit der DSC-Erwärmkurve von 5 Ks<sup>-1</sup> verglichen und erklärt werden können.



Abbildung 58: Dehngrenze und Zugfestigkeit der Legierung EN AW-6082 nach einer Erwärmung mit 10 Ks<sup>-1</sup> zu unterschiedlichen Maximaltemperaturen und anschließendem Abschrecken bis auf Raumtemperatur sowie der DSC-Erwärmkurve Erwärmrate von 5 Ks<sup>-1</sup>.

Im Ausgangszustand weist die Legierung eine Zugfestigkeit von 300 Nmm<sup>-2</sup> und eine Dehngrenze von 185 Nmm<sup>-2</sup> auf. Nach der Erwärmung mit 10 Ks<sup>-1</sup> auf 200 °C sinkt die Zugfestigkeit leicht auf 282 Nmm<sup>-2</sup> und die Dehngrenze auf 178 Nmm<sup>-2</sup>. Bis zu dieser Temperatur ist in der DSC-Kurve nur eine schwache Ausscheidungsreaktion zu erkennen.

Durch eine Erhöhung der Maximaltemperatur während der Wärmebehandlung auf 300 °C wird die Zugfestigkeit kontinuierlich auf 210 Nmm<sup>-2</sup> und die Dehngrenze auf 123 Nmm<sup>-2</sup> reduziert. In der DSC-Erwärmkurve zeigt sich in dem Temperaturintervall von 225 bis 300 °C der endotherme Auflösungspeak (B), der als die Auflösung der festigkeitssteigernden Clustern und GP-Zonen angesehen wird [105].

Eine weitere Erhöhung der Maximaltemperatur während der Wärmebehandlung auf 350 °C führt zu einer leichten Zunahme der Zugfestigkeit auf 214 Nmm<sup>-2</sup> und einem deutlichen Anstieg der Dehngrenze auf 160 Nmm<sup>-2</sup>. In dem Temperaturintervall von 200 bis 300 °C dominiert der exotherme Ausscheidungspeak (c+d), welcher der Bildung der  $\beta''$ - und  $\beta'$ -Ausscheidungen zugeschrieben wird [105]. Zu Beginn dieses Peaks, also bei niedrigeren Temperaturen, werden hauptsächlich  $\beta''$ -Ausscheidungen gebildet, die eine hohe Festigkeitssteigerung bewirken. Bei höheren Temperaturen wandeln sich diese Ausscheidungen zu  $\beta'$ -Ausscheidungen um [30]. Dies zeigt sich auch in den

mechanischen Eigenschaften. Zwischen 200 und 250 °C steigen die Festigkeitswerte an, was auf die Bildung der festigkeitssteigernden  $\beta$ <sup>''</sup>-Ausscheidungen des Peaks (c+d) zurückzuführen ist. Durch eine weitere Erhöhung der Maximaltemperatur sinken die Zugfestigkeit und die Dehngrenze. Dies kann durch die Umwandlung der  $\beta$ <sup>''</sup>-Ausscheidung zur  $\beta$ '-Ausscheidung sowie die Auflösung dieser Phasen bei höheren Temperaturen begründet werden.

Zwischen der Maximaltemperatur von 425 und 500 °C nimmt die Festigkeit geringfügig zu, was auf die Auflösung der  $\beta$ '-Ausscheidungen und einer damit erhöhten Mischkristallverfestigung erklärt werden kann.

Nach der Wärmebehandlung mit der Maximaltemperatur von 500 °C beträgt die Zugfestigkeit nur noch 200 Nmm<sup>-2</sup> und damit lediglich 66 % des Ausgangszustands. Die Dehngrenze wurde durch die Wärmebehandlung auf 85 Nmm<sup>-2</sup> und somit auf rund 45 % des Ausgangzustands reduziert.

Abbildung 59 zeigt die Dehngrenze und die Zugfestigkeit der Legierung EN AW-6082 bei Raumtemperatur nach einer Erwärmung mit 100 Ks<sup>-1</sup> auf verschiedene Maximaltemperaturen und anschließender Gasabschreckung sowie die rekonstruierte DSC-Erwärmkurve aus den indirekten Messungen bei 100 Ks<sup>-1</sup>.



Abbildung 59: Dehngrenze und Zugfestigkeit der Legierung EN AW-6082 nach einer Erwärmung mit 100 Ks<sup>-1</sup> zu unterschiedlichen Maximaltemperaturen und anschließendem Abschrecken bis auf Raumtemperatur sowie die rekonstruierte DSC-Erwärmkurve einer Erwärmrate von 100 Ks<sup>-1</sup>.

Es zeigt sich, dass eine Wärmebehandlung mit der Erwärmgeschwindigkeit von 100 Ks<sup>-1</sup> bis zu der Maximaltemperatur von 200 °C in einer leichten Reduzierung der Zugfestigkeit und der Dehngrenze resultiert.

Eine Erhöhung der Maximaltemperatur auf 300 °C führt zu einer deutlichen Abnahme der Zugfestigkeit auf 200 Nmm<sup>-2</sup> sowie einer Reduzierung der Dehngrenze auf 104 Nmm<sup>-2</sup>.

Die Abnahme der Festigkeitswerte kann erneut auf die Auflösung der Cluster und GP-Zonen zurückgeführt werden, wie der Peak (B) der DSC-Erwärmkurve zeigt.

Eine weitere geringfügige Abnahme der Festigkeitswerte ist durch eine Erhöhung der Maximaltemperatur auf 400 °C sichtbar. Bei dieser hohen Erwärmgeschwindigkeit ist nur ein sehr schwacher Ausscheidungspeak (c+d) erkennbar. Durch die starke Unterdrückung der Ausscheidung der  $\beta$ <sup>''</sup>-Phasen wird eine erneute Festigkeitssteigerung verhindert. Nach der Wärmebehandlung bis zu 400 °C ist die Zugfestigkeit auf 188 Nmm<sup>-2</sup> und die Dehngrenze auf 78 Nmm<sup>-2</sup> gesunken.

Eine weitere Erhöhung der Maximaltemperatur beeinflusst die Festigkeitswerte nur unwesentlich. In diesem Temperaturintervall findet nur eine leichte Auflösungsreaktion (E) statt, wie die zugehörige DSC-Erwärmkurve zeigt.

Durch diese Messserien konnte gezeigt werden, dass die kalorimetrisch gemessenen endothermen und exothermen Peaks mit den mechanischen Eigenschaften korrelieren und die Ausscheidungs- und Auflösungsreaktionen einen signifikanten Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften haben. Besonders die Auflösung der Cluster und GP-Zonen führt zu einer Entfestigung des Materials, während die Bildung der  $\beta$ ''-Ausscheidungen zu einer erneuten Verfestigung führen.

#### Variation Maximaltemperatur und der Abkühlgeschwindigkeit

Wie bereits gezeigt wurde, hat die Erwärmgeschwindigkeit im Temperaturbereich zwischen 300 und 450 °C einen starken Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften nach der Wärmebehandlung. Eine hohe Erwärmgeschwindigkeit unterdrückt die Ausscheidungsbildung im Temperaturbereich zwischen 300 und 450 °C und somit die erneute Verfestigung des Materials. In dieser Messserie wird untersucht, welchen Einfluss die nachfolgende Abkühlgeschwindigkeit auf die mechanischen Eigenschaften nach einer Kurzzeit-Wärmebehandlung hat. Abbildung 60 zeigt den Verlauf der Zugfestigkeit und Dehngrenze der Legierung EN AW-6082 nach einer Erwärmung mit 100 Ks<sup>-1</sup> auf verschiedene Maximaltemperaturen und einer anschließenden Abkühlung auf Raumtemperatur mit 1; 10 und 100 Ks<sup>-1</sup>.


Abbildung 60: Dehngrenze und Zugfestigkeit der Legierung EN AW-6082 nach einer Erwärmung mit 100 Ks<sup>-1</sup> zu unterschiedlichen Maximaltemperaturen und anschließendem Abkühlen mit den Kühlgeschwindigkeiten 1; 10 und 100 Ks<sup>-1</sup> bis auf Raumtemperatur.

Die Festigkeitswerte nach der Erwärmung mit 100 Ks<sup>-1</sup> und anschließender Abkühlung mit 100 Ks<sup>-1</sup> entsprechen denen, die schon in der vorherigen Messserie gezeigt und erläutert wurden, siehe Abbildung 59.

Abbildung 60 zeigt, dass die Zugfestigkeit und die Dehngrenze durch eine Variation der Abkühlgeschwindigkeit von 10 und 100 Ks<sup>-1</sup> im untersuchten Temperaturbereich unbeeinflusst sind. Mit der konventionellen DSC ist es derzeit nicht möglich das Ausscheidungsverhalten während einer solchen Wärmebehandlung zu charakterisieren, da auf der einen Seite weder solche hohen Erwärm- und Abkühlgeschwindigkeiten in konventionellen DSCs realisiert werden können und die Geräte auf der anderen Seite auch eine Haltezeit zwischen dem Erwärmen und Abkühlen benötigen, um ein thermisches Gleichgewicht zu erreichen. Die indirekte DSC bietet jedoch die Möglichkeit, auch beliebige nichtlineare Wärmebehandlungen zu rekonstruieren. Somit kann das Ausscheidungsverhalten auch bei sehr schnellen Wärmebehandlungen während der Erwärmung und Abkühlung charakterisiert werden. Dies wurde mittels indirekter DSC an einer anderen Charge der Legierung EN AW-6082 durchgeführt. Dabei konnte gezeigt werden, dass es während vergleichbarer Abkühlgeschwindigkeiten nur zu schwachen Ausscheidungsreaktionen kommt [106]. Aus den mechanischen Eigenschaften und den Erkenntnissen aus der Literatur kann geschlossen werden, dass während der Abkühlung mit 10 und 100 Ks<sup>-1</sup> keine starken Ausscheidungsreaktionen ablaufen und die mechanischen Eigenschaften hauptsächlich von der Maximaltemperatur abhängen.

Die Festigkeitswerte nach der Abkühlung mit 1 Ks<sup>-1</sup> zeigen hingegen einen anderen Verlauf, als nach einer schnellen Abkühlung. Aus Abbildung 60 geht hervor, dass die Dehngrenze bei 300 und 350 °C deutlich oberhalb der Werte nach einer schnellen Abkühlung liegen. In diesem Temperaturbereich zeigt sich in den DSC-Erwärmkurven die

Bildung der  $\beta''$  und  $\beta'$ -Ausscheidungen. Diese bewirken einen erheblichen Festigkeitsanstieg. Die mechanischen Eigenschaften während einer Abkühlung können nicht direkt mit einer DSC-Erwärmkurve korreliert werden. Jedoch zeigt sich in den Erwärmkurven, dass in diesem Temperaturbereich die  $\beta''$  und  $\beta'$ -Ausscheidungen gebildet werden können, was den Schluss zulässt, dass die Verfestigung nach einer Wärmebehandlung in diesen Temperaturbereich mit einer anschließenden langsamen Abkühlung auf diese Ausscheidungsbildung zurückzuführen ist.

Bei den Maximaltemperaturen oberhalb von 350 °C zeigt sich, dass die Zugfestigkeit nach einer Abkühlung mit 1 Ks<sup>-1</sup> geringer ist, als nach einer schnelleren Abkühlung. Diese weitere Entfestigung nach einer langsamen Abkühlung kann durch die Bildung grober Ausscheidungen während der Abkühlung begründet werden. Die Ausscheidungsbildung AlMgSi-Legierungen während der Abkühlung ist zum einen in von der Abkühlgeschwindigkeit [12] und zum anderen von der Maximaltemperatur sowie der Lösungsglühdauer abhängig [7]. Eine Verringerung der Maximaltemperatur sowie eine Verkürzung der Lösungsglühdauer beschleunigen im Allgemeinen die Ausscheidungsbildung von groben Hochtemperaturausscheidungen. Die DSC-Abkühlkurven einer anderen Charge der Legierung EN AW-6082 zeigen nach Lösungsglühen (1 min) bei einer vergleichsweise einem kurzen geringen Lösungsglühtemperatur von 540 °C in dem Temperaturbereich oberhalb von 350 °C die Ausscheidung der Gleichgewichtsphase β-Mg<sub>2</sub>Si [7]. Diese Ausscheidungen sind vergleichsweise groß und tragen daher nur sehr wenig zur Festigkeit bei. Gleichzeitig sind viele Legierungselemente in diesen Ausscheidungen gebunden, sodass diese wiederum keinen Beitrag zur Mischkristallverfestigung liefern. Daher kann die Reduzierung der Zugfestigkeit oberhalb von 350 °C nach einer langsamen Abkühlung mit 1 Ks<sup>-1</sup> auf eine Verringerung der Mischkristallverfestigung durch die Ausscheidung der groben Gleichgewichtsphase, im Vergleich zu dem übersättigten Mischkristall nach einer schnellen Abkühlung zurückgeführt werden.

Es konnte gezeigt werden, dass die mechanischen Eigenschaften nach einer Erwärmung mit 100 Ks<sup>-1</sup> zu unterschiedlichen Maximaltemperaturen und einer anschließenden Abkühlung mit 10 oder 100 Ks<sup>-1</sup> in diesem Abkühlgeschwindigkeitsbereich unabhängig von der Abkühlgeschwindigkeit sind. Eine weitere Reduzierung der Abkühlgeschwindigkeit auf 1 Ks<sup>-1</sup> führt im Maximaltemperaturbereich zwischen 300 und 350 °C zu einer Erhöhung der Dehngrenze, was mit Ausscheidungsbildungen von festigkeitssteigernden Ausscheidungen während der langsameren Abkühlung begründet werden kann.

## B) Thermo-mechanische Untersuchungen bei erhöhten Temperaturen

#### Variation der Maximaltemperatur

Um die Eigenspannungen und Verzüge während einer Wärmebehandlung simulieren zu können, müssen die mechanischen Eigenschaften während der Wärmebehandlung bekannt sein. Um eine Datenbasis für die thermo-mechanische Simulation zu erlangen, wurden Zugversuche während unterschiedlicher Kurzzeit-Wärmebehandlungen durchgeführt. Abbildung 61 zeigt die Dehngrenze und Zugfestigkeit während unterschiedlicher Kurzzeit-Wärmebehandlungen in Abhängigkeit der Temperatur beim Erwärmen mit 100 Ks<sup>-1</sup> und anschließendem Abkühlen mit 10 Ks<sup>-1</sup>. Diese Temperaturen entsprechen näherungsweise denen bei einer Kurzzeit-Wärmebehandlung mittels Laser, siehe Abbildung 31.

Die Zugfestigkeit im Ausgangszustand beträgt 300 Nmm<sup>-2</sup>. Während der Erwärmung mit 100 Ks<sup>-1</sup> wird diese auf 192 Nmm<sup>-2</sup> bei 200 °C reduziert. Mit abnehmender Temperatur bei der Abkühlung mit 10 Ks<sup>-1</sup> nimmt die Zugfestigkeit erneut zu und beträgt nach der Wärmebehandlung bei Raumtemperatur 271 Nmm<sup>-2</sup>. Die Dehngrenze beträgt im Ausgangszustand 185 Nmm<sup>-2</sup> und sinkt mit steigender Temperatur während der Erwärmung auf 137 Nmm<sup>-2</sup> bei 200 °C ab. Im Verlauf der Abkühlung steigt die Dehngrenze mit fallender Temperatur erneut an und erreicht nach der Wärmebehandlung bei Raumtemperatur 200 °C ab. Im Verlauf der Abkühlung steigt die Dehngrenze mit fallender Temperatur erneut an und erreicht nach der Wärmebehandlung bei Raumtemperatur noch 167 Nmm<sup>-2</sup>. Die Festigkeitswerte nach der Wärmebehandlung sind im Vergleich zum Ausgangszustand leicht reduziert.

Die Zugfestigkeit und die Dehngrenze zeigen während der Kurzzeit-Wärmebehandlung mit der Maximaltemperatur von 250 °C einen vergleichbaren Verlauf, wie zuvor beschrieben. Mit steigender Temperatur wird die Zugfestigkeit auf 152 Nmm<sup>-2</sup> und die Dehngrenze auf 102 Nmm<sup>-2</sup> bei 250 °C reduziert, wie Abbildung 61 B zeigt. Während der Abkühlung steigt die Zugfestigkeit mit fallender Temperatur erneut an und erreicht nach der Wärmebehandlung 239 Nmm<sup>-2</sup> und die Dehngrenze beträgt bei Raumtemperatur 135 Nmm<sup>-2</sup>. Durch die Kurzzeit-Wärmebehandlung mit der Maximaltemperatur von 250 °C wurde der Werkstoff beträchtlich entfestigt. Aus der rekonstruierten DSC-Erwärmkurve bei 100 Ks<sup>-1</sup>, siehe Abbildung 55, wird deutlich, dass der Auflösungspeak (B) der Cluster und GP-Zonen ab ca. 200 °C dominiert wodurch die Entfestigung des Materials zu begründen ist.



Abbildung 61: Dehngrenze und Zugfestigkeit der Legierung EN AW-6082 während Wärmebehandlungen zu unterschiedlichen Maximaltemperaturen beim Erwärmen mit 100 Ks<sup>-1</sup> und Abkühlen mit 10 Ks<sup>-1</sup>.

In Abbildung 61 C ist der Verlauf der Zugfestigkeit und Dehngrenze während einer Kurzzeit-Wärmebehandlung mit der Maximaltemperatur von 300 °C dargestellt. Die Festigkeitswerte sinken während der Erwärmung mit steigender Temperatur. Bei 300 °C beträgt die Zugfestigkeit noch 97 Nmm<sup>-2</sup> und ist damit auf etwa 1/3 des Ausgangszustandes gesunken. Die Dehngrenze beträgt bei 300 °C 92 Nmm<sup>-2</sup> und hat sich damit auf etwa die Hälfte des Ausgangszustandes reduziert. Während der Abkühlung steigt die Zugfestigkeit bis zu 200 °C stark an. Bei einer weiteren Verringerung der Temperatur nimmt die Zugfestigkeit nur noch geringfügig zu und beträgt nach der

Wärmebehandlung 207 Nmm<sup>-2</sup>. Die Dehngrenze steigt während der Abkühlung nur geringfügig und beträgt nach der Wärmebehandlung 111 Nmm<sup>-2</sup>. Die Zugfestigkeit wurde durch die Wärmebehandlung auf ca. 70 % und die Dehngrenze auf 60 % des Ausgangszustandes reduziert. Diese Entfestigung ist erneut durch die Auflösung der Cluster und GP-Zonen, Peak (B), zu begründen, wie aus der rekonstruierten DSC-Erwärmkurve bei 100 Ks<sup>-1</sup> hervorgeht.

Die Festigkeitswerte sinken während der Erwärmung auf 350 °C deutlich, wie Abbildung 61 D zeigt. Die Zugfestigkeit wurde auf 71 Nmm<sup>-2</sup> und die Dehngrenze auf 70 Nmm<sup>-2</sup> bei 350 °C reduziert. Während der Abkühlung nehmen die Festigkeiten erneut zu. Nach der Wärmebehandlung beträgt die Zugfestigkeit 205 Nmm<sup>-2</sup> und die Dehngrenze 123 Nmm<sup>-2</sup>. Die Zugfestigkeit nimmt dabei kontinuierlich mit fallender Temperatur zu, während die Dehngrenze bis zu 225 °C deutlich und anschließend nur noch geringfügig ansteigt. Die Dehngrenze liegt nach der Wärmebehandlung leicht über der nach der Kurzzeit-Wärmebehandlung bis zur Maximaltemperatur von 300 °C. Dies kann auf die geringfügige Bildung der festigkeitssteigernden Ausscheidung  $\beta''$ , Peak (c+d), zurückgeführt werden, wie aus der rekonstruierten DSC-Erwärmkurve bei 100 Ks<sup>-1</sup> ersichtlich wird.

Aus Abbildung 61 E geht hervor, dass die Zugfestigkeit sowie die Dehngrenze mit steigender Temperatur während der Erwärmung bis zu 400 °C stark abnehmen. Die Zugfestigkeit beträgt bei 400 °C nur noch 33 Nmm<sup>-2</sup> und die Dehngrenze 31 Nmm<sup>-2</sup>. Im Verlauf der Abkühlung steigt die Zugfestigkeit erneut an und erreicht nach der Wärmebehandlung 180 Nmm<sup>-2</sup>. Die Dehngrenze nimmt zunächst mit fallender Temperatur bei der Abkühlung zu und erreicht 97 Nmm<sup>-2</sup> bei 200 °C. Anschließend sinkt die Dehngrenze erneut leicht und beträgt nach der Wärmebehandlung 82 Nmm<sup>-2</sup>. Dieser Festigkeitspeak ist ungewöhnlich, kann jedoch durch die Versuchsdurchführung begründet werden. Zwischen dem Erreichen der Zieltemperatur und dem Beginn des Zugversuchs vergehen wenige Sekunden. Während dieser Zeit kann es bei geeigneten Temperaturen zu einer beginnenden Ausscheidung festigkeitssteigender Teilchen kommen. Durch die Kurzzeit-Wärmebehandlung bis zur Maximaltemperatur von 400 °C konnte die größte Entfestigung nach der Wärmebehandlung erreicht werden. Aus der rekonstruierten DSC-Erwärmkurve bei 100 Ks<sup>-1</sup> geht hervor, dass bis zu dieser Temperatur der Ausscheidungspeak (c+d) abgeschlossen ist und sich die wenigen festigkeitssteigernden β´´-Ausscheidungen β'-Ausscheidungen gebildeten zu umgewandelt haben und bereits die Auflösung, Peak (E), dieser startet.

### 4.3 Vergleich der untersuchten Legierungen

Das Auflösungs- und Ausscheidungsverhalten der beiden untersuchten Legierungen ähnelt sich sehr stark. In beiden Legierungen ist die gleiche Sequenz an Auflösungs- und Ausscheidungsreaktionen erkennbar, wie Abbildung 62 zeigt. Es wird im direkten Vergleich der Erwärmkurven deutlich, dass die Peakintensitäten der Legierung EN AW-6082 T4 im Allgemeinen deutlich höher sind, als bei der Legierung EN AW-6060 T4. Die kann dadurch erklärt werden, dass die Legierung EN AW-6082 T4 einen deutlich höheren Gehalt der Hauptlegierungselemente Magnesium und Silizium aufweist, wie Tabelle 1 wiedergibt.





Abbildung 62: Erwärmkurven der Legierung EN AW-6060 T4 (rot) und EN AW-6082 T4 (schwarz) aufgenommen mit der konventionellen DSC von 0,01 bis 5 Ks<sup>-1</sup> und den rekonstruierten Erwärmkurven aus indirekten Messungen bei 20 und 100 Ks<sup>-1</sup>.

Der Peak (G) und somit die finale Auflösungsreaktion, ist bei der Legierung EN AW-6082 T4 erst bei höheren Temperaturen abgeschlossen, als bei der Legierung EN AW-6060 T4. Auch dies ist durch den höheren Legierungsgehalt der Legierung EN AW-6082 T4 zu erklären. Abbildung 63 zeigt einen Ausschnitt aus dem quasi-binären Zustandsdiagramm Al-Mg<sub>2</sub>Si, in das die beiden untersuchten Legierungen mit den theoretischen Gehalten an  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Si eingetragen sind. Es wird deutlich, dass die Solvustemperatur der Gleichgewichtsphase  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Si bei der Legierung EN AW-6082 T4 erst bei höheren Temperaturen erreicht wird, als bei der Legierung EN AW-6082 T4 erst bei höheren Temperaturen erreicht wird, als bei der Legierung EN AW-6060 T4. Die Solvustemperatur der Legierung EN AW-6082 T4 liegt sowohl in den DSC-Erwärmkurven (0,01 Ks<sup>-1</sup>), als auch im Zustandsdiagramm um ca. 50 K oberhalb der Solvustemperaturen in den DSC-Erwärmkurven (0,01 Ks<sup>-1</sup>) bei beiden Legierungen um ebenfalls ca. 50 K oberhalb derer des Zustandsdiagramms. Dies kann an der im DSC-Experiment immer noch endlichen Erwärmgeschwindigkeit von 0,01 Ks<sup>-1</sup> liegen. Weiterhin ist bekannt, dass in diesem Temperaturbereich auch Dispersoide aufgelöst werden können [104].



Abbildung 63: Ausschnitt aus dem quasi-binären Zustandsdiagramm Al-Mg<sub>2</sub>Si (Polmear [107]) sowie der theoretisch maximale Gehalt an  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Si der untersuchten Legierungen EN AW-6060 (rot) und EN AW-6082 (schwarz).

Abbildung 64 zeigt die Dehngrenze und die Zugfestigkeit der Legierungen EN AW-6060 T4 und EN AW-6082 T4 auf Raumtemperatur Kurzzeitnach Wärmebehandlungen auf unterschiedlichen Maximaltemperaturen. Die Legierung EN AW-6060 T4 weist im Ausgangszustand eine Zugfestigkeit von 180 Nmm<sup>-2</sup> und eine Dehngrenze von 85 Nmm<sup>-2</sup> auf, während die Legierung EN AW-6082 T4 eine Zugfestigkeit von 300 Nmm<sup>-2</sup> und eine Dehngrenze von 185 Nmm<sup>-2</sup> erreicht. Die höhere Festigkeit der Legierung EN AW-6082 T4 ist durch den höheren Gehalt an Legierungselementen zu begründen, wodurch eine stärkere Teilchenverfestigung erreicht wird.



Abbildung 64: Dehngrenze und Zugfestigkeit auf Raumtemperatur der Legierungen EN AW-6060 T4 und EN AW-6082 T4 nach Kurzzeit-Wärmebehandlungen auf unterschiedlichen Maximaltemperaturen.

Der Großteil der Entfestigung beider Legierungen findet im Bereich der Maximaltemperaturen von 200 – 300 °C statt. Die Zugfestigkeit der Legierung EN AW-6060 T4 nach der Wärmebehandlung wird auf 68 % und die Dehngrenze auf ca. 50 % des Ausgangswertes reduziert. Bei der Legierung EN AW-6082 T4 beträgt die Zugfestigkeit nach einer Kurzzeit-Wärmebehandlung auf 300 °C ebenfalls noch 68 % und die Dehngrenze 56 % des Ausgangswertes. Die thermische Analyse hat gezeigt, dass die Auflösung der festigkeitssteigernden Cluster und GP-Zonen bei schneller Erwärmung im Temperaturbereich von 200 bis 300 °C stattfindet. Durch die Auflösung der Cluster und GP-Zonen wird die Festigkeit der Legierungen reduziert, was sich durch die Entfestigung der Werkstoffe durch eine Kurzzeit-Wärmebehandlung in diesen Temperaturbereich wiederspiegelt.

Eine weitere Erhöhung der Maximaltemperatur auf 400 °C beeinflusst die Festigkeitswerte der Legierung EN AW-6060 T4 nach der Wärmebehandlung nicht. Bei der Legierung EN AW-6082 T4 kommt es hingegen zu einer weiteren leichten Entfestigung. Die Zugfestigkeit der Legierung EN AW-6082 T4 wird auf 63 % und die Dehngrenze auf 42 % des Ausgangswertes reduziert. Die thermische Analyse hat bei der Legierung EN AW-6060 T4 gezeigt, dass es bei einer hohen Erwärmgeschwindigkeit von 100 Ks<sup>-1</sup> nach der Auflösung der Cluster und GP-Zonen zu keiner weiteren Ausscheidungs- oder Auflösungsreaktion kommt. Bei der thermischen EN AW-6082 T4 Analyse der Legierung konnte auch bei hohen Erwärmgeschwindigkeiten nach der Auflösung der Cluster und GP-Zonen eine leichte Ausscheidungs- und Auflösungsreaktion rekonstruiert werden, wodurch sich die mechanischen Eigenschaften auch zwischen den Maximaltemperaturen von 300-400 °C leicht ändern.

# 5 Thermo-mechanisches Modell für die Simulation der Kurzzeit-Wärmebehandlungen von aushärtbaren Aluminiumlegierungen

## **5.1 Grundidee des Werkstoffmodells**

Die mechanischen Eigenschaften von grob mehrphasigen Werkstoffen, wie Stählen können durch die Mischung der Eigenschaften der unterschiedlichen auftretenden Phasen mechanischen bestimmt werden. Die Eigenschaften aushärtbarer Aluminiumlegierungen werden hingegen wesentlich durch die Behinderung der Versetzungsbewegung durch ausgeschiedene Teilchen bestimmt. Durch die derzeit verfügbaren kommerziellen FE-Programme können diese physikalischen Vorgänge im Aluminiumwerkstoff nicht abgebildet werden. Daher wird ein phänomenologisches Materialmodell für aushärtbare Aluminiumlegierungen entwickelt. Dazu wird der Ausgangszustand als eine imaginäre verfestigte Phase (A) definiert. Weiterhin wird eine imaginäre entfestigte Phase (B) angenommen, welche die Materialeigenschaften nach Erwärmen auf höhere Spitzentemperaturen abbildet. Diesen Phasen werden temperaturabhängige Fließkurven zugeordnet. Die mechanischen Eigenschaften des Gesamtgefüges werden durch eine additive Mischung der mechanischen Eigenschaften der auftretenden Phasen definiert. Abbildung 65 zeigt schematisch den verwendeten Ansatz zur Entwicklung eines phänomenologischen Materialmodells für aushärtbare Aluminiumlegierungen.



Abbildung 65: Schematischer Ansatz zur Entwicklung eines phänomenologischen Materialmodells für aushärtbare Aluminiumlegierungen.

Im Ausgangszustand besteht das ausscheidungsgehärtete Gefüge vollständig aus der verfestigten Phase (A). Ab einer definierten Starttemperatur (Tstart) wird die Phase (A) in Abhängigkeit der Temperatur während der Erwärmung in die Phase (B) umgewandelt. Diese Umwandlung ist bei einer definierten Endtemperatur (TEnde) vollständig abgeschlossen. Bei Temperaturen zwischen der Start- und der Endtemperatur besteht das Gefüge aus einem Phasengemisch, bestehend aus der verfestigten Phase (A) und der entfestigten Phase (B). Bei Temperaturen oberhalb der Endtemperatur besteht das komplette Gefüge aus der entfestigten Phase (B). Während der nachfolgenden Abkühlung werden keine weiteren Phasenumwandlungen zugelassen. Bei der Entwicklung des Materialmodells hat sich gezeigt, dass die Genauigkeit erhöht werden kann, indem zwischen die verfestigte Phase (A) und die entfestigte Phase (B) eine oder mehrere Zwischenphasen (Z) eingeführt werden, in denen weitere experimentell Daten als Stützstellen verwendet werden. Die gewonnene implementierte Phasenumwandlung ist in Abbildung 66 schematisch dargestellt.



Abbildung 66: Schematische Darstellung der implementierten Phasenumwandlung.

Um die mechanischen Eigenschaften in ein numerisches Materialmodell umsetzen zu können, werden in dem Modell folgende Vereinfachungen festgelegt:

- Der Einfluss der Erwärm- und Abkühlgeschwindigkeit wird vernachlässigt.
   Das Materialmodell wurde für typische Erwärm- und Abkühlraten von Laser Kurzzeit-Wärmebehandlungen entwickelt.
- Während der Abkühlung findet keine Ausscheidungsreaktion statt.
   Die reale Abkühlgeschwindigkeit während einer Laser Kurzzeit-
  - Wärmebehandlung liegt oberhalb der kritischen Abkühlgeschwindigkeit typischer AlMgSi-Knetlegierungen [3].
- Nach dem Erreichen der Maximaltemperatur folgt direkt das Abkühlen. Es erfolgt kein isothermes Halten.
- Der Einfluss der Dehnrate auf die mechanischen Eigenschaften wird nicht berücksichtigt.

Die thermo-mechanische Analyse wurde bei prozesstypischen Dehnraten durchgeführt.

• Während der Wärmebehandlung treten maximal plastische Dehnungen von 10 % auf. Dies vereinfacht die mathematische Beschreibung der Fließkurven.

Die plastischen Dehnungen infolge der reinen Wärmebehandlungen betragen nur wenige %.

- Der Einfluss einer Kaltauslagerung nach der Kurzzeit-Wärmebehandlung wird nicht berücksichtigt.
  - Dieses Modell wurde für die Beschreibung der mechanischen Eigenschaften während und direkt nach der Kurzzeit-Wärmebehandlung entwickelt.

Der grundsätzliche Aufbau des Modells gestattet zukünftig eine sukzessive Rücknahme dieser Vereinfachungen und damit eine Erweiterung des Modells.

## 5.2 Bestimmung der Umwandlungstemperaturen

Die Grundidee des Materialmodells lässt sich auf alle ausscheidungshärtbaren Aluminiumlegierungen übertragen. Um das Materialmodell an die untersuchte Legierung anzupassen, müssen die Umwandlungstemperaturen gemäß Abbildung 65 und Abbildung 66 bestimmt werden. In diesem Kapitel wird die Anpassung des Modells am Beispiel der untersuchten Legierung EN AW-6060 T4 dargestellt.

110

#### 5 Thermo-mechanisches Simulationsmodell

Die Umwandlungstemperaturen werden auf der Grundlage des kontinuierlichen Zeit-Temperatur-Auflösungs-Diagramms (Abbildung 45) sowie den mechanischen Eigenschaften (Abbildung 50) festgelegt. Aus Abbildung 50 A geht hervor, dass sich die mechanischen Eigenschaften auf dem Erwärm- und Abkühlpfad während einer Kurzzeit-Wärmebehandlung mit der Maximaltemperatur von 180 °C nicht unterscheiden. Abbildung 45 zeigt, dass sich die Cluster und GP-Zonen, Peak (B), bei einer hohen Erwärmgeschwindigkeit von 100 Ks<sup>-1</sup> bei Temperaturen zwischen 200 und 225 °C anfangen aufzulösen. Somit wurde definiert, dass die imaginäre verfestigte Phase (A) bis zu einer Maximaltemperatur von 212,5 °C vollständig vorhanden ist. Bei höheren Temperaturen wandelt sich die Phase (A) kontinuierlich in die Zwischenphase (Z) um. Bei der Maximaltemperatur von 250 °C liegen experimentelle Daten für das Abkühlen vor. Aus diesem Grund wird definiert, dass das simulierte Gefüge bei 250°C vollständig aus der Zwischenphase (Z) besteht. Aus Abbildung 45 geht hervor, dass die Auflösung von Clustern und GP-Zonen, Peak (B), bei einer hohen Erwärmgeschwindigkeit von 100 Ks<sup>-1</sup> bei einer Temperatur von 300 °C abgeschlossen ist. Dies geht ebenfalls aus den mechanischen Eigenschaften, siehe Abbildung 50 C und D, hervor. Aus diesem Grund wird definiert, dass die Umwandlung von Phase (Z) zu Phase (B) bei 300 °C abgeschlossen ist. Die mechanischen Eigenschaften oberhalb der Temperatur von 300 °C werden bei dieser Legierung nur durch die Phase (B) beschrieben. Abbildung 67 zeigt die definierten Umwandlungstemperaturen der imaginären Phasen für die untersuchte Legierung EN AW-6060 T4.



Abbildung 67: Schematisches Umwandlungsverhalten der imaginären Phasen im Materialmodell der Legierung EN AW-6060.

#### 5.3 Berechnung der Fließkurven

Die Basis für die mechanischen Eigenschaften der einzelnen imaginären Phasen stellen die experimentell aufgenommenen Spannungs-Dehnungs-Kurven während unterschiedlicher Kurzzeit-Wärmebehandlungen dar, siehe Abbildung 50. Für die Simulation werden Fließkurven (wahre thermo-mechanische Spannung über logarithmische plastische Dehnung) als Eingangsdaten benötigt. Die experimentell aufgenommenen Spannungs-Dehnungs-Kurven wurden in Fließkurven umgerechnet. Die experimentell bestimmten mechanischen Eigenschaften liegen nur an diskreten Temperaturen vor. Um die mechanischen Eigenschaften an beliebigen Temperaturen berechnen zu können, wurden die experimentell gewonnenen Daten in eine temperaturabhängige mathematische Beschreibung der Fließkurven überführt. Die Fließkurven von kubisch-flächenzentrierten Metallen, wie Aluminiumlegierungen können gut durch die Hockett-Sherby [108] Beziehung, siehe Gleichung (3), beschrieben werden,

$$k_f(\varepsilon) = k_{fs} - e^{-m\varepsilon^P} (k_{fs} - k_{f0})$$
(3)

Die Fließkurve wird dabei über vier Parameter definiert, die anfängliche Fließspannung (k<sub>f0</sub>), die Sättigungsspannung (k<sub>fs</sub>) sowie die Verfestigungsexponenten m und P. Diese Parameter wurden mit der Software OriginPro 2018 an die experimentell ermittelten Fließkurven angepasst. Durch die Anpassung der Parameter aus den Fließkurven bei verschiedenen Temperaturen, lassen sich die Hockett-Sherby Parameter zur Beschreibung der Fließkurve über den kompletten Existenzbereich einer Phase temperaturabhängig ableiten.

Die Hockett-Sherby-Parameter der imaginären Phase (B) können über den gesamten Temperaturbereich direkt aus den experimentellen Fließkurven, siehe Abbildung 68 A, bestimmt werden. Die experimentelle Basis für die temperaturabhängigen Fließkurven der imaginären entfestigten Phase (B) stellen die experimentell aufgenommenen Fließkurven beim Abkühlen nach der Maximaltemperatur von 400 °C, siehe Abbildung 50 D sowie ein zusätzlicher Zugversuch bei 550 °C dar, siehe Abbildung 68 A. Abbildung 68 B zeigt die Hockett-Sherby Parameter für die Phase (B), welche aus den experimentellen Daten abgeleitet wurden. Die Hockett-Sherby Parameter können über eine angepasste mathematische Funktion über den kompletten Existenzbereich der imaginären Phase interpoliert werden.



Abbildung 68: A: Experimentell aufgenommene Fließkurven der Legierung EN AW-6060 T4 bei unterschiedlichen Temperaturen während der Abkühlung nach der Maximaltemperatur von 400 °C (Phase B). B: Temperaturabhängige Hockett-Sherby-Parameter der Phase B.

Im Temperaturbereich zwischen 212,5 und 300 °C werden die mechanischen Eigenschaften durch ein imaginäres Phasengemisch aus den Phasen (A+Z) bzw. (Z+B) beschrieben, wie Abbildung 67 zeigt. Die resultierende Fließkurve (kf) kann mit einer additiven Mischungsregel, Gleichung (4) unter Berücksichtigung der Phasenanteile der vorhandenen Phasen (xi) und der Fließkurve der einzelnen Phasen (kfi) beschrieben werden. Die Phasenanteile werden über ein Umwandlungsmodell in Abhängigkeit von der Temperatur berechnet.

$$k_f = \sum_{i=1}^n x_i \, k_{fi} \tag{4}$$

Die resultierenden Fließkurven beim Erwärmen des imaginären Phasengemisches (A+Z) bzw. (Z+B) wurden experimentell durch Zugversuche bestimmt. Abbildung 69 A zeigt die experimentell erhaltenen Fließkurven des imaginären Phasengemisches (A+Z) bzw. (Z+B) bei verschiedenen Temperaturen während des Erwärmens. Abbildung 69 B zeigt die Hockett-Sherby-Parameter beim Erwärmen der Legierung EN AW-6060 T4, die aus den experimentellen Daten abgeleitet wurden. Die Punkte wurden durch mathematische Funktionen interpoliert, mit denen die Hockett-Sherby-Parameter für alle Temperaturen während des Erwärmens bestimmt werden können.



Abbildung 69: A: Experimentell aufgenommene Fließkurven der Legierung EN AW-6060 T4 bei unterschiedlichen Temperaturen während der Erwärmung. B: Temperaturabhängige Hockett-Sherby-Parameter während der Erwärmung.

Es wurde definiert, dass das simulierte imaginäre Gefüge nach der Maximaltemperatur von 250 °C vollständig aus der Zwischenphase (Z) besteht. Die temperaturabhängigen Hockett-Sherby-Parameter der Phase (Z) unterhalb von 250 °C können somit aus Zugversuchen während des Abkühlens nach einer Kurzzeit-Wärmebehandlung mit einer Maximaltemperatur von 250 °C bestimmt werden.

Die experimentell ermittelten Fließkurven beim Erwärmen im Temperaturbereich zwischen 250 und 300 °C stellen definitionsgemäß die resultierenden mechanischen Eigenschaften des Phasengemisches (Z+B) dar. Die Fließkurven der imaginären Zwischenphase (Z) können somit in dem Temperaturintervall zwischen 250 und 300 °C durch die experimentell ermittelten Fließkurven (k<sub>fres</sub>) aus dem Phasengemisch (Z+B) sowie den Fließkurven der Phase (B) unter der Verwendung von Gleichung (5) berechnet werden.

$$k_{fZ}(T) = \frac{k_{f_{res}}(T) - x_b(T) \cdot k_{fB}(T)}{x_Z(T)}$$
(5)

Abbildung 70 zeigt die ermittelten Hockett-Sherby-Parameter der Phase (Z) im gesamten Temperaturbereich von 300 °C bis Raumtemperatur.



Abbildung 70: A: Experimentell aufgenommene Fließkurven der Legierung EN AW-6060 T4 bei unterschiedlichen Temperaturen während der Abkühlung nach der Maximaltemperatur von 250 °C (Phase Z). B: Temperaturabhängige Hockett-Sherby-Parameter der Phase Z.

Die gleiche Prozedur zur Bestimmung der temperaturabhängigen Hockett-Sherby-Parameter wurde für Phase (A) oberhalb von 180 °C aus dem imaginären Phasengemisch (A+Z) durchgeführt. Die experimentelle Datenbasis für Phase (A) liefern die Zugversuche, die während der Kurzzeitwärmebehandlung mit der Maximaltemperatur von 180 °C durchgeführt wurden, siehe Abbildung 71 A.



Abbildung 71: A: Experimentell aufgenommene Fließkurven der Legierung EN AW-6060 T4 bei unterschiedlichen Temperaturen während der Abkühlung nach der Maximaltemperatur von 180 °C (Phase A). B: Temperaturabhängige Hockett-Sherby-Parameter der Phase A.

Das vorgestellte Verfahren ermöglicht es, die Hockett-Sherby-Parameter für jede imaginäre Phase zu bestimmen. Mit dieser Methode können Fließkurven in Abhängigkeit der Maximaltemperatur sowie der aktuellen Temperatur mit einer Unterscheidung während der Erwärmung und Abkühlung berechnet werden. Der vorgestellte Ansatz zur Beschreibung der mechanischen Eigenschaften kann in unterschiedliche Simulationsprogramme implementiert werden.

#### 5.4 Phasenumwandlung

Das Materialmodell wurde für die Kurzzeit-Wärmebehandlung mit sehr hohen Erwärmgeschwindigkeiten entwickelt. In der FE-Software LS-DYNA sind verschiedene Phasenumwandlungsgesetzte vorgegeben. Eine einfache lineare Phasenumwandlung ist jedoch nicht implementiert. Das implementierte Phasenumwandlungsgesetz nach Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) ist für eine diffusionskontrollierte Umwandlung geeignet und berücksichtigt die Temperatur und die Erwärm- bzw. Abkühlrate [109]. Oberhalb von 10 Ks<sup>-1</sup> ist das Ausscheidungs- und Auflösungsverhalten der Legierung nahezu unabhängig von der Erwärmrate, wie aus Abbildung 45 hervorgeht. Das Materialmodell wurde für einen begrenzten Parameterraum mit sehr hohen Erwärmgeschwindigkeiten entwickelt, wodurch das Materialmodell unabhängig Erwärmgeschwindigkeit entwickelt werden kann. Durch von der eine Parameteranpassung kann das Phasenumwandlungsgesetz nach JMAK unabhängig Erwärmgeschwindigkeit linearisiert werden und ist von der somit nur temperaturabhängig. Damit kann das Phasenumwandlungsgesetz nach JMAK, Gleichung (6), für das entwickelte Materialmodell verwendet werden.

$$\frac{dx_{B}}{dt} = n(T)(k_{AB}x_{A} - k_{AB}x_{B})\left(\ln\left(\frac{k_{AB}(x_{A} + x_{B})}{k_{AB}x_{A} - k_{AB}x_{B}}\right)\right)^{\frac{n(T)-1}{n(T)}}$$
(6)

Mit den Faktoren:

$$k_{AB} = \frac{x_{eq}(T)}{\tau(T)} f(\dot{T}), \qquad k'_{AB} = \frac{1 - x_{eq}(T)}{\tau(T)} f'(\dot{T})$$

Die Phasenumwandlungsformel nach JMAK wird über fünf Parameter definiert. Diese sind n(T),  $x_{eq}(T)$ ,  $\tau(T)$ , die temperaturabhängig sind und f( $\dot{T}$ ) und f'( $\dot{T}$ ), die von der Temperaturänderungsrate abhängen. Für das Materialmodell müssen die Parameter der JMAK-Formel so angepasst werden, dass die Funktion unabhängig von der Temperaturänderungsrate definiert wird. Dies wird erreicht, indem das Verhältnis von f( $\dot{T}$ ) zu f'( $\dot{T}$ ) über die Temperatur konstant gehalten wird. Die Parameter n(T),  $x_{eq}(T)$  und  $\tau(T)$  werden durch die Lösung eines Anfangswertproblems erster Ordnung bestimmt. Hierzu sind die Anfangsbedingungen wie folgt definiert:

$$x_A(T = T_{start}) = 1$$
$$x_B(T = T_{start}) = 0$$

#### 116 5 Thermo-mechanisches Simulationsmodell

Das Anfangswertproblem kann mit dem explizierten Euler-Verfahren gelöst werden, wobei alle Parameter zur Linearisierung der JMAK-Formel bestimmt werden können, siehe Tabelle 5.

JMAK	Umwandlung von Phase A $\rightarrow$ Z		Umwandlung von Phase Z $\rightarrow$ B	
Parameter	T in K	Wert	T in K	Wert
n (T)	0	1	0	1
	823.15	1	823.15	1
x <sub>eq</sub> (T)	0	1,9	0	1,9
	823.15	1,9	823.15	1,9
τ (T)	0	50	0	50
	823,15	50	823,15	50
	dT/dt in Ks <sup>-1</sup>	Wert	dT/dt in Ks <sup>-1</sup>	Wert
f( <i>Ť</i> )	10	7,49867	10	5,49450
	1000	749,867	1000	549,450
f´( <i>İ</i> ')	10	14,0853	10	10,62397
	1000	1408,53	1000	1062,937

Tabelle 5: JMAK Parameter für die Phasenumwandlung

Abbildung 72 zeigt die modellierten Phasenanteile während einer Erwärmung auf 400 °C. Es wird deutlich, dass eine lineare Umwandlung der einzelnen Phasen in Abhängigkeit der Temperatur, aber unabhängig von der Erwärmrate erreicht wurde.



Abbildung 72: Simulierte Phasenumwandlungen bei unterschiedlichen Erwärmgeschwindigkeiten bis zu 400 °C der Legierung EN AW-6060.

### 5.5 Validierung des mechanischen Modells

Das entwickelte Materialmodell wurde in die Finite-Elemente-Software LS DYNA implementiert. Für das Materialmodell wurde das Keyword MAT GENERALIZED PHASECHANGE, welches in der Softwareversion R9.0.1 von LS DYNA (August 2016) veröffentlicht wurde, genutzt. Das Keyword dient zur Modellierung von Phasenumwandlungen in metallischen Werkstoffen und den damit verbundenen Änderungen der Werkstoffeigenschaften. Dabei können bis zu 24 einzelne Phasen definiert werden, die sich ineinander verwandeln. Die Phasenumwandlung kann dabei für das Erwärmen oder Abkühlen definiert werden [109]. Die Phasenumwandlungsgesetze nach Koistinen-Marburger, Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK), Kirkaldy und Oddy sind in dem Keyword vordefiniert.

Ein einfaches geometrisches Modell wurde verwendet, um das entwickelte phänomenologische Materialmodell für ausscheidungshärtende Aluminiumlegierungen zu validieren. Das Simulationsmodell bestand aus einem einzelnen würfelförmigen Solid Element mit einer Kantenlänge von 1 mm. Diesem Element wird ein definierter Temperaturverlauf vorgegeben, um die Kurzzeit-Wärmebehandlung zu simulieren, wie Abbildung 73 zeigt. Das Element war über Randbedingungen einseitig fest eingespannt. Den Knoten auf der anderen Seite wurde anschließend eine definierte Verschiebung aufgeprägt, wie Abbildung 73 zeigt. Die Wärmeausdehnung wurde bei dieser Simulation nicht berücksichtigt, um eine thermisch induzierte Verformung auszuschließen.



# Abbildung 73: Beispielhafter Temperatur-Zeit sowie Zeit-Verschiebungs-Verlauf zur Überprüfung des simulierten Umwandlungsverhaltens und die daraus resultierenden Eigenschaften.

Der Temperatur-Zeit-Verlauf wird sowohl hinsichtlich der Maximaltemperatur, als auch hinsichtlich der Temperatur auf der die Verformung stattfindet, in verschiedenen Einzelsimulationen variiert. Der Verschiebungs-Zeit-Verlauf bleibt während aller Einzelsimulationen konstant. Durch die aufgeprägte Verformung wird eine Zugbeanspruchung in dem Element hervorgerufen. Die dabei simulierten Fließkurven werden anschließend mit den experimentellen Daten verglichen.

In dem verwendeten Keyword werden die Hockett-Sherby Parameter der einzelnen Phasen nicht direkt eingegeben. In LS DYNA wurden die Fließkurven für jede imaginäre Phase temperaturabhängig in Tabellenform zugeordnet. Für jede Phase wurde alle 25 K eine Fließkurve tabellarisch hinterlegt.



Abbildung 74: Experimentell gewonnene sowie modellierte Fließkurven der Legierung EN AW-6060 T4 während unterschiedlicher Wärmebehandlungen.

Abbildung 74 zeigt die durch Zugversuche experimentell ermittelten sowie die mit dem Materialmodell beschriebenen Fließkurven der Legierung EN AW-6060 T4 während unterschiedlicher Kurzzeit-Wärmebehandlungen. Die gezeigten experimentell ermittelten

Fließkurven stellen den Mittelwert aus mindestens drei Einzelversuchen dar. Aufgetragen ist die wahre Spannung über dem Umformgrad. Die Fließkurven zeigen deutlich, dass die Ergebnisse des entwickelten phänomenologischen Materialmodells für ausscheidungshärtende Aluminiumlegierungen sehr gut mit den Experimenten übereinstimmen.

Abbildung 75 hebt einige Anwendungen des Materialmodells hervor. Abbildung 75 A zeigt, dass das entwickelte Materialmodell temperaturabhängige Fließkurven während der Erwärmung bereitstellen kann. Die Festigkeit sinkt dabei mit steigender Temperatur, wie auch in den Experimenten gezeigt wurde, siehe Abbildung 50. Abbildung 75 B zeigt, dass die simulierten Fließkurven während der Erwärmung und Abkühlung unterschiedlich verlaufen. Durch die Erwärmung auf 275 °C wird der Werkstoff entfestigt. Die Fließkurven liegen nach dem Abkühlen auf 200 °C und 25 °C daher deutlich unter den Fließkurven beim Erwärmen auf die gleichen Temperaturen. Abbildung 75 C zeigt, dass die Fließkurven bei gleicher aktueller Temperatur (hier 25 °C) von der Maximaltemperatur der vorangegangenen Kurzzeit-Wärmebehandlung abhängen. Es wird deutlich, dass eine kurzzeitige Erwärmung auf 200 °C keine Entfestigung bewirkt und die Fließkurve nach der Wärmebehandlung mit der des Ausgangszustands übereinstimmt. Im Temperaturbereich bis zu 300 °C wird das Material in der Simulation entfestigt und die Festigkeiten sinken mit steigender Maximaltemperatur. Oberhalb der Maximaltemperatur von 300 °C ist das Material maximal entfestigt und die Fließkurven ändern sich nach der Wärmebehandlung nicht weiter.



Abbildung 75: Simulierte Fließkurven der Legierung EN AW-6060 T4 während unterschiedlicher Kurzzeit-Wärmebehandlungen. A) Während der Erwärmung auf unterschiedlichen Temperaturen B) Unterscheidung Erwärmen/ Abkühlen auf 25 und 200°C nach T<sub>Max</sub>: 275 °C C) Bei 25 °C nach unterschiedlichen Maximaltemperaturen.

#### 5 Thermo-mechanisches Simulationsmodell

Das entwickelte Materialmodell kann Fließkurven bereitstellen, die sowohl von der aktuellen Temperatur sowie der Maximaltemperatur abhängen und dabei zwischen dem Erwärmen und Abkühlen unterschieden. Das entwickelte Materialmodell berücksichtigt somit die wesentlichen Einflussfaktoren einer Kurzzeit-Wärmebehandlung auf die mechanischen Eigenschaften und eignet sich daher zur gekoppelten thermischen, metallurgischen und mechanischen Simulation. Metallurgisch bedeutet in diesem Fall nicht die Abbildung der realen Auflösungsprozesse auf der nm-Skala, sondern einen realisierbaren makroskopischen Ansatz, der auf imaginären Phasen basiert.

# 6 Erkenntnisgewinn für den Prozess des Tailor Heat Treatment

#### 6.1 Prozessfenster für das Tailor Heat Treatment

Durch die Kombination der thermischen und der thermo-mechanischen Analyse können die mikrostrukturellen Veränderungen sowie die mechanischen Eigenschaften während und nach unterschiedlichen Kurzzeit-Wärmebehandlungen charakterisiert werden. Daraus lassen sich Prozessfenster für die Produktion von Tailored Heat Treated Halbzeugen ableiten. Eine Verbesserung des Materialflusses und damit der Umformbarkeit für THTP lässt sich durch eine gezielte Kombination von verfestigten und entfestigten Bereichen erreichen. Um die entfestigten Bereiche in das Halbzeug einbringen zu können, können grundsätzlich unterschiedliche Erwärmverfahren, wie Laser, Induktion oder Wärmekontakt, genutzt werden [110]. Im Übergang von verfestigten zu entfestigten Bereichen erfährt der Werkstoff in Abhängigkeit vom Abstand zur Wärmequelle unterschiedliche Maximaltemperaturen. Dieser Übergangsbereich sollte dabei möglichst kontinuierlich ohne weitere Festigkeitspeaks verlaufen, um ungewollte Festigkeitsprünge zu vermeiden.

Durch die thermische und thermo-mechanische Analyse der Legierung EN AW-6060 T4 konnte gezeigt werden, dass die Auflösung der festigkeitssteigernden Cluster und GP-Zonen des Ausgangszustandes ab ca. 200 °C beginnt und bei 300 °C abgeschlossen ist. Die Ausscheidung der festigkeitssteigernden Phase  $\beta''$  oberhalb von 300 °C wird durch Erwärmgeschwindigkeiten rascher als 20 Ks<sup>-1</sup> weitestgehend unterdrückt, siehe Abbildung 44. Mit diesen gewonnenen Erkenntnissen lässt sich für die Herstellung von Tailor Heat Treated Profiles ein geeignetes Wärmebehandlungsprozessfenster ableiten. Abbildung 76 zeigt das kontinuierliche Zeit-Temperatur-Auflösungs-Diagramm der

Legierung EN AW-6060 T4 mit dem ermittelten Wärmebehandlungsprozessfenster für die Herstellung von THTP. Für eine ausreichende Entfestigung des Materials ist eine Maximaltemperatur von mindestens 300 °C bei einer Erwärmgeschwindigkeit von mehr als 20 Ks<sup>-1</sup> notwendig. Das anschließende Abkühlen sollte nicht zu langsam durchgeführt werden, damit sich während der Abkühlung keine neuen Ausscheidungen bilden können. Eine Abkühlgeschwindigkeit von wenigen Ks<sup>-1</sup> ist für die Legierung EN AW-6060 ausreichend [103]. Diese Abkühlgeschwindigkeit wird bei einer Kurzzeit-Wärmebehandlung in der Regel durch die Selbstabkühlung des Halbzeuges infolge der Wärmeleitung im Material und die Konvektion mit der Umgebungsluft erreicht.



Abbildung 76: kontinuierliches Zeit-Temperatur-Auflösungs-Diagramm der Legierung EN AW-6060 T4 unter Berücksichtigung direkter und indirekter DSC-Messungen von 0,01 bis 100 Ks<sup>-1</sup> sowie eines Prozessfensters für die Herstellung von Tailored Heat Treated Profiles.

Der höhere Gehalt an Legierungselementen der Legierung EN AW-6082 T4 bedingt, dass die Ausscheidungs- und Auflösungsreaktionen stärker sind und erst mit höherer Erwärmgeschwindigkeit unterdrückt werden, als bei der Legierung EN AW-6060 T4. Bei einer Erwärmgeschwindigkeit von 20 Ks<sup>-1</sup> ist noch eine deutliche Ausscheidungsreaktion der  $\beta$ "-Phase rekonstruierbar, die bei der Erwärmrate von 100 Ks<sup>-1</sup> schon deutlich unterdrückt ist. siehe Abbildung 55. Die spätere Unterdrückung der Ausscheidungsreaktion wird auch in den mechanischen Eigenschaften ersichtlich. Bei einer Erwärmgeschwindigkeit von 10 Ks<sup>-1</sup> zeigt sich noch ein Verfestigungspeak im Maximaltemperaturbereich zwischen 300 und 400 °C, siehe Abbildung 58. Dieser Peak ist bei der Erwärmrate von 100 Ks<sup>-1</sup> stark abgeschwächt. Die Erwärmgeschwindigkeit zur Herstellung von THTP sollte daher bei der Legierung EN AW-6082 im Bereich von 100 Ks<sup>-1</sup> liegen, um den Verfestigungspeak bei langsameren Erwärmgeschwindigkeiten

zu vermeiden. Die Entfestigung erstreckt sich bei der Legierung EN AW-6082 T4 über einen größeren Temperaturbereich, als bei der Legierung EN AW-6060 T4. Zwischen 200 und 275 °C entfestigt die Legierung durch die Auflösung der festigkeitssteigernden Cluster und GP-Zonen des Ausgangszustandes stark. Eine weitere Erhöhung der Maximaltemperatur zwischen 275 und 400 °C reduziert die Festigkeitswerte weiter. Die maximale Entfestigung der Legierung EN AW-6082 T4 ist bei der Erwärmgeschwindigkeit von 100 Ks<sup>-1</sup> bei der Maximaltemperatur von 400 °C erreicht. Eine weitere Erhöhung der Temperatur beeinflusst die mechanischen Eigenschaften nach der Wärmebehandlung Abkühlgeschwindigkeit nach noch geringfügig. Die dem Erreichen der nur Maximaltemperatur sollte mindestens 10 Ks<sup>-1</sup> betragen. Bei einer langsameren Abkühlung von 1 Ks<sup>-1</sup> konnte eine erneute Ausscheidungsreaktion im Temperaturbereich zwischen 250 und 400 °C festgestellt werden, siehe Abbildung 60.



Zeit-Temperatur-Auflösungs-Diagramm Abbildung 77: kontinuierliches der Legierung EN AW-6082 T4 unter Berücksichtigung direkter und indirekter DSC-Messungen von 0,01 bis 100 Ks<sup>-1</sup> sowie eines Prozessfensters für die Herstellung von Tailored Heat Treated Profiles. Unnötig hohe Spitzentemperaturen, oberhalb von 300 °C bei der Legierung EN AW-6060 T4, bzw. 400 °C bei der Legierung EN AW-6082 T4, haben nur einen geringen Einfluss auf Ausscheidungszustand während einer Kurzzeit-Wärmebehandlung mit rascher Erwärmung. Durch die Verwendung sehr viel höherer Spitzentemperaturen steigt der Temperaturgradient innerhalb des wärmebehandelten Halbzeugs weiter an, was in unnötig hohe Eigenspannungen und Verzügen resultiert. Zeitgleich wird die Wärmeeinflusszone vergrößert, was die klare Begrenzung von verfestigten und entfestigten Bereichen erschwert. Sehr hohe Erwärmgeschwindigkeiten haben ebenfalls

124

Umformen negativ beeinflussen kann. Weiterhin kann durch sehr hohe Erwärmgeschwindigkeiten das Halbzeug möglicherweise nicht komplett über die Wandstärke durchgewärmt werden, wodurch es nur zu einer ungleichmäßigen und oberflächlichen Entfestigung des Werkstoffs kommt.

Das ermittelte optimale Prozessfenster für die Kurzzeit-Wärmebehandlung zur Herstellung von THTP aus der Legierung EN AW-6060 T4 liegt bei Erwärmgeschwindigkeiten einigen 10 Ks<sup>-1</sup> bis von wenigen 100 Ks<sup>-1</sup> und Spitzentemperaturen von 300 bis ca. 400 °C. Das ermittelte optimale Prozessfenster für die Kurzzeit-Wärmebehandlung zur Herstellung von THTP aus der Legierung EN AW-6082 T4 liegt hingegen bei etwas höheren Erwärmgeschwindigkeiten von ~100 bis wenigen 100 Ks<sup>-1</sup> und Spitzentemperaturen von 400 bis ca. 450 °C.

Es konnte gezeigt werden, dass die beiden untersuchten Legierungen für die Herstellung von THTP geeignet sind. Die maximal mögliche Entfestigung der Legierung EN AW-6060 T4 wird schon bei relativ niedrigeren Erwärm- und Abkühlraten ab 300 °C erreicht. Bei der Legierung EN AW-6082 T4 sind für die maximale Entfestigung höhere Maximaltemperaturen von 400 °C sowie höhere Erwärm- und Abkühlraten erforderlich. Die relative Entfestigung gegenüber dem Ausgangszustand der beiden untersuchten Legierungen ist vergleichbar.

Die maximal mögliche Entfestigung der Legierung EN AW-6060 T4 wird im Vergleich zur Legierung EN AW-6082 T4 schon mit einer langsameren Wärmebehandlung mit niedrigeren Spitzentemperaturen erreicht, was mit einer günstigeren und einfacheren Wärmebehandlungseinrichtung erreicht werden kann. Die Legierung EN AW-6082 T4 erreicht jedoch allgemein deutlich höhere Festigkeitswerte als die Legierung EN AW-6060 T4, was die Legierung EN AW-6082 T4 für den industriellen Einsatz von THTP sehr interessant macht.

Die Entfestigung der wärmebehandelten Bereiche ist nicht dauerhaft. Nach der Wärmebehandlung und der damit einhergehenden Auflösung der Cluster und GP-Zonen sind die Legierungselemente im Aluminiummischkristall gelöst. Die gelösten Legierungselemente können während einer nachgelagerten Kaltauslagerung wiederum Cluster und Ausscheidungen bilden, wodurch sich die Festigkeit in den entfestigten Bereichen nach der Kurzzeit-Wärmebehandlung wieder erhöht. Um die maximale Entfestigung nutzen zu können, sollte die Umformung der wärmebehandelten Halbzeuge möglichst direkt nach der Wärmebehandlung erfolgen, da schon nach einer Kaltauslagerung von wenigen Stunden ein erneuter Festigkeitsanstieg messbar ist [111].

### 6.2 Prozesskettensimulation

Die Kurzzeit-Wärmebehandlung stellt bei der Herstellung von THTP den Prozessschritt für die Einstellung der maßgeschneiderten Eigenschaften für die nachfolgende Umformung dar. Während der Kurzzeit-Wärmebehandlung können Eigenspannungen und Verzüge durch die hohen Temperaturgradienten im Bauteil entstehen. Diese Eigenspannungen und Verzüge können den nachfolgenden Umformschritt beeinflussen.

Für die numerische Simulation der Kurzzeit-Wärmebehandlung wurde in dieser Arbeit ein phänomenologisches Materialmodell entwickelt, welches die mechanischen Eigenschaften in Abhängigkeit der relevanten Wärmebehandlungsparameter bereitstellt. Mit diesem Materialmodell können die Kurzzeit-Wärmebehandlung simuliert, die Eigenspannungen und Verzüge berechnet und als Ergebnisdaten in eine nachfolgende Umformsimulation übergeben werden.

Durch das entwickelte Materialmodell kann eine durchgehende Prozesskettensimulation bestehend aus der Kurzzeit-Wärmebehandlungssimulation und einer nachfolgenden Umformsimulation aufgebaut werden. Durch den Aufbau einer durchgehenden Prozesskettensimulation werden mechanischen Eigenschaften sowie die Eigenspannungen und Verzüge, die aus der Wärmebehandlungssimulation resultieren, in die Umformsimulation als Eingangsgrößen übergeben. Durch die Verwendung einer Prozesskettensimulation kann die Umformbarkeit von Tailored Heat Treated Products zukünftig weiter gesteigert werden.

## 7 Zusammenfassung

Aluminiumprofile werden durch das gute Verhältnis von Steifigkeit und Festigkeit zur Dichte in vielen Bereichen des Transportwesens, wie der Automobilindustrie und der Luftfahrtindustrie, eingesetzt. Durch das konsequente Ersetzen von schweren Materialien wie Stählen durch leichte Aluminiumstrukturen kann eine erhebliche Gewichtsreduzierung einzelner Komponenten und somit eine Einsparung des Treibstoffes und der CO<sub>2</sub>-Emissionen erreicht werden. Das Ausscheidungshärten stellt die wichtigste Möglichkeit dar, die Festigkeit von geeigneten Aluminiumlegierungen signifikant zu erhöhen. Ausscheidungshärten Beim werden durch eine Wärmebehandlung gezielt fein verteilte Teilchen in der Aluminiummatrix ausgeschieden, die das Versetzungsgleiten somit die plastische Verformung und der Aluminiumlegierungen behindern. Aluminiumstrukturen haben im Vergleich zu Stählen jedoch häufig ein reduziertes Kaltumformvermögen und neigen beim Umformen mit kleinen Radien zu starken Querschnittsverformungen. Durch eine gezielte lokale Kurzzeit-Wärmebehandlung können die festigkeitssteigernden Ausscheidungen örtlich aufgelöst werden, wodurch die Festigkeit des Materials lokal reduziert wird. Durch die gezielte Entfestigung einzelner Bereiche kann der Materialfluss verbessert und die kritische Umformzone entlastet werden. wodurch die Umformbarkeit von Aluminiumprofilen verbessert wird. Dieser Ansatz hat zu der Entwicklung von Tailored Heat Treated Profiles (THTP) geführt. Die mechanischen Eigenschaften des Profils werden dabei über verfestigte und entfestigte Bereiche angepasst, sodass eine nachfolgende Umformung des Profils verbessert und größere Umformgrade erreicht werden können. Dabei sind die lokalen Bereiche der Werkstoffentfestigung sehr sorgfältig zu wählen.

Die lokale Entfestigung des Werkstoffs wird über eine Kurzzeit-Wärmebehandlung realisiert. Die Wärmeeinbringung muss lokal begrenzt sein, was bspw. mit einem Laser des erreicht werden kann. Die Entfestigung Materials hängt von den Wärmebehandlungsparametern ab. Im Rahmen dieser Arbeit wurden mittels thermischer Analyse im DSC und thermo-mechanischer Analyse im Abschreckund Umformdilatometer Wärmebehandlungsparameter der Legierungen EN AW-6060 T4 sowie EN AW-6082 T4 für die Herstellung von Tailored Heat Treated Profiles definiert.

Das Ausscheidungs- und Auflösungsverhalten wurde mittels thermischer Analyse im DSC über einen großen Erwärmgeschwindigkeitsbereich charakterisiert. Dazu wurden Erwärmkurven beider Legierungen von 0,01 bis zu 100 Ks<sup>-1</sup> aufgenommen. Konventionelle Kalorimeter sind nach derzeitigem Stand nur in der Lage, Erwärm- und Abkühlkurven bis zu 5 Ks<sup>-1</sup> aufzunehmen. Um diese höheren Erwärmraten aufnehmen zu können, wurde eine neue indirekte Messmethodik entwickelt, validiert und angewendet, mit der es möglich ist, das Auflösungs- und Ausscheidungsverhalten von Aluminiumlegierungen während bisher nicht messbarer Wärmebehandlungen untersuchen zu können. Somit können die mikrostrukturellen Veränderungen in Abhängigkeit der Erwärmrate und der Temperatur beschrieben werden.

Eine Veränderung des Ausscheidungszustandes hat einen direkten Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften. Zur Bestimmung der mechanischen Eigenschaften während einer Kurzzeit-Wärmebehandlung wurde die thermo-mechanische Analyse in einem Abschreck- und Umformdilatometer durchgeführt. In dem Dilatometer wurden verschiedene Kurzzeit-Wärmebehandlungen durchgeführt und an definierten Stellen abgebrochen. Direkt im Anschluss wurden Zugversuche in dem gleichen Gerät an den wärmebehandelten Proben durchgeführt. Durch diese Vorgehensweise konnten die mechanischen Eigenschaften in Abhängigkeit verschiedener Wärmebehandlungsparameter ermittelt werden.

Durch die Kombination der thermischen und der thermo-mechanischen Analyse konnte gezeigt werden, dass die Entfestigung der beiden Werkstoffe durch die Auflösung von Clustern und GP-Zonen bei hohen Erwärmraten im Temperaturbereich zwischen ~200 – 300 °C hervorgerufen wird. Eine weitere Erhöhung der Maximaltemperatur kann in Abhängigkeit der Erwärmrate zur Ausscheidung der metastabilen  $\beta$ "-Phase und somit zu einer erneuten Verfestigung des Materials führen. Dies kann durch eine ausreichend schnelle Erwärmung über ca. 100 Ks<sup>-1</sup> weitestgehend unterdrückt werden. Die maximale Entfestigung der Legierung EN AW-6060 T4 wird ab einer Maximaltemperatur von

300 °C EN AW-6082 T4 erreicht, während die Legierung im untersuchten Parameterbereich ihre maximale Entfestigung ab der Spitzentemperatur von 400 °C erreicht. Ein Einfluss der Abkühlgeschwindigkeit oberhalb von 10 Ks<sup>-1</sup>, was einer typischen Abkühlgeschwindigkeit bei den untersuchten Kurzzeit-Wärmebehandlungen entspricht, konnte nicht festgestellt werden. Die mechanischen Eigenschaften während und nach der Kurzzeit-Wärmebehandlung sind, bei einer schnellen Erwärmung und Abkühlung, im Wesentlichen von der aktuellen Temperatur sowie der Maximaltemperatur während der Wärmebehandlung abhängig. Für die beiden untersuchten Legierungen konnte somit ein Wärmebehandlungsprozessfenster für die Herstellung von Tailored Heat Treated Profiles definiert werden.

Die Erkenntnisse aus den thermischen und thermo-mechanischen Untersuchungen wurden genutzt, um ein phänomenologisches Materialmodell für ausscheidungshärtbare Aluminiumlegierungen während einer Kurzzeit-Wärmebehandlung zu entwickeln. In diesem Modell wurden die mechanischen Eigenschaften durch eine Mischung verschiedener imaginärer Phasen definiert, die mit der groben Phasenmischung in Stählen vergleichbar ist. Der anfängliche ausscheidungsgehärtete Zustand wurde als imaginäre verfestigte Phase (A) definiert. Während der Kurzzeit-Wärmebehandlung lösen sich die festigkeitssteigernden Ausscheidungen auf und das Material wird entfestigt. Dieser Zustand wurde als imaginäre entfestigte Phase (B) definiert. Zwischen der verfestigten Phase (A) und der entfestigten Phase (B) wurde eine imaginäre Zwischenphase (Z) definiert. Diese Phasen wandeln sich beim Erwärmen in Abhängigkeit der Temperatur ineinander um. Während der Abkühlung wird hingegen keine Phasenumwandlung zugelassen. Den einzelnen Phasen wurden temperaturabhängige Fließkurven zugeordnet. Aufgrund der imaginären Phasenzusammensetzung in Abhängigkeit von der Maximaltemperatur und den temperaturabhängigen Fließkurven der einzelnen Phasen kann das entwickelte Materialmodell für jede aktuelle Temperatur und jede bisherige Maximaltemperatur sowie für den Erwärm- und Abkühlpfad eine Fließkurve berechnen.

Mit diesem Materialmodell kann die Kurzzeit-Wärmebehandlung von Aluminiumlegierungen simuliert werden. Eigenspannungen und Verformungen können berechnet und an eine nachfolgende Umformsimulation übergeben werden, um eine durchgehende Prozesskettensimulation zu realisieren.

129

### I. Selbstständigkeitserklärung

Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Dissertation selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt und die den benutzten Werken wörtlich oder inhaltlich entnommenen Stellen als solche kenntlich gemacht habe.

Hannes Fröck

Rostock, den 16.08.2019

### II. Literaturverzeichnis

- Merklein M, Maren J, Lechner M et al. (2014) A review on tailored blanks— Production, applications and evaluation. J Mater Process Technol 214(2): 151–164. doi: 10.1016/j.jmatprotec.2013.08.015
- Osten J, Milkereit B, Schick C et al. (2015) Dissolution and precipitation behaviour during continuous heating of Al-Mg-Si alloys in a wide range of heating rates: Materials. Mater 8(5): 2830–2848. doi: 10.3390/ma8052830
- Milkereit B, Wanderka N, Schick C et al. (2012) Continuous cooling precipitation diagrams of Al-Mg-Si alloys. Mater Sci Eng A 550: 87–96. doi: 10.1016/j.msea.2012.04.033
- Macherauch E, Zoch HW (2008) Praktikum in Werkstoffkunde: Über 100 ausführliche Versuche aus wichtigen Gebieten der Werkstofftechnik, 11th edn. Studium Technik. Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden
- Ostermann F (2014) Anwendungstechnologie Aluminium, 3rd edn. VDI-Buch. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg
- 6. Kammer C (2011) Aluminium-Taschenbuch, 16th edn. Beuth, Berlin
- Fröck H, Milkereit B, Wiechmann P et al. (2018) Influence of Solution-Annealing Parameters on the Continuous Cooling Precipitation of Aluminum Alloy 6082. Metals 8(4): 265. doi: 10.3390/met8040265
- 8. Kammer C (1998) Aluminium Taschenbuch Band 1. Aluminium-Verlag, Aluminium-Zentrale Düsseldorf, Düsseldorf
- 9. Cavazos JL, Colás R (1999) Aging of an aluminum alloy resulting from variations in the cooling rate. Journal of Materials Engineering and Performance 8(5): 509–512
- Herding T, Kessler O, Hoffmann F et al. (2002) An Approach for Continuous Cooling Transformation (CCT) Diagrams of Aluminium Alloys. Mater Sci Forum 396-402: 869–874. doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.396-402.869
- Kessler O, Bargen R von, Hoffmann F et al. (2006) Continuous cooling transformation (CCT) diagram of aluminum alloy Al-4.5Zn-1Mg. In: Poole WJ, Wells MA, Lloyd DJ (eds) 10 th International Conference on Aluminium Alloys 2006, Pts 1 and 2, 519-521 of Materials Science Forum. Trans Tech Publications, pp 1467– 1472

Ш

- Milkereit B, Kessler O, Schick C (2008) Continuous Cooling Precipitation Diagrams of Aluminium-Magnesium-Silicon Alloys. In: Hirsch J, Skrotzki B, Gottstein G (eds) 11th International Conference on Aluminium Alloys, vol 2. DGM; WILEY-VCH Weinheim. p. 1232-1237, pp 1232–1237
- Milkereit B, Fröck H, Schick C et al. (2014) Continuous cooling precipitation diagram of cast aluminium alloy AI-7Si-0.3Mg. Transactions of Nonferrous Metals Society of China 24(7): 2025–2033. doi: 10.1016/S1003-6326(14)63308-2
- Yang B, Milkereit B, Zhang Y et al. (2016) Continuous cooling precipitation diagram of aluminium alloy AA7150 based on a new fast scanning calorimetry and interrupted quenching method. Mater Charact 120: 30–37. doi: 10.1016/j.matchar.2016.08.016
- Bryantsev PY Continuous cooling transformation diagrams for 6XXX aluminium alloys, vol 5
- Kumar M, Ross N, Baumgartner I (2015) Development of a continuous cooling transformation diagram for an AI-Zn-Mg alloy using dilatometry. Materials Science Forum, 828-829
- Li H-y, Bin J, Zhao Y-k et al. (2011) Establishment of continuous cooling transformation diagrams of aluminum alloys using in situ voltage measurement. Transactions of Nonferrous Metals Society of China 21(9): 1944–1949. doi: 10.1016/S1003-6326(11)60954-0
- Edwards GA, Stiller K, Dunlop GL et al. (1998) The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys. Acta Mater 46(11): 3893–3904
- Wang X, Esmaeili S, Lloyd DJ (2006) The sequence of precipitation in the Al-Mg-Si-Cu alloy AA6111. Metall. Mater. Trans. A-Phys. Metall. Mater. Sci. 37A(9): 2691– 2699
- Godard D, Archambault P, Aeby-Gautier E et al. (2002) Precipitation sequences during quenching of the AA 7010 alloy. Acta Mater 50(9): 2319–2329. doi: 10.1016/S1359-6454(02)00063-0
- Banhart J, Chang CST, Liang Z et al. (2010) Natural Aging in Al-Mg-Si Alloys A Process of Unexpected Complexity. Adv Eng Mater 12(7): 559–571. doi: 10.1002/adem.201000041
- 22. Kim SN, Kim JH, Tezuka H et al. (2013) Formation Behavior of Nanoclusters in Al-Mg–Si Alloys with Different Mg and Si Concentration. Mater Trans 54(03): 297–303
- 23. Murayama M, Hono K, Saga M et al. (1998) Atom probe studies on the early stages of precipitation in Al–Mg–Si alloys. Mater Sci Eng A 250(1): 127–132

- 24. Dutta I, Allen SM (1991) A calorimetric study of precipitation in commercial aluminium alloy 6061. J Mater Sci Lett 10(6): 323–326
- Marioara CD, Andersen SJ, Jansen J et al. (2001) Atomic model for GP-zones in a 6082 Al–Mg–Si system. Acta Materialia 49(2): 321–328. doi: 10.1016/S1359-6454(00)00302-5
- 26. Murayama M, Hono K (1999) Pre-precipitate clusters and precipitation processes in Al-Mg-Si alloys. Acta Mater 47(5): 1537–1548
- Edwards GA, Stiller K, Dunlop GL (1994) APFIM investigation of fine-scale precipitation in aluminium alloy 6061. Applied Surface Science 76-77: 219–225. doi: 10.1016/0169-4332(94)90346-8
- Andersen SJ, Zandbergen HW, Jansen J et al. (1998) The crystal structure of the β" phase in Al–Mg–Si alloys. Acta Materialia 46(9): 3283–3298. doi: 10.1016/S1359-6454(97)00493-X
- Andersen SJ (1995) Quantification of the Mg2Si β" and β' phases in AlMgSi alloys by transmission electron microscopy. Metallurgical and Materials Transactions A 26(8): 1931–1937. doi: 10.1007/BF02670664
- 30. Tsao CS, Chen CY, Jeng US et al. (2006) Precipitation kinetics and transformation of metastable phases in Al–Mg–Si alloys. Acta Mater 54(17): 4621–4631
- 31. Cayron C, Buffat PA (2000) Transmission electron microscopy study of the beta ' phase (AI-Mg-Si alloys) and QC phase (AI-Cu-Mg-Si alloys): Ordering mechanism and crystallographic structure. Acta Mater 48(10): 2639–2653
- Ohmori Y, Doan LC, Matsuura Y et al. (2001) Morphology and crystallography of β-Mg2Si precipitation in Al–Mg–Si alloys. Mater Trans 42(12): 2576–2583
- Strobel K, Lay MDH, Easton MA et al. (2016) Effects of quench rate and natural ageing on the age hardening behaviour of aluminium alloy AA6060. Materials Characterization 111: 43–52. doi: 10.1016/j.matchar.2015.11.009
- Dilthey U (2005) Schweißtechnische Fertigungsverfahren 2: Verhalten der Werkstoffe beim Schweißen, 3., bearbeitete Auflage. VDI-Buch. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg
- Kleiner M, Geiger M, Klaus A (2003) Manufacturing of Lightweight Components by Metal Forming. CIRP Ann Manuf Technol 52(2): 521–542. doi: 10.1016/S0007-8506(07)60202-9
- Vollertsen F, Lange K (1998) Enhancement of Drawability by Local Heat Treatment.
   CIRP Ann Manuf Technol 47(1): 181–184. doi: 10.1016/S0007-8506(07)62813-3
- Hordych I, Bild K, Boiarkin V et al. (2018) Phase transformations in a boron-alloyed steel at high heating rates. Procedia Manufacturing 15: 1062–1070. doi: 10.1016/j.promfg.2018.07.386
- 38. Merklein M, Böhm W, Lechner M (2012) Tailoring Material Properties of Aluminum by Local Laser Heat Treatment. Physics Procedia 39: 232–239
- 39. Geiger M, Merklein M, Vogt U (2009) Aluminum tailored heat treated blanks. Prod.
  Eng. Res. Devel. 3(4-5): 401–410. doi: 10.1007/s11740-009-0179-8
- 40. Kahrimanidis A, Lechner M, Degner J et al. (2015) Process Design of Aluminum Tailor Heat Treated Blanks. Materials (Basel) 8(12): 8524–8538. doi: 10.3390/ma8125476
- 41. Geiger M, Merklein M, Kerausch M (2004) Finite Element Simulation of Deep Drawing of Tailored Heat Treated Blanks. CIRP Ann Manuf Technol 53(1): 223– 226. doi: 10.1016/S0007-8506(07)60684-2
- Merklein M, Lechner M, Graser M (2015) Influence of a short-termheat treatment on the formability and ageing characteristics of aluminum profiles. Lasers in Manufacturing Conference 2015
- 43. Schick C, Mathot V (eds) (2016) Fast Scanning Calorimetry. Springer International Publishing, Cham
- 44. Höhne, G. W. H., Hemminger WF, Flammersheim HJ (2003) Differential Scanning Calorimetry, 2nd revised and enlarged edition. Springer, Berlin, Heidelberg
- 45. Sarge SM, Höhne, G. W. H., Hemminger WF (2014) Calorimetry: Fundamentals instrumentation and applications. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim
- 46. Schumacher P, Pogatscher S, Starink MJ et al. (2015) Quench-induced precipitates in Al–Si alloys: Calorimetric determination of solute content and characterisation of microstructure. Thermochim Acta 602: 63–73. doi: 10.1016/j.tca.2014.12.023
- Zohrabyan D, Milkereit B, Kessler O et al. (2012) Precipitation enthalpy during cooling of aluminum alloys obtained from calorimetric reheating experiments. Thermochim Acta 529: 51–58. doi: 10.1016/j.tca.2011.11.024
- 48. Zhuravlev E, Schick C (2010) Fast scanning power compensated differential scanning nano-calorimeter: 2. Heat capacity analysis. Thermochimica Acta 505(1-2): 14–21. doi: 10.1016/j.tca.2010.03.020
- 49. Steinke P (2015) Finite-Elemente-Methode. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg

- Mackerle J (2003) Finite element analysis and simulation of quenching and other heat treatment processes. Computational Materials Science 27(3): 313–332. doi: 10.1016/S0927-0256(03)00038-7
- Şimşir C, Gür CH (2008) 3D FEM simulation of steel quenching and investigation of the effect of asymmetric geometry on residual stress distribution. Journal of Materials Processing Technology 207(1-3): 211–221. doi: 10.1016/j.jmatprotec.2007.12.074
- Oliveira WP de, Savi MA, Pacheco PMCL et al. (2010) Thermomechanical analysis of steel cylinders quenching using a constitutive model with diffusional and nondiffusional phase transformations. Mechanics of Materials 42(1): 31–43. doi: 10.1016/j.mechmat.2009.09.006
- Deng X, Ju D (2013) Modeling and Simulation of Quenching and Tempering Process in steels. Physics Procedia 50: 368–374. doi: 10.1016/j.phpro.2013.11.057
- 54. Carlone P, Palazzo GS, Pasquino R (2010) Finite element analysis of the steel quenching process: Temperature field and solid–solid phase change. Computers & Mathematics with Applications 59(1): 585–594. doi: 10.1016/j.camwa.2009.06.006
- Reich M, Kessler O (2012) Numerical and experimental analysis of residual stresses and distortion in different quenching processes of aluminum alloy profiles. In: ASM International (ed) Quenching Control and Distortion. ASM International, pp 563–574
- 56. Reich M, Schöne S, Kessler O et al. (2010) Simulation of gas and spray quenching during extrusion of aluminium alloys. KEM 424: 57–64
- Yang X, Zhu J, Nong Z et al. (2013) FEM simulation of quenching process in A357 aluminum alloy cylindrical bars and reduction of quench residual stress through cold stretching process. Comput. Mater. Sci. 69: 396–413. doi: 10.1016/j.commatsci.2012.11.024
- WANG M-j, YANG G, HUANG C-q et al. (2014) Simulation of temperature and stress in 6061 aluminum alloy during online quenching process. Transactions of Nonferrous Metals Society of China 24(7): 2168–2173. doi: 10.1016/S1003-6326(14)63328-8
- Felde I, Simsir C (2014) Simulation trends in quenching technology for automotive components. International Heat Treatment and Surface Engineering 8(1): 42–48. doi: 10.1179/1749514813Z.0000000097

- Deng D, Kiyoshima S (2010) FEM prediction of welding residual stresses in a SUS304 girth-welded pipe with emphasis on stress distribution near weld start/end location. Computational Materials Science 50(2): 612–621. doi: 10.1016/j.commatsci.2010.09.025
- Donati L, Troiani E, Proli P et al. (2015) FEM Analysis and Experimental Validation of Friction Welding Process of 6xxx Alloys for the Prediction of Welding Quality. Materials Today: Proceedings 2(10): 5045–5054. doi: 10.1016/j.matpr.2015.10.095
- Hömberg D, Liu Q, Montalvo-Urquizo J et al. (2016) Simulation of multi-frequencyinduction-hardening including phase transitions and mechanical effects. Finite Elements in Analysis and Design 121: 86–100. doi: 10.1016/j.finel.2016.07.012
- Reich M, Kessler O (2012) Quenching Simulation of Aluminum Alloys Including Mechanical Properties of the Undercooled States. Matls Perf Charact 1(1): 104632. doi: 10.1520/MPC104632
- Kövér M, Sláma P (2015) Aluminium Alloys Measurement in Quenching Dilatometer and Application of the Data. AMR 1127: 73–77. doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.1127.73
- 65. Lasagni FA, Falahati A, Mohammadian-Semnani H et al. (2008) Precipitation of Si revealed by dilatometry in Al-Si-Cu/Mg alloys. Kovove Mater 46(1): 1–6
- Milkereit B, Reich M, Kessler O (2016) Detection of Quench Induced Precipitation in Al Alloys by Dilatometry. MSF 877: 147–152. doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.877.147
- Schumann H (1975) Verformungsinduzierte Martensitbildung in metastabilen austenitischen Stählen. Kristall und Technik 10(4): 401–411. doi: 10.1002/crat.19750100409
- Osten J, Lux C, Milkereit B et al. (2016) Stress Induced Precipitation during Quenching of Aluminium Alloys. MSF 877: 159–165. doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.877.159
- Reti T, Fried Z, Felde I (2001) Computer simulation of steel quenching process using a multi-phase transformation model. Comput. Mater. Sci. 22(3-4): 261–278. doi: 10.1016/S0927-0256(01)00240-3
- 70. Mülders B (2001) Modellierung der Verfestigung technischer Aluminiumlegierungen, Technische Hochschule Aachen
- Hart EW (1970) A phenomenological theory for plastic deformation of polycrystalline metals. Acta Metall 18(6): 599–610. doi: 10.1016/0001-6160(70)90089-1

- 72. Kocks UF (1976) Laws For Work-Hardening and Low-Temperature Creep. J Eng Mater Technol 98(1): 76–85
- Prinz FB, Argon AS (1984) The evolution of plastic resistance in large strain plastic flow of single phase subgrain forming metals. Acta Metall 32(7): 1021–1028. doi: 10.1016/0001-6160(84)90004-X
- Myhr OR, Grong Ø, Pedersen KO (2010) A Combined Precipitation, Yield Strength, and Work Hardening Model for Al-Mg-Si Alloys. Metall and Mat Trans A 41(9): 2276–2289. doi: 10.1007/s11661-010-0258-7
- Starink MJ, Li XM (2003) A model for the electrical conductivity of peak-aged and overaged Al-Zn-Mg-Cu alloys. Metall. Mater. Trans. A-Phys. Metall. Mater. Sci. 34 A(4): 899–911
- 76. Esmaeili S, Lloyd DJ, Poole WJ (2003) Modeling of precipitation hardening for the naturally aged Al-Mg-Si-Cu alloy AA6111. Acta Mater 51(12): 3467–3481. doi: 10.1016/S1359-6454(03)00167-8
- Esmaeili S, Lloyd DJ, Poole WJ (2003) A yield strength model for the Al-Mg-Si-Cu alloy AA6111. Acta Materialia 51(8): 2243–2257. doi: 10.1016/S1359-6454(03)00028-4
- Striewe B, Seiderer J, Hehl A von et al. (2016) Method for efficient determination of material properties for modelling aluminium welding processes. Mat.-wiss. u. Werkstofftech. 47(11): 1140–1152. doi: 10.1002/mawe.201600639
- DIN Deutsches Institut f
  ür Normung e. V. (2013) Aluminium und Aluminiumlegierungen - Stranggepresste Stangen, Rohre und Profile - Teil 2: Mechanische Eigenschaften(755-2)
- 80. Dietrich J (2016) Praxis der Zerspantechnik. Springer Fachmedien Wiesbaden, Wiesbaden
- Sarge SM, Hemminger WF, Gmelin E et al. (1997) Metrologically based procedures for the temperature, heat and heat flow rate calibration of DSC. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry 49(2): 1125–1134
- Höhne GWH, Cammenga HK, Eysel W et al. (1990) The temperature calibration of scanning calorimeters. Thermochimica Acta 160(1): 1–12. doi: 10.1016/0040-6031(90)80235-Q
- Toda A, Konishi M (2015) An evaluation of thermal lags of fast-scan microchip DSC with polymer film samples. Thermochim Acta 603: 197–204. doi: 10.1016/j.tca.2014.12.014

- 84. Milkereit B (2011) Kontinuierliche Zeit-Temperatur-Ausscheidungs-Diagramme von Al-Mg-Si-Legierungen. Dissertation, University of Rostock
- Osten J, Söllig P, Reich M et al. (2014) Softening of High-Strength Steel for Laser Assisted Clinching. Adv Mater Res 966–967: 617–627. doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.966-967.617
- 86. TA Instruments (2013) Dilatometry. DIL 805
- BIN Deutsches Institut f
  ür Normung e. V. (2016) Aluminium und Aluminiumlegierungen - Stranggepresste Stangen, Rohre und Profile - Teil 9: Profile, Grenzabmaße und Formtoleranzen; Deutsche Fassung EN 755-9:2016(755-9)
- BIN Deutsches Institut f
  ür Normung e. V. (2017) DIN EN ISO 6892-1\_2017: Metallische Werkstoffe - Zugversuch - Teil 1: Pr
  üfverfahren bei Raumtemperatur(6892-1)
- Birol Y (2005) Pre-aging to improve bake hardening in a twin-roll cast Al–Mg–Si alloy. Mater Sci Eng A 391(1-2): 175–180. doi: 10.1016/j.msea.2004.08.069
- 90. Liang Z Clustering and Precipitation in Al-Mg-Si Alloys. Dissertation
- Gupta AK, Lloyd DJ (1999) Study of precipitation kinetics in a super purity Al-0.8 pct Mg-0.9 pct Si alloy using differential scanning calorimetry. Metall and Mat Trans A 30(3): 879–884. doi: 10.1007/s11661-999-0081-1
- Takeda M, Ohkubo F, Shirai T et al. (1996) Precipitation Behaviour of AI-Mg-Si Ternary Alloys. Mater Sci Forum 217-222: 815–820. doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.217-222.815
- Doan LC, Ohmori Y, Nakai K (2000) Precipitation and dissolution reactions in a 6061 aluminum alloy. Mater Trans 41(2): 300–305
- Milkereit B, Osten J, Schick C et al. (2012) Continuous Heating Dissolution Diagrams of Aluminium Alloys. In: Weiland H, Rollett AD, Cassada WA (eds) 13th International Conference on Aluminum Alloys (ICAA13). TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), pp 1095–1100
- Wiechmann P, Panwitt H, Heyer H et al. (2018) Combined Calorimetry, Thermo-Mechanical Analysis and Tensile Test on Welded EN AW-6082 Joints. Materials (Basel) 11(8). doi: 10.3390/ma11081396
- 96. Biroli G, Caglioti G, Martini L et al. (1998) Precipitation kinetics of AA4032 and AA6082: A comparison based on DSC and TEM. Scripta Mater 39(2): 197–203

Х

- 97. Milkereit B, Beck M, Reich M et al. (2011) Precipitation kinetics of an aluminium alloy during Newtonian cooling simulated in a differential scanning calorimeter. Thermochim Acta 522(1-2): 86–95
- Milkereit B, Kessler O, Schick C (2009) Recording of continuous cooling precipitation diagrams of aluminium alloys. Thermochim Acta 492(Special Issue: Calorimetry on a Nano-scale): 73–78
- Cuniberti A, Tolley A, Riglos MC et al. (2010) Influence of natural aging on the precipitation hardening of an AIMgSi alloy. Mater Sci Eng A 527(20): 5307–5311. doi: 10.1016/j.msea.2010.05.003
- 100. Poznak A, Thole V, Sanders P (2018) The Natural Aging Effect on Hardenability in Al-Mg-Si: A Complex Interaction between Composition and Heat Treatment Parameters. Metals 8(5): 309. doi: 10.3390/met8050309
- Marioara CD, Andersen SJ, Jansen J et al. (2003) The influence of temperature and storage time at RT on nucleation of the β" phase in a 6082 Al–Mg–Si alloy.
   Acta Mater 51(3): 789–796. doi: 10.1016/S1359-6454(02)00470-6
- Miao WF, Laughlin DE (2000) A differential scanning calorimetry study of aluminum alloy 6111 with different pre-aging treatments. J Mater Sci Lett 19(3): 201–203. doi: 10.1023/A:1006798305992
- 103. Milkereit B, Schick C, Kessler O (2008) Process and Properties: Continuous Cooling Precipitation Diagrams of Aluminium-Magnesium-Silicon Alloys. In: Proceedings 11th International Conference on Aluminium Alloys, pp 1232–1237
- 104. Kemsies RH, Milkereit B, Wenner S et al. (2018) In situ DSC investigation into the kinetics and microstructure of dispersoid formation in Al-Mn-Fe-Si(-Mg) alloys. Materials & Design 146: 96–107. doi: 10.1016/j.matdes.2018.03.007
- 105. Maruyama N, Uemori R, Hashimoto N et al. (1997) Effect of silicon addition on the composition and structure of fine-scale precipitates in Al-Mg-Si alloys. Scripta Mater 36(1): 89–93. doi: 10.1016/S1359-6462(96)00358-2
- 106. Fröck H, Reich M, Milkereit B et al. (2019) Scanning Rate Extension of Conventional DSCs through Indirect Measurements. Materials 2019. doi: 10.3390/ma12071085
- Polmear IJ (2006) Light alloys: From traditional alloys to nanocrystals, 4. ed.
   Elsevier Butterworth-Heinemann, Amsterdam
- Hockett JE, Sherby OD (1975) Large strain deformation of polycrystalline metals at low homologous temperatures. J Mech Phys Solids 23(2): 87–98

- 109. Loose T, Klöppel T (2015) An LS-DYNA material model for the consistent simulation of welding forming and heat treatment. 11th Int Seminar Numerical Analysis of Weldability
- Merklein M, Graser M, Lechner M (2015) Experimental Investigation of Heat-Treated Aluminum Profiles. KEM 651-653: 59–64. doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.651-653.59
- 111. Graser M, Fröck H, Lechner M et al. (2016) Influence of short-term heat treatment on the microstructure and mechanical properties of EN AW-6060 T4 extrusion profiles—Part B. Prod. Eng. Res. Devel. 10(4-5): 391–398. doi: 10.1007/s11740-016-0684-5

## III. Abbildungsverzeichnis

XII

Abbildung 1: Wärmebehandlungszyklus des Ausscheidungshärtens sowie schematische Gefügeskizzen bei unterschiedlichen Stadien der Wärmebehandlung in Anlehnung an [5]
Abbildung 2: Quasibinäres Zustandsdiagramm Al-Mg <sub>2</sub> Si [8], grau markiert das Einphasengebiet des α-Mischkristalls und typische Lösungsglühtemperaturen von AlMgSi-Knetlegierungen
Abbildung 3: Auslagerungsdiagramm der Legierung EN AW-6060 nach unterschiedlicher Abkühlung und 24 stündiger Raumtemperaturzwischenlagerung [33] 10
<ul> <li>Abbildung 4: Schematischer Aufbau eines Wärmestrom-Kalorimeters vom Calvet-Typ:</li> <li>(S) Probenseite, (R) Referenzseite, (ΔT) Temperaturdifferenz zwischen Proben- und Referenzseite, (1) Proben- und Referenzprobenkammer, (2) Thermosäulen, (3) Ofen, (4) Ofendeckel [44].</li> </ul>
<ul> <li>Abbildung 5: Schematischer Aufbau eines leistungskompensierten Kalorimeters:</li> <li>(S) Probenofen mit Probentiegel, (R) Referenzofen mit Referenztiegel, (1) Heizdrähte,</li> <li>(2) Widerstandsthermometer [44].</li> </ul>
Abbildung 6: Erwärm- / Abkühlgeschwindigkeiten unterschiedlicher DSC-Gerätetypen. 16
Abbildung 7: Kontinuierliches Temperatur-Zeit-Auflösungs-Diagramm einer Legierung a) EN AW-6005A T4 sowie einer Legierung b) EN AW-6082 T4 [2]
Abbildung 8: Physikalische Bereiche und Wechselwirkungen bei einer Wärmebehandlungssimulation nach REICH [55]
Abbildung 9: Physikalische Simulationsbereiche und erforderliche Wechselwirkungen bei einer Kurzzeit-Wärmebehandlung von Aluminiumlegierungen
Abbildung 10: Metallografische Aufnahme der Legierung EN AW-6060 T4 nach einer Ätzung nach WECK
Abbildung 11: Untersuchtes Extrusionsprofil der Legierung EN AW-6060
Abbildung 12: Metallografische Aufnahme der Legierung EN AW-6082 T4 nach einer Ätzung nach WECK
Abbildung 13:Untersuchtes Extrusionsprofil der Legierung EN AW-6082
Abbildung 14: Schematischer Aufbau zur Temperaturmessung bei der spanenden Fertigung
Abbildung 15: Zeit Temperatur-Verlauf beim Ausfräsen einer Flachzugprobe aus einer Profilseite
Abbildung 16: Schematischer Probenaufbau für die Verwendung in den genutzten Wärmestromkalorimetern
Abbildung 17: Schematischer Probenaufbau für die Verwendung in den genutzten leistungskompensierten Kalorimetern
Abbildung 18: Auswerteroutine der DSC-Daten am Beispiel der Legierung EN AW-6082 T4 mit einer Erwärmrate von 1 Ks <sup>-1</sup> : (A) Rohmessdaten; (B) Subtraktion von Proben- und Basislinienmessung; (C) normierte Messdaten; (D) aufbereitete Messdaten

Abbildung 19: Schematische Vorgehensweise bei der Trennung einzelner Reaktionen am Beispiel der Legierung EN AW-6060 T4 mit der Erwärmgeschwindigkeit von 0,05 Ks <sup>-1</sup>
Abbildung 20: Peakbenennung der untersuchten Legierungen am Beispiel einer Erwärmkurve bei 0,03 Ks <sup>-1</sup>
Abbildung 21: Schematisches Temperatur-Zeit-Profil für die indirekten DSC-Messungen. 40
Abbildung 22: Schematischer Aufbau zur Wärmebehandlung von DSC-Proben im Abschreckdilatometer
Abbildung 23: Abweichung der Maximaltemperaturen der ungeregelten Proben von der Zieltemperatur bei der Legierung EN AW-6082 und einer Erwärmrate von 20 Ks <sup>-1</sup> (links) sowie die zugehörige Probenanordnung (rechts)
Abbildung 24: Schematischer Aufbau des Umformdilatometers Bähr 805 A/D im Zugmodus (links) und realer Aufbau des Umformdilatometers (rechts)
Abbildung 25: A) Temperatur-Zeit-Verlauf gemessen an verschiedenen Positionen einer Zugprobe während einer Kurzzeit-Wärmebehandlung: B) Maximaltemperatur an verschiedenen Positionen einer Zugprobe während unterschiedlicher Kurzzeit- Wärmebehandlungen
Abbildung 26: Temperatur-Zeit-Verlauf einer Zugprobe im Dilatometer während einer Wärmebehandlung, links: Haltesegment zwischen Erwärmen und Abkühlen, rechts: Haltesegment zwischen Abkühlen und Zugversuch
<ul> <li>Abbildung 27: Auswerteroutine der thermo-mechanischen Untersuchungen:</li> <li>(A) Rohmessdaten; (B) normierte Daten; (C) Daten um Artefakte bereinigen und verschieben; (D) aufbereitete Daten</li></ul>
Abbildung 28: Schematischer Temperatur-Zeit-Verlauf sowie Angabe wesentlicher Parameter der thermo-mechanischen Analyse zur Aufnahme von Kraft- Verlängerungs-Kurven nach einer Erwärmung mit 1 Ks <sup>-1</sup> zu unterschiedlichen Temperaturen
Abbildung 29: Schematischer Temperatur-Zeit-Verlauf sowie Angabe der wesentlichen Parameter der thermo-mechanischen Analyse zur Aufnahme von Kraft- Verlängerungs-Kurven auf unterschiedlichen Temperaturen während der Erwärmung. 
Abbildung 30: Schematischer Temperatur-Zeit-Verlauf sowie Angabe der wesentlichen Parameter der thermo-mechanischen Analyse zur Aufnahme von Kraft- Verlängerungs-Kurven auf unterschiedlichen Temperaturen während der Abkühlung. 
Abbildung 31: Schematischer Temperatur-Zeit-Verlauf sowie Angabe wesentlicher Parameter der thermo-mechanischen Analyse zur Aufnahme von Kraft- Verlängerungs-Kurven während unterschiedlicher simulierter Laser- Wärmebehandlungen
Abbildung 32: Schematischer Temperatur-Zeit-Verlauf sowie Angabe wesentlicher Parameter der thermo-mechanischen Analyse zur Aufnahme von Kraft- Verlängerungs-Kurven nach einer Erwärmung mit 10 und 100 Ks <sup>-1</sup> auf unterschiedlichen Temperaturen

XIII

- Abbildung 34: Reale Erwärm- und Abkühlgeschwindigkeit bei der Maximaltemperatur 550 °C sowie einer vorgegebenen Erwärm- und Abkühlgeschwindigkeit von 100 Ks<sup>-1</sup>.

.....

Abbildung 47: Technische Spannungs-Dehnungskurven der Legierung EN AW-6060 auf unterschiedlichen Temperaturen bei linearer Erwärmung mit 0,1 und 20 Ks <sup>-1</sup> 80
Abbildung 48: Technische Spannungs-Dehnungskurven der Legierung EN AW-6060 auf unterschiedlichen Temperaturen bei linearer Abkühlung mit 0,1 und 20 Ks <sup>-1</sup> , nach Lösungsglühen 550 °C, 20 min
Abbildung 49: Verlauf der Dehngrenze und Zugfestigkeit der Legierung EN AW-6060 auf unterschiedlichen Temperaturen bei linearer Erwärmung und bei Lösungsglühen 550 °C, 20 min und anschließender Abkühlung mit 0,1 und 20 Ks <sup>-1</sup> 81
Abbildung 50: Dehngrenze und Zugfestigkeit der Legierung EN AW-6060 während unterschiedlicher Kurzzeit-Wärmebehandlungen beim Erwärmen und Abkühlen von unterschiedlichen Maximaltemperaturen
Abbildung 51: Kalorimeter-Erwärmkurve der Legierung EN AW-6082 T4 bei einer Erwärmrate von 0,03 Ks <sup>-1</sup> mit zugeordneten Reaktionen
Abbildung 52: Kalorimeter-Erwärmkurven der Legierung EN AW-6082 T4 bei den Erwärmraten von 0,01 bis zu 5 Ks <sup>-1</sup>
Abbildung 53: Wiedererwärmkurven der Legierung EN AW-6082 T4 aufgenommen mit 1 Ks <sup>-1</sup> nach vorherigen Erwärmung mit 1 Ks <sup>-1</sup> zu unterschiedlichen Maximaltemperaturen (links) sowie die direkt gemessene Erwärmkurve mit 1 Ks <sup>-1</sup> (rechts)
Abbildung 54: Wiedererwärmkurven der Legierung EN AW-6082 T4 aufgenommen mit 1 Ks <sup>-1</sup> nach vorheriger Erwärmung mit 20 Ks <sup>-1</sup> bis zu unterschiedlichen Maximaltemperaturen (links) sowie die rekonstruierte Erwärmkurve mit 20 Ks <sup>-1</sup> (rechts)
Abbildung 55: Wiedererwärmkurven der Legierung EN AW-6082 T4 aufgenommen mit 1 Ks <sup>-1</sup> nach vorherigen Erwärmung mit 100 Ks <sup>-1</sup> bis zu unterschiedlichen Maximaltemperaturen (links) sowie die rekonstruierte DSC-Erwärmkurve mit 100 Ks <sup>-1</sup> (rechts)
Abbildung 56: Erwärmkurven der Legierung EN AW-6082 T4 aufgenommen mit der konventionellen DSC von 0,01 bis 5 Ks <sup>-1</sup> und den rekonstruierten Erwärmkurven aus indirekten Messungen bei 20 und 100 Ks <sup>-1</sup>
Abbildung 57: Kontinuierliches Zeit-Temperatur-Auflösungs-Diagramm der Legierung EN AW-6082 T4 unter Berücksichtigung direkter und indirekter DSC-Messungen von 0,01 bis 100 Ks <sup>-1</sup>
Abbildung 58: Dehngrenze und Zugfestigkeit der Legierung EN AW-6082 nach einer Erwärmung mit 10 Ks <sup>-1</sup> zu unterschiedlichen Maximaltemperaturen und anschließendem Abschrecken bis auf Raumtemperatur sowie der DSC-Erwärmkurve Erwärmrate von 5 Ks <sup>-1</sup>
Abbildung 59: Dehngrenze und Zugfestigkeit der Legierung EN AW-6082 nach einer Erwärmung mit 100 Ks <sup>-1</sup> zu unterschiedlichen Maximaltemperaturen und anschließendem Abschrecken bis auf Raumtemperatur sowie die rekonstruierte DSC- Erwärmkurve einer Erwärmrate von 100 Ks <sup>-1</sup>
Abbildung 60: Dehngrenze und Zugfestigkeit der Legierung EN AW-6082 nach einer Erwärmung mit 100 Ks <sup>-1</sup> zu unterschiedlichen Maximaltemperaturen und anschließendem Abkühlen mit den Kühlgeschwindigkeiten 1; 10 und 100 Ks <sup>-1</sup> bis auf Raumtemperatur

XV

Abbildung 61: Dehngrenze und Zugfestigkeit der Legierung EN AW-6082 während Wärmebehandlungen zu unterschiedlichen Maximaltemperaturen beim Erwärmen mit 100 Ks <sup>-1</sup> und Abkühlen mit 10 Ks <sup>-1</sup>
Abbildung 62: Erwärmkurven der Legierung EN AW-6060 T4 (rot) und EN AW-6082 T4 (schwarz) aufgenommen mit der konventionellen DSC von 0,01 bis 5 Ks <sup>-1</sup> und den rekonstruierten Erwärmkurven aus indirekten Messungen bei 20 und 100 Ks <sup>-1</sup> 104
Abbildung 63: Ausschnitt aus dem quasi-binären Zustandsdiagramm Al-Mg <sub>2</sub> Si (Polmear [107]) sowie der theoretisch maximale Gehalt an β-Mg <sub>2</sub> Si der untersuchten Legierungen EN AW-6060 (rot) und EN AW-6082 (schwarz)
Abbildung 64: Dehngrenze und Zugfestigkeit auf Raumtemperatur der Legierungen EN AW-6060 T4 und EN AW-6082 T4 nach Kurzzeit-Wärmebehandlungen auf unterschiedlichen Maximaltemperaturen. 106
Abbildung 65: Schematischer Ansatz zur Entwicklung eines phänomenologischen Materialmodells für aushärtbare Aluminiumlegierungen
Abbildung 66: Schematische Darstellung der implementierten Phasenumwandlung. 108
Abbildung 67: Schematisches Umwandlungsverhalten der imaginären Phasen im Materialmodell der Legierung EN AW-6060
Abbildung 68: A: Experimentell aufgenommene Fließkurven der Legierung EN AW-6060 T4 bei unterschiedlichen Temperaturen während der Abkühlung nach der Maximaltemperatur von 400 °C (Phase B). B: Temperaturabhängige Hockett- Sherby-Parameter der Phase B
<ul> <li>Abbildung 69: A: Experimentell aufgenommene Fließkurven der Legierung</li> <li>EN AW-6060 T4 bei unterschiedlichen Temperaturen während der Erwärmung.</li> <li>B: Temperaturabhängige Hockett-Sherby-Parameter während der Erwärmung 113</li> </ul>
Abbildung 70: A: Experimentell aufgenommene Fließkurven der Legierung EN AW-6060 T4 bei unterschiedlichen Temperaturen während der Abkühlung nach der Maximaltemperatur von 250 °C (Phase Z). B: Temperaturabhängige Hockett-Sherby-Parameter der Phase Z
Abbildung 71: A: Experimentell aufgenommene Fließkurven der Legierung EN AW-6060 T4 bei unterschiedlichen Temperaturen während der Abkühlung nach der Maximaltemperatur von 180 °C (Phase A). B: Temperaturabhängige Hockett-Sherby-Parameter der Phase A
Abbildung 72: Simulierte Phasenumwandlungen bei unterschiedlichen Erwärmgeschwindigkeiten bis zu 400 °C der Legierung EN AW-6060 116
Abbildung 73: Beispielhafter Temperatur-Zeit sowie Zeit-Verschiebungs-Verlauf zur Überprüfung des simulierten Umwandlungsverhaltens und die daraus resultierenden Eigenschaften
Abbildung 74: Experimentell gewonnene sowie modellierte Fließkurven der Legierung EN AW-6060 T4 während unterschiedlicher Wärmebehandlungen 118
Abbildung 75: Simulierte Fließkurven der Legierung EN AW-6060 T4 während unterschiedlicher Kurzzeit-Wärmebehandlungen. A) Während der Erwärmung auf unterschiedlichen Temperaturen B) Unterscheidung Erwärmen/ Abkühlen auf 25 und 200°C nach T <sub>Max</sub> : 275 °C C) Bei 25 °C nach unterschiedlichen Maximaltemperaturen. 

XVI

Abbildung 76: kontinuierliches Zeit-Temperatur-Auflösungs-Diagramm der Legierung EN AW-6060 T4 unter Berücksichtigung direkter und indirekter DSC-Messungen von 0,01 bis 100 Ks<sup>-1</sup> sowie eines Prozessfensters für die Herstellung von Tailored Heat Treated Profiles.
Abbildung 77: kontinuierliches Zeit-Temperatur-Auflösungs-Diagramm der Legierung EN AW-6082 T4 unter Berücksichtigung direkter und indirekter DSC-Messungen von 0,01 bis 100 Ks<sup>-1</sup> sowie eines Prozessfensters für die Herstellung von Tailored Heat Treated Profiles.

XVII

#### IV. Anhang

#### 4 3 А 10 5 DETAIL A Ø4 В ĉ R3 3 18.5 55 С 1 D ကျီ DETAIL A MASSSTAB 4.000 Е Oberfäche Maßstab 2:1 Gewicht Universität Halbzeug/Werkstoff ALuminiumprofol (EN AW 6082) Rostock Datum Name Benennung Oct-12-17 Fröck Bearb. BLECHZUGPROBE Gepr. Norm Blatt Zeichn-Nr. F Calor 1 1 Bl. Änderung Datum Name

# A. Technische Zeichnungen

# **B.Tabellenverzeichnis**

Tabelle 1: Hauptlegierungselemente der untersuchten Werkstoffe.	26
Tabelle 2: Untersuchungsparameter für die direkten DSC-Messungen.	37
Tabelle 3: Wärmebehandlungsparameter für die indirekten DSC-Messungen.	44
Tabelle4:AbbruchtemperaturenderverschiedenensimuliertenWärmebehandlungen zur Aufnahme von Kraft-Verlängerungs-Kurven.	Kurzzeit- 53
Tabelle 5: JMAK Parameter für die Phasenumwandlung	116

# C.Abkürzungsverzeichnis

Tailored Heat Treated Blanks	THTB
Tailored Heat Treated Profiles	THTP
Differential Scanning Calorimetry	DSC
Differential Fast Scanning Calorimetry	DFSC
Finite Element Methode	FEM
Optischer Emissionsspektrometrie	OES

XX

#### V. Verzeichnis projektbezogener betreuter studentischen Arbeiten

[1] Alexander Jörn: *Methodenentwicklung zur Erweiterung der Untersuchungsbandbreite in konventionellen DSC-Geräten,* Universität Rostock Studienarbeit. WS 2015/2016

[2] Johannes Zülow: *Oberflächenbeeinflussung von DSC-Proben*, Universität Rostock Studienarbeit. WS2015/2016

[3] Alexander Jörn: Kalorimetrische Methoden zur Bestimmung von Phasenumwandlungen in Aluminiumlegierungen beim raschen Erwärmen und Abkühlen, Universität Rostock Masterarbeit. SS2016

[4] Lukas Vincent Kappis: Entwicklung eines Materialmodells für aushärtbare Aluminiumlegierungen in thermo-mechanisch gekoppelten Finite-Elemente-Simulationen, Universität Rostock Masterarbeit. SS2018

#### VI. Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Werkstofftechnik der Universität Rostock im Rahmen des von 2014 bis 2019 durch die DFG geförderten Projektes "Verbesserung der Umformbarkeit von stranggepressten Aluminiumprofilen durch lokale Kurzzeitwärmebehandlung". Zum Gelingen dieser Arbeit haben viele Menschen beigetragen, denen ich herzlich dafür danken möchte.

In besonderer Weise danke ich meinem Doktorvater Prof. Dr.-Ing. habil. Olaf Keßler, dem Leiter des Lehrstuhls für Werkstofftechnik, für das in mich gesetzte Vertrauen und die Möglichkeit zur Bearbeitung des spannenden Forschungsprojektes. Die aktive Betreuung und die konstruktiven Diskussionen haben maßgeblich zum Gelingen des Projektes beigetragen.

In gleicher Weise möchte ich mich bei Prof. Dr.-Ing. habil. Marion Merklein, Leiterin des Lehrstuhls für Fertigungstechnologie der Universität Erlangen-Nürnberg sowie M.Sc. Matthias Graser für eine sehr produktive Zusammenarbeit in dem gemeinsam bearbeiteten Projekt danken.

Mein Dank gilt all meinen Kollegen des Lehrstuhls für Werkstofftechnik für ein sehr angenehmes Arbeitsklima, anregende Diskussionen und die Unterstützung bei der experimentellen Arbeit. Besonders möchte ich mich bei Dr.-Ing. Michael Reich und Dr.-Ing. Julia Osten für die unzähligen konstruktiven Diskussionen und hilfreichen Anregungen während der gesamten Promotionszeit bedanken.

Weiterhin möchte ich mich bei Prof. Dr.-Ing. Normen Fuchs für zahlreiche Diskussionen und Hinweise bei der Erstellung der Arbeit danken.

Von ganzem Herzen danke ich meiner ganzen Familie, insbesondere meiner Mutter Astrid Fröck sowie meiner Schwester Linda Fröck für die uneingeschränkte private Unterstützung beim Verfolgen meiner Ziele und der damit verbundenen Sicherheit.

Mein größter Dank gilt meiner Frau Julia Schultz, die mir während der gesamten Studienund Promotionszeit liebevoll zur Seite stand und mich mit viel Geduld und Verständnis unterstützt hat.

#### VII. Lebenslauf

#### Persönliche Daten

Name, Vorname	Fröck, Hannes
Geburtsdatum	10.07.1989
Geburtsort	Wismar



## Ausbildung

Seit 10.2014	Doktorand
	Lehrstuhl für Werkstofftechnik, Universität Rostock
10.2009-10.2014	Maschinenbaustudium
	Universität Rostock
	Schwerpunkte Werkstofftechnik und Konstruktionstechnik
	Masterarbeit (2014)
	"Kurzzeitwärmebehandlung von Aluminium-
	Strangpresslegierungen zum Rückglühen mit
	nachfolgendem Auslagern"
	Studienarbeit (2014)
	"Kalorimetrische und thermo-mechanische
	Untersuchung von Al-Mg-Legierungen"
	Bachelorarbeit (2012)
	"Kontinuierliches Temperatur-Zeit-Ausscheidungs-
	Diagramm der Al-Gusslegierung AlSi7Mg0,3"
10.2013-02.2014	Ausbildung zum Schweißfachingenieur (SFI)
	SLV Mecklenburg-Vorpommern

Praxiserfahrung	
Seit 10.2014	Wissenschaftlicher Mitarbeiter
	Lehrstuhl für Werkstofftechnik, Universität Rostock
04.2012 - 10.2014	Studentische Hilfskraft
	Lehrstuhl für Werkstofftechnik, Universität Rostock
10.2012 - 05.2014	Studentische Hilfskraft
	Fraunhofer Anwendungszentrum für Großstrukturen, Abteilung "Neue Werkstoffe / Kleben"

## Weiteres

2012	Theodor-Macklin-Preis
07.2013-07.2014	Leitung DVS-Studentengruppe Universität Rostock

Rostock, 04.02.2020

Hannes Fröck