

**Vergleichende Untersuchungen zum Zug- und Druckkriechverhalten der
verstärkten und unverstärkten Magnesiumlegierung AE42**

**Vom Promotionsausschuss der
Technischen Universität Hamburg-Harburg
zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor der Naturwissenschaften (Dr. rer. nat.)
genehmigte Dissertation**

von

Hajo Dieringa

aus

Norden

2006

Erster Gutachter: Prof. Dr. Karl Ulrich Kainer

Zweiter Gutachter: Prof. Dr. Karl Schulte

Dritter Gutachter: Prof. Dr. Rüdiger Bormann

Tag der mündlichen Prüfung:

30.06.2006

0 Inhalt

	Seite
1 Einleitung	3
2 Grundlagen und Literaturübersicht	5
2.1 Kriechen von kristallinen Festkörpern	5
2.1.1 Modellhafte Beschreibung des Kriechens	7
2.1.2 Kriechmechanismen	14
2.1.3 Vergleich von Druck- und Zugkriechen	22
2.2 Kriechen von Magnesium und seinen Legierungen	25
2.2.1 Verformungsmechanismen im hexagonalen Gitter	25
2.2.2 Kriechen von Reinmagnesium	27
2.2.3 Kriechen von Magnesiumlegierungen	30
2.3 Werkstoffeigenschaften von metallischen Verbundwerkstoffen mit Leichtmetallmatrix	32
2.3.1 Festigkeitseigenschaften	32
2.3.2 Elastische Eigenschaften	34
2.3.3 Kriecheigenschaften	34
2.4 Magnesiummatrix-Verbundwerkstoffe	41
2.5 Die Magnesiumlegierung AE42 als Matrix	47
2.6 Saffil-Fasern	48
2.7 Fertigung der Faserpreforms	49
2.8 Die Herstellung des Werkstoffs mittels Squeeze Casting	50
3 Untersuchungsmethoden	53
3.1 Metallographie	53
3.2 Dichtemessung	53
3.3 Druckversuche zur Ermittlung der mechanischen Kennwerte	54
3.4 Rasterelektronenmikroskopie	55
3.5 Transmissionselektronenmikroskopie	55
3.6 Differenz-Thermo-Analyse (DTA)	55
3.7 Kriechversuche	56
4 Ergebnisse	62
4.1 Dichtemessung	62
4.2 Thermoanalyse	64
4.3 Metallographie	64
4.3.1 Die Matrixlegierung AE42	65
4.3.2 Der Verbundwerkstoff AE42 + 20% Saffil	69
4.4 Druckversuche	74
4.5 Kriechversuche	75

4.5.1 Reproduzierbarkeit der Kriechversuche	77
4.5.2 Ermittlung der Spannungsexponenten	78
4.5.3 Ermittlung der Aktivierungsenergien	83
5 Diskussion der Ergebnisse	88
5.1 Charakterisierung der Werkstoffe	88
5.2 Druckfestigkeit des Verbundwerkstoffs	90
5.3 Ermittlung der wahren Spannungsexponenten	91
5.4 Transformation der minimalen Kriechraten vom Zug- in den Druckkriechversuch	100
6 Zusammenfassung und Ausblick	104
7 Literatur	108
8 Appendix	115
8.1 Zeichen und Abkürzungen	115
8.2 Druckversuche	119
8.3 Kriechkurven	129
8.3.1 Kriechkurven AE42 im Zugversuch	129
8.3.2 Kriechkurven AE42 im Druckversuch	131
8.3.3 Kriechkurven AE42 + 20% Saffil im Zugversuch	133
8.3.4 Kriechkurven AE42 + 20% Saffil im Druckversuch	136
8.3.5 Minimale Kriechraten	139

1 Einleitung

Bei der Verwendung von Magnesiumlegierungen in der Automobilindustrie liegt das Hauptaugenmerk auf Bauteilen, wie etwa Instrumententräger, Sitzschalen oder Lenksäulenunterstützung, die mit den gängigen Legierungen der AZ- oder AM-Serien im Druckguss gefertigt werden. Sie erfüllen die Anforderungen nach guter Korrosionsbeständigkeit, guter spezifischer Festigkeit und hervorragender Gießbarkeit insbesondere im Druckguss. Ein wachsender Markt ist jedoch im Einsatz von Magnesiumlegierungen zu sehen, die bei erhöhten Temperaturen einsetzbar sind, wie dies zum Beispiel im Antriebsstrang für Kraftfahrzeuge erforderlich ist. Unter Einsatztemperaturen oberhalb 120 °C - 150 °C verlieren die gängigen Druckgusslegierungen jedoch ihre Kriechbeständigkeit. Es wurden in den letzten Jahrzehnten daher erhebliche Anstrengungen unternommen, Magnesiumlegierungen zu entwickeln, die Kriechbeständigkeit auch unter erhöhten Temperaturen bis 170 °C zeigen und gleichzeitig im Druckguss verarbeitbar sind.

Bei Belastungen und Temperaturen, die zu hohe Anforderungen selbst an kriechfeste Magnesiumlegierungen stellen, ist die Grenze der Legierungsentwicklung erreicht. Hier eröffnen Verbundwerkstoffe auf Basis von Magnesiumlegierungen ein Potenzial, deren Kriecheigenschaften unter Beibehaltung einer geringen Dichte denen der jeweiligen Matrixlegierung deutlich überlegen sind. Es hat sich dabei gezeigt, dass insbesondere kurzfaserverstärkte Magnesiumlegierungen, die über die Infiltration von vorgefertigten Kurzfaserkörpern, sogenannten Preforms, hergestellt werden, eine signifikante Verbesserung der Kriecheigenschaften bei erhöhten Temperaturen aufweisen. Weitere Vorteile dieser Werkstoffe liegen in der verbesserten Festigkeit bei erhöhten Temperaturen, der verbesserten Verschleißigenschaften sowie der reduzierten thermischen Ausdehnung.

Die Charakterisierung der Kriecheigenschaften findet über die minimale oder sekundäre Kriechrate statt, die abhängig von der Versuchstemperatur und der angelegten Kriechspannung ist. Der überwiegende Teil der Publikationen, die sich mit den Kriecheigenschaften von Magnesiumlegierungen befassen, hat Kriechbelastung unter Zugbedingungen für die Beurteilung der Werkstoffeigenschaften zugrunde gelegt. Lediglich

etwa 5% der Veröffentlichungen untersucht die Druckkriecheigenschaften. In zwei Publikationen von Agnew et al. [AGN01, AGN02] werden die minimalen Kriechraten von Zug- und Druckkriechversuchen verglichen und es konnte gezeigt werden, dass es eine Anisotropie im Zug-Druckkriechverhalten gibt. Die minimalen Kriechraten im Zugkriechversuch sind größer als die im Druckkriechversuch unter gleichen Bedingungen, was auf Unterschiede in der dynamischen Ausscheidung der β -Phase $Mg_{17}Al_{12}$ zurückgeführt wird. Diesen Untersuchungen lag jedoch nur eine sehr geringe Probenanzahl zu Grunde. Im Bereich kurzfaserverstärkter Magnesiumlegierungen liegen noch keine grundlegenden Arbeiten zur Zug-Druck Anisotropie der minimalen Kriechrate vor.

In dieser Arbeit soll am Beispiel der Legierung AE42 die Anisotropie im Zug-Druckkriechverhalten untersucht und die verantwortlichen Deformationsmechanismen geklärt werden. Diese Legierung ist die kriechbeständigste konventionelle Druckgusslegierung und weist daher ein hohes Potential für die Anwendung im Antriebsstrang von Automobilen auf. Gleichzeitig soll untersucht werden, ob eine Kurzfaserverstärkung die Anisotropie im Kriechverhalten beeinflusst und in wie weit dadurch eine Veränderung der Kriechmechanismen aufgrund der veränderten Spannungsverhältnisse in der Matrix auftreten.

Die Spannungs- und Temperaturabhängigkeit der minimalen Kriechraten können einen Aufschluss über die während des Kriechens stattfindenden Deformationsmechanismen geben. Hierzu werden Spannungsexponenten und Aktivierungsenergien ermittelt und es wird untersucht, ob die Existenz einer Schwellenspannung in der Legierung und im Verbundwerkstoff für die Charakterisierung der Deformationsmechanismen berücksichtigt werden muss. Sollte eine Anisotropie der minimalen Kriechrate im Vergleich von Zug- und Druckkriechbelastung gefunden werden, soll ein empirisches Verfahren entwickelt werden, das es erlaubt, minimale Kriechraten von Zugkriechversuchen aus den Daten der Druckkriechversuche zu berechnen und umgekehrt. Die Charakterisierung der Kriechraten des Verbundwerkstoffs wird darüber hinaus in dieses Verfahren eingehen, um die Berechnung der Kriechraten zwischen unverstärkter Matrixlegierung und dem Verbundwerkstoff zu ermöglichen.

2 Grundlagen und Literaturübersicht

2.1 Kriechen von kristallinen Festkörpern

Kriechen ist definiert als die plastische Verformung fester Stoffe bei erhöhter konstanter Temperatur T und konstanter Spannung σ . Dabei ist die angelegte Spannung deutlich kleiner, als die Streckgrenze. Unter erhöhter Temperatur versteht man im Fall von metallischen Festkörpern $0,4 T_m$. Die Verformung ist darüber hinaus zeitabhängig. Für die Kriechverformung ε gilt also $\varepsilon = f(\sigma, t, T)$. Experimentell gemessen wird die Kriechverformung, indem die Dehnung bzw. die Kompression als Funktion der Zeit in einer Kriechkurve aufgezeichnet wird. Kriechkurven aus einem Zug- und Druckkriechversuch sind in Abbildung 1 wiedergegeben. Die drei für den Zugkriechversuch typischen Bereiche der Kriechkurve (Abbildung 1A) stehen je nach angelegter Spannung und Temperatur in unterschiedlichen zeitlichen Verhältnissen zueinander. Beim Druckkriechen wird das primäre Kriechen lediglich von einem sekundären gefolgt (Abbildung 1C). Abbildung 1B und D zeigen die Auftragung der Kriechraten als Funktion der Zeit und die sekundäre oder auch minimale Kriechrate $\dot{\varepsilon}_s$.

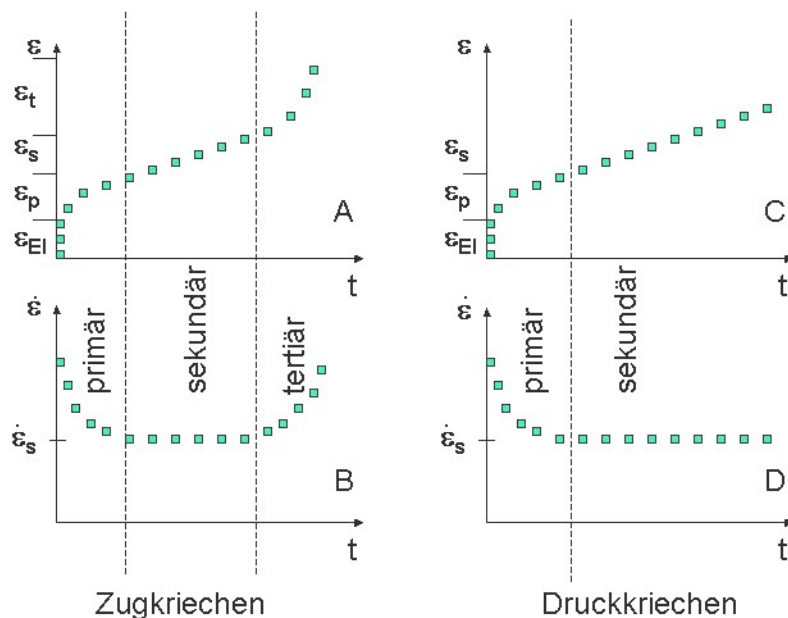


Abbildung 1: Kriechkurven des Zug- (A) und Druckkriechversuches (C)
Kriechraten des Zug- (B) und Druckkriechversuches (D)

Die Gesamtkriechdehnung ϵ_{Ges} im Zugkriechversuch setzt sich somit zusammen aus einem elastischen Anteil und der primären, sekundären und tertiären Dehnung (Gleichung 1).

$$\epsilon_{\text{Ges}} = \epsilon_{\text{El}} + \epsilon_{\text{p}} + \epsilon_{\text{s}} + \epsilon_{\text{t}} \quad \text{Gleichung 1}$$

Die Gesamtdehnung im Druckkriechversuch hingegen setzt sich neben dem elastischen Anteil nur noch aus der primären und sekundären Dehnung zusammen (Gleichung 2):

$$\epsilon_{\text{Ges}} = \epsilon_{\text{El}} + \epsilon_{\text{p}} + \epsilon_{\text{s}} \quad \text{Gleichung 2}$$

Die einzelnen Bereiche einer Zugkriechkurve können wie folgt beschrieben werden:

Der primäre Kriechbereich: Dieser Bereich ist gekennzeichnet durch die Abnahme der Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon} = (\partial\epsilon/\partial t)$ und wird als Verfestigungs- oder Übergangsbereich bezeichnet. Hier wird einer der grundsätzlichen Unterschiede zum Zugversuch ($\dot{\epsilon} = \text{konst.}$) erkennbar: Die Zeitabhängigkeit der Kriechverformung führt dazu, dass die Kriechgeschwindigkeit nicht gegen null, sondern gegen einen konstanten, positiven Wert strebt. Im Zugversuch würde sich bei einer Last, die im Bereich der Streckgrenze liegt, eine plastische Verformung einstellen. Dies würde die Dehnrate gegen null gehen lassen.

Der sekundäre Kriechbereich: Charakteristisch für diesen auch als stationären oder Sättigungsbereich bezeichneten Abschnitt ist die konstante, positive Kriechrate ($\dot{\epsilon} = \text{konst.}$), die Folge des Gleichgewichts zwischen Verfestigung und Entfestigung ist. Die Kriechgeschwindigkeit nimmt hier ein Minimum ein. Der sekundäre Bereich ist bei moderaten Spannungen und Temperaturen der zeitlich längste der drei Abschnitte. Daher kommt ihm bei der Beurteilung eines Werkstoffs die größte Aufmerksamkeit zu, und bei der Entwicklung eines kriechbeständigen Werkstoffs ist man bemüht, zum einen den sekundären Bereich so weit wie möglich zeitlich auszudehnen und zum anderen die stationäre Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{\text{s}}$ so klein wie möglich zu halten. Sind Spannung und Temperatur sehr hoch, verkürzt sich der sekundäre Bereich erheblich oder fällt sogar ganz weg.

Der tertiäre Kriechbereich: Hier nimmt die Kriechgeschwindigkeit wieder zu und am Ende des tertiären Kriechbereichs steht das Versagen der Probe. Dies kann zum einen Folge des Einschnürens der Probe sein, zum anderen werden aber auch Schädigungen im Gefüge, wie etwa die Ausbildung von Mikroporen als Folge der Agglomeration von Leerstellen oder Versetzungen für die Zunahme der Kriechrate verantwortlich gemacht. Diese Poren bewirken eine effektive Verringerung des Querschnitts der Probe, was einer Zunahme der angelegten Last gleichkommt.

2.1.1 Modellhafte Beschreibung des Kriechens

2.1.1.1 Spannungsabhängigkeit

Die Spannung hat ebenso wie die Temperatur entscheidenden Einfluss auf die Kriechgeschwindigkeit. Erhöht man bei Beibehaltung aller anderen Parameter - insbesondere der Temperatur - die angelegte Spannung, so werden Kriechkurven wie in Abbildung 2 gemessen. Es gilt $\sigma_1 < \sigma_2 < \sigma_3$.

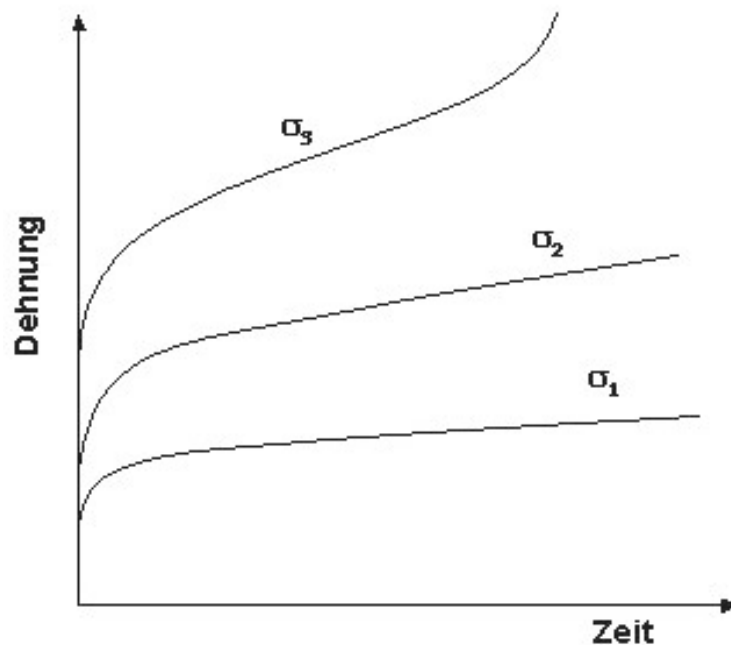


Abbildung 2: Zugkriechkurven eines Materials unter unterschiedlichen Spannungen bei konstanter Temperatur ($\sigma_1 < \sigma_2 < \sigma_3$)

Bei Auftragung der Spannungsabhängigkeit der sekundären Kriechrate

über einen ausreichend weiten Spannungsbereich (Abbildung 3 nach [SHE01]) lassen sich unterschiedliche Abhängigkeiten erkennen. Es sind drei Bereiche unterschiedlicher Spannungsabhängigkeit auszumachen.

Bei geringen Spannungen (Bereich 1) wurde häufig eine lineare Abhängigkeit beobachtet: [HAR02].

$$\dot{\epsilon}_s = A\sigma \quad \text{Gleichung 3}$$

A ist eine spannungsunabhängige Konstante. Dabei geht man davon aus, dass nicht etwa Versetzungsgleiten oder -klettern der vorherrschende Mechanismus ist, sondern eine spannungsabhängige Atombewegung, die als Nabarro-Herring-Kriechen bezeichnet wird.

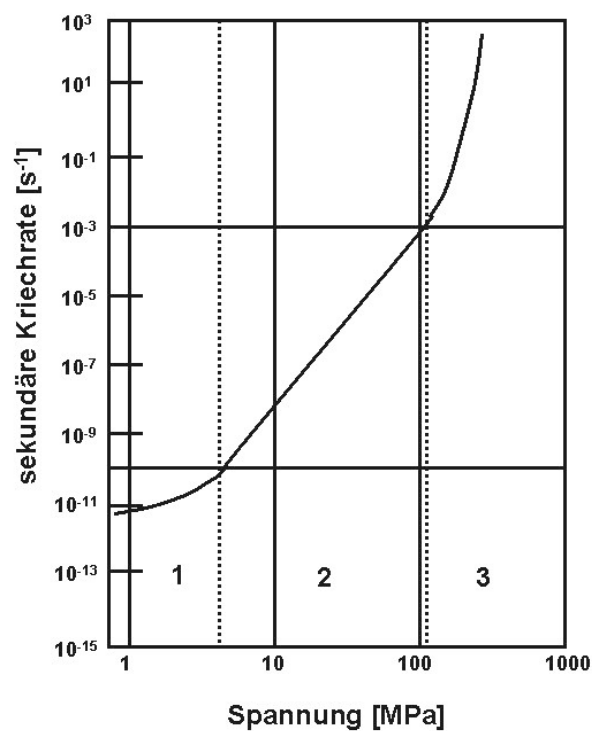


Abbildung 3: Abhängigkeit der sekundären Kriechrate von der Spannung ($T > 0,5 T_m$) [SHE01]

Im Bereich mittlerer Spannung (Bereich 2 in Abbildung 3) wird eine exponentielle Abhängigkeit der sekundären Kriechrate von der Spannung beobachtet. Sie folgt der Beziehung

$$\dot{\epsilon}_s = A' \sigma^n$$

Gleichung 4

Gleichung 4 wird auch als Norton-Gleichung bezeichnet. Hier ist n der Spannungsexponent, der häufig im Bereich von 3 für Legierungen und im Bereich von 4-5 für reine Metalle liegt. Quesnel [QUE01] leitete $n = 3$ bei reinen Metallen theoretisch ab, indem er ein energetisches Minimum bei spannungsinduzierten Versetzungsbewegungen berechnete. Man bezeichnet diese Form der Abhängigkeit als Potenzgesetzkriechen oder auch Power-law-creep. Weertman [WEE01, WEE02] beschreibt Klettern von Versetzungen als geschwindigkeitsbestimmenden Mechanismus in diesem Spannungsbereich. Andere Autoren [BAR01] halten die diffusionskontrollierte Bewegung von Schraubenversetzungen, die Sprünge enthalten, für den vorherrschenden Mechanismus.

Bei weiter ansteigenden Spannungen folgt die sekundäre Kriechrate nicht mehr Gleichung 4. Sie ist vielmehr empirisch folgender exponentieller Beziehung zuzuordnen [SHE01]:

$$\dot{\epsilon}_s = A'' \exp \beta \sigma$$

Gleichung 5

Man bezeichnet den Bereich 3, der keinem Potenzgesetz mehr folgt, als Power-law-breakdown-Bereich. Garofalo [GAR01] unternahm den Versuch, eine Beziehung zwischen der sekundären Kriechrate und Spannung aufzustellen, die sowohl für den mittleren als auch den hohen Spannungsbereich Gültigkeit hat und kam zu folgendem Ergebnis:

$$\dot{\epsilon}_s = A''' (\sinh \alpha \sigma)^n$$

Gleichung 6

Bei niedrigen Spannungen überwiegt der Potenzansatz und bei hohen der exponentielle Anteil. A' und A'' sind wiederum materialabhängig und β und α abhängig von Temperatur und Material.

2.1.1.2 Temperaturabhängigkeit

Die Auswirkung unterschiedlicher Temperaturen auf die Kriechkurven eines Materials unter Beibehaltung der verbleibenden Parameter ist in Abbildung 4 dargestellt. Es gilt $T_1 < T_2 < T_3$.

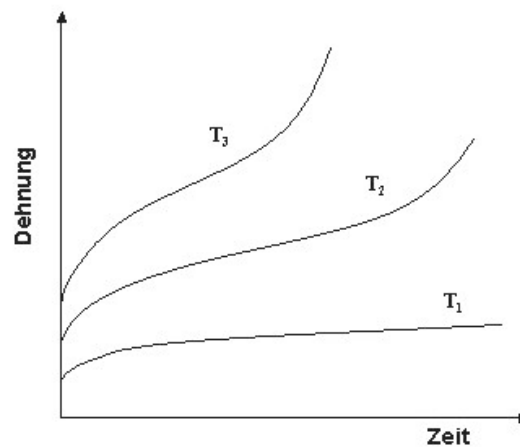


Abbildung 4: Zugkriechkurven eines Materials unter unterschiedlichen Temperaturen bei konstanter Spannung ($T_1 < T_2 < T_3$)

Kriechen ist ähnlich wie Diffusion oder die Reaktionskinetik ein thermisch aktivierter Prozess. Daher liegt es nahe zu vermuten, dass ein Zusammenhang zwischen Temperatur und der sekundären Kriechrate über einen Arrheniusansatz mit einer geschwindigkeitsbestimmenden Aktivierungsenergie herzustellen ist. Verschiedene Untersuchungen bezüglich der Temperaturabhängigkeit der sekundären Kriechrate bestätigen diese Vermutung. Erweitert man Gleichung 4 mit Hilfe des Arrheniusansatzes, ergibt sich folgende Abhängigkeit:

$$\dot{\epsilon}_s = A_0 \cdot \exp\left(-\frac{Q_c}{RT}\right) \sigma^n \quad \text{Gleichung 7}$$

Dabei ist A_0 eine materialabhängige Konstante und R die allgemeine Gaskonstante. Bei Temperaturen oberhalb etwa $0,5 T_m$ ist die Aktivierungsenergie Q_c unabhängig von Spannung und Temperatur und liegt etwa im Bereich der Aktivierungsenergie Q_s für die Selbstdiffusion. Bei Temperaturen darunter fällt die Aktivierungsenergie mit der Temperatur ab. Am Beispiel von polykristallinem Aluminium wird dieser Zusammenhang in Abbildung 5 verdeutlicht [SHE01]. Die Aktivierungsenergie für die Selbstdiffusion liegt beim Aluminium etwa bei $142,4 \text{ kJ/mol}$ ($= 34 \text{ kcal/mol}$) [LAN01].

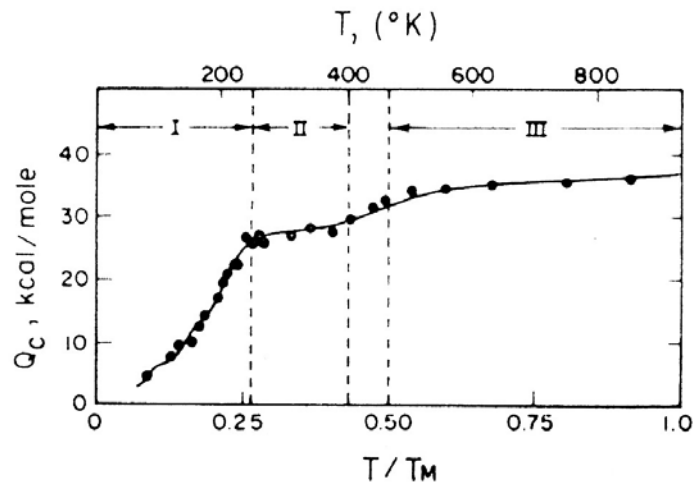


Abbildung 5: Aktivierungsenergie von polykristallinem Aluminium in Abhängigkeit von T [SHE01]

Der Bereich I in Abbildung 5, bei dem ein annähernd linearer Anstieg der Aktivierungsenergie mit der Temperatur zu beobachten ist, wird mit Schneidbewegung von Versetzungsbewegung erklärt [CON01], während der Bereich II bei Temperaturen zwischen etwa 0,3 und 0,4 T_m der Anstieg der Aktivierungsenergie mit der Temperatur deutlich geringer wird. Dieser Bereich wird mit dem Quergleiten von Schraubenversetzungen erklärt [JAF01]. Der Bereich III, der oberhalb 0,5 T_m beginnt, zeigt einen nur noch geringen Anstieg der Aktivierungsenergie mit der Temperatur. Hier wird das Klettern von Versetzungen als geschwindigkeitsbestimmender Deformationsmechanismus angenommen [WEE02].

Die Temperaturabhängigkeit der Kriechgeschwindigkeit ist Folge mikrostruktureller Veränderungen im Materialverhalten. Da die plastische Verformung nur über Gitterdefekte zustande kommt und die Anzahl der Defekte unter anderem temperaturabhängig ist, ist die Verformungsrate ebenfalls temperaturabhängig. Aus thermodynamischen Gründen ist die Gleichgewichtskonzentration der Leerstellendichte temperaturabhängig:

$$C_L = \exp\left(\frac{-\Delta U_L}{RT}\right) \quad \text{Gleichung 8}$$

Es ist C_L die Leerstellenkonzentration und ΔU_L die Bildungsenergie für ein mol Leerstellen. Da das nicht konservative Klettern von Versetzungen

durch Leerstellen befördert wird und deren Anzahl mit der Temperatur zunimmt, nimmt auch die Kriechgeschwindigkeit zu. Darüber hinaus ist auch die Bewegung der Leerstellen, also die Diffusion, temperaturabhängig. Das erste Ficksche Gesetz beschreibt diesen Zusammenhang:

$$j_i = -D_i \frac{\partial c_i}{\partial x} \quad \text{Gleichung 9}$$

Der Materiefluss j_i , der pro Zeiteinheit durch eine Einheitsfläche wandert, ist über den Diffusionskoeffizienten D_i mit dem Konzentrationsgradienten $\partial c_i / \partial x$ verknüpft. D_i ist konzentrations- und temperaturabhängig, da sich die Beweglichkeit der Teilchen mit der Temperatur ändert.

2.1.1.3 Schwellenspannung

Während sich niedrige Spannungsexponenten physikalisch deuten lassen und Hinweise auf die vorherrschenden Deformationsmechanismen liefern, haben hohe Spannungsexponenten, wie sie z.B. bei dispersionsverfestigten oder verstärkten Werkstoffen zu beobachten sind, keinen direkten Bezug zu den an der Kriechverformung beteiligten Deformationsmechanismen. Man ist daher dazu übergegangen, die angelegte Spannung σ um eine temperaturunabhängige Schwellenspannung σ_0 zu reduzieren. Die sich ergebende effektive Spannung $\sigma_e = \sigma - \sigma_0$ stellt den Anteil der angelegten Spannung dar, der tatsächlich an der Kriechverformung beteiligt ist. Gleichung 7 lässt sich somit wie folgt modifizieren:

$$\dot{\epsilon}_s = A_0 \exp\left(-\frac{Q_c}{RT}\right) (\sigma - \sigma_0)^n \quad \text{Gleichung 10}$$

Obwohl die Existenz dieser Schwellenspannung in der Literatur unbestritten zu sein scheint, ist eine physikalische Deutung nicht einheitlich gegeben. Folgende drei unterschiedliche Modelle zur Erklärung der Schwellenspannung werden in der Literatur erwähnt:

1. Die Schwellenspannung entspricht der Spannung, die aufgebracht werden muss, um eine Versetzung zwischen zwei nicht schneidbaren Partikeln zu biegen. Dies entspricht der Orowan-Spannung [OLI01, ORO01, KOC01].

2. Die Schwellenspannung entspricht der zusätzlichen Rückspannung beim Überklettern eines Partikels, die benötigt wird, um die Längenzunahme der Versetzung zu erhalten [ARZ01].
3. Die Schwellenspannung entspricht der Spannung, die eine Versetzung benötigt, um sich nach dem Überklettern eines Partikels von diesem zu lösen [ARZ02, ARZ03].

Für eine quantitative Auswertung von Messdaten ist die Ermittlung der Schwellenspannung unabdingbar. Mohamed [MOH01] nennt als Voraussetzung für die Ermittlung von σ_0 , dass sowohl die Schwellenspannung als auch die Aktivierungsenergie unabhängig von der angelegten Spannung ist und dass die Messdaten über eine ausreichend große Variation der minimalen Kriechrate verfügbar sind und schlägt u.a. folgendes Verfahren vor, um σ_0 zu bestimmen:

Die minimalen Kriechraten, die bei *einer* Temperatur aufgenommen wurden, werden als $\dot{\epsilon}_s^{1/n}$ gegen σ aufgetragen. Wenn das Kriechverhalten Gleichung 10 folgt und σ_0 für jede Testtemperatur unabhängig von der angelegten Spannung konstant ist, so müsste sich eine Gerade anlegen lassen, deren Extrapolation zu $\dot{\epsilon}_s^{1/n} = 0$ die Schwellenspannung ergeben müsste. Da bereits bekannte Mechanismen mit bestimmten Werten für n identifiziert worden waren, wurde in diesem Fall $n = 3$ (viskoses Gleiten [SHE01, MOH02, WEE02]), $n = 5$ (Versetzungsklettern bei hohen Temperaturen [SHE01, MOH02, WEE03]), $n = 7$ (Versetzungsklettern bei niedrigen Temperaturen [ROB01]) und $n = 8$ (Gitterdiffusion [SHE02]) gewählt. Bei dem von Mohamed untersuchten diskontinuierlich SiC verstärkten Aluminium ergab sich $n = 7$ als geeigneter Wert [MOH01]. Tabelle 1 fasst die Werte für die Spannungsexponenten mit den ihnen zugeschriebenen Deformationsmechanismen zusammen.

Tabelle 1: Spannungsexponenten mit den zugehörigen Deformationsmechanismen

n	Mechanismus	Literatur
3	Viskoses Versetzungsgleiten	[SHE01, MOH02, WEE02]
5	Versetzungsklettern bei hohen Temperaturen	[SHE01, MOH02, WEE03]
7	Versetzungsklettern bei niedrigen Temperaturen	[ROB01]
8	Gitterdiffusion	[SHE02]

Li und Langdon [LI01] beurteilen die oben genannte Methode insofern als wenig praktikabel, als dass immer nur mit vorher ausgewählten ganzzahligen Spannungsexponenten mehr oder weniger zufällig lineare Abhängigkeiten gefunden werden und veröffentlichten eine vergleichsweise einfache Methode zur Bestimmung der Schwellenspannung. Dabei wird davon ausgegangen, dass eine Kriechrate von $1 \cdot 10^{-10} \text{ s}^{-1}$ die in etwa kleinste im Labormaßstab messbare Verformung darstellt. Sie entspricht einer Verformung von etwa 1 % in drei Jahren. Daher wird die Spannung als Schwellenspannung angenommen, bei der die Extrapolation der Auftragung von minimaler Kriechrate über der angelegten Last in doppellogarithmischer Form $1 \cdot 10^{-10} \text{ s}^{-1}$ entspricht. Die mit dieser Methode ermittelten Schwellenspannungen liegen mit einer Abweichung von $< 5 \%$ nahe an den Werten, die mit dem oben beschriebenen Verfahren errechnet wurden.

2.1.2 Kriechmechanismen

2.1.2.1 Diffusionsgesteuertes Kriechen

Alle Kriechmechanismen lassen sich mit Hilfe einer stark verallgemeinerten Grundgleichung beschreiben [LAN02] (Gleichung 11). Sie gibt die sekundäre Kriechrate als Funktion der Umgebungsbedingungen und der Materialeigenschaften wieder.

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{ADGb}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \quad \text{Gleichung 11}$$

Dabei ist A eine materialabhängige Konstante, G der Schubmodul, b der Burgersvektor, d der mittlere Korndurchmesser, k die Boltzmannkonstante, T die absolute Temperatur, p und n die Exponenten, die sich auf Korngröße und Spannung beziehen und D ist der temperaturabhängige Diffusionskoeffizient:

$$D = D_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad \text{Gleichung 12}$$

Alle im Vorfeld beschriebenen einfacheren Zusammenhänge lassen sich auf diese Gleichung zurückführen, und die folgenden Mechanismen lassen sich durch geeignete Wahl der Parameter in Form dieser Gleichung darstellen.

2.1.2.1.1 Nabarro-Herring-Kriechen

Nabarro [NAB01] und Herring [HER01] entdeckten diesen Mechanismus unabhängig voneinander und stellten nahezu identische Gleichungen zur Beschreibung der Abhängigkeit von Kriechrate und Spannung auf. Das Modell basiert auf der Wanderung von Leerstellen, wie sie in Abbildung 6 dargestellt ist.

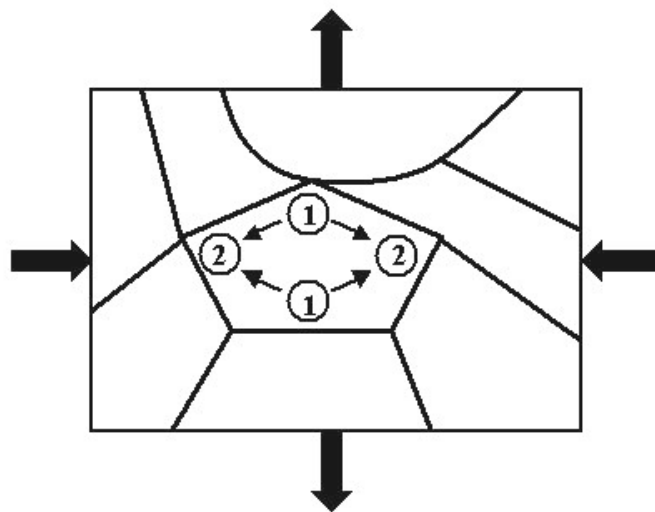


Abbildung 6: Schema des Nabarro-Herring Mechanismus beim Diffusionskriechen

Ausgehend von einer Zugbelastung in vertikaler Richtung ist in den mit 1 gekennzeichneten Bereichen im mittleren Korn die Leerstellendichte höher als in den mit 2 gekennzeichneten. Grund hierfür ist die unter Zugbelastung stehende Korngrenze, die damit eine Leerstellenquelle darstellt, da die Energie, die nötig ist, um eine Leerstelle zu generieren, um den Betrag $|\sigma b^3|$ reduziert ist. Dabei ist b^3 das Volumen einer Leerstelle. Die Korngrenzen bei 2 haben eine um den Betrag $|\sigma b^3|$ erhöhte Bildungsenergie für eine Leerstelle, was diese Bereiche zu Leerstellensenken macht. Die Leerstellen werden daher in die mit 2 gekennzeichneten Bereiche wandern (Pfeile). Dies ist gleichbedeutend mit einer Atombewegung in die entgegengesetzte Richtung und führt zu einer Verlängerung des Korns in Zugrichtung. Das Modell lässt sich identisch auch auf eine von außen aufgebrachte Druckbelastung von der Seite anwenden. Der Zusammenhang zwischen minimaler Kriechrate und Spannung entspricht beim Nabarro-Herring-Kriechen näherungsweise Gleichung 13. Dabei ist hier $D = D_0$, also dem Diffusionskoeffizienten für die Selbstdiffusion.

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{ADGb}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^2 \left(\frac{\sigma}{G}\right) \quad \text{Gleichung 13}$$



↔ Zugrichtung

Abbildung 7: Längsschnitt einer Probe nach Nabarro-Herring-Kriechen [SQU01]

Als ein erster Beweis für die Existenz des Nabarro-Herring-Mechanismus galten Untersuchungen von Squires et al. [SQU01], bei denen Kriechuntersuchungen an einer Magnesium-0,5%Zirkonium-Legierung durchgeführt wurden. Bei Temperaturen von 450 °C und 500 °C und Lasten von 0,76 MPa und 1,37 MPa bildeten sich ZrH_2 -Ausscheidungen auf den polierten Flächen, und es zeigte sich, dass in Korngrenznähe Bereiche sichtbar wurden, die frei von Zr waren. Diese Bereiche waren nur an den Korngrenzen, die senkrecht zur Zugrichtung lagen. Eine richtungsabhängige Diffusion des Magnesiums hin zu den Korngrenzen war die Erklärung für das Erscheinen dieser Bereiche. Abbildung 7 zeigt einen Schliff einer solchen Probe mit den helleren zirkoniumfreien Bereichen.

Harris et al. [HAR02] errechneten aus der Breite der entstandenen Diffusionszonen die Dehnung der Probe und kamen zu einer guten Übereinstimmung mit der von Herring aufgestellten Theorie.

2.1.2.1.2 Coble-Kriechen

1963 untersuchte Coble [COB01] den Fall von diffusionsgesteuertem Kriechen an polykristallinem Material. Im Gegensatz zur Volumendiffusion beim Nabarro-Herring-Mechanismus ist der Coble-Mechanismus von Korngrenzendiffusion gesteuert. Die Kriechrate beim Coble-Kriechen ist nicht wie beim Nabarro-Herring-Kriechen vom inversen Quadrat des Korndurchmessers abhängig, sondern von der inversen dritten Potenz des Korndurchmessers, wie Gleichung 14 zeigt.

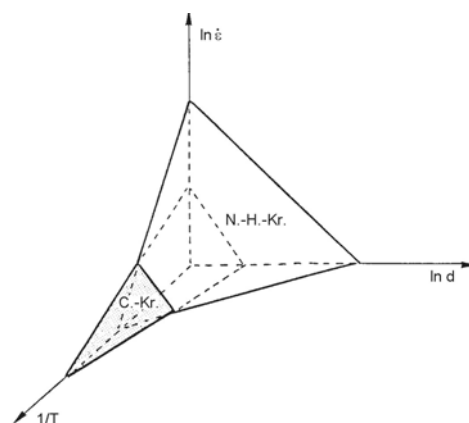


Abbildung 8: Bereiche des Coble (C.)- und Nabarro-Herring (N.H.)-Kriechens im aufgespannten Raum von Temperatur, Kriechrate und Korngröße [POI01]

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{ADGb}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^3 \left(\frac{\sigma}{G}\right)^1 \quad \text{Gleichung 14}$$

Es ist hier $D = D_{KD}$. Da die Aktivierungsenergie für Korngrenzendiffusion (KD) kleiner ist, als für Gitter- oder Leerstellendiffusion (GD), kann Coble-Kriechen bereits bei geringeren Temperaturen stattfinden als Nabarro-Herring-Kriechen. Dies veranschaulicht Abbildung 8, in dem die Bereiche von Coble- und Nabarro-Herring-Kriechen im von Kriechrate, Temperatur und Korngröße aufgespannten Raum dargestellt sind.

2.1.2.1.3 Harper-Dorn-Kriechen

Harper und Dorn [HAR01] untersuchten sowohl Einkristalle als auch polykristallines Aluminium im Bereich geringer Spannungen nahe am Schmelzpunkt. Dabei ergab sich ein Spannungsexponent von $n = 1$, aber Kriechraten, die deutlich über den aus dem Nabarro-Herring-Mechanismus abzuleitenden lagen. Neben dieser Abweichung von den vorhergesagten sekundären Kriechraten wurde ein weiterer Unterschied erkennbar. Die Kriechgeschwindigkeiten zeigten sowohl im polykristallinen Material als auch bei den Einkristallen nahezu keine Abhängigkeit von der Korngröße, was sowohl im Nabarro-Herring- als auch im Coble-Mechanismus der Fall ist. Ardell und Lee [ARD01] bestätigten diese Ergebnisse bei Experimenten, die sie an Aluminium-Einkristallen im Druckversuch durchführten. Daraus ergibt sich ein Kriechmechanismus, der der Gleichung 15 gehorcht. Es ist $n = 1$, $p = 0$ und $D = D_l$.

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{ADGb}{kT} \cdot \frac{\sigma}{G} \quad \text{Gleichung 15}$$

2.1.2.2 Versetzungskriechen

2.1.2.2.1 Klettern von Versetzungen

Weertman [WEE01] entwickelte 1955 ein erstes Modell, das ein Potenzgesetzkriechen mit einem Mechanismus erklärt, der auf Klettern von

Stufenversetzungen aufbaut. Die Versetzungen klettern über Hindernisse, indem sie Leerstellen schaffen und vernichten. Dabei geht Weertman davon aus, dass es sich bei den Hindernissen um immobile Versetzungen handelt, wie sie Lomer [LOM01] beschrieben hat. 1957 [WEE02] korrigierte Weertman die Annahmen, die Voraussetzung für das erste Modell waren, leicht und entwickelte ein erweitertes Modell, das mit gemessenen Kriechraten an polykristallinem Aluminium besser in Einklang zu bringen war, aber ebenfalls ein Potenzgesetzkriechen beschreibt. Die Versetzungen, die an Frank-Read-Quellen generiert werden, häufen sich an Hindernissen an und wechselwirken mit Anhäufungen, die von anderen Quellen aus parallelen Gleitebenen generiert werden. Ist das Material konstanter Last ausgesetzt, entstehen Inhomogenitäten, deren Ausgleich wiederum zu Deformation führt. Die Kriechrate ist damit proportional zur Anzahl der Versetzungsquellen N und der Kletterrate der Versetzungen, aber umgekehrt proportional zum Abstand zweier benachbarter Anhäufungen von Versetzungen. Damit ergibt sich für die minimale Kriechrate folgender Ausdruck:

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{B D_s \sigma^{4,5}}{b^{0,5} N^{0,5} G^{3,5} kT} \quad \text{Gleichung 16}$$

Die Konstante B liegt in der Größenordnung von 0,2 [LAG01].

2.1.2.2.2 Sprünge in Schraubenversetzungen

Ein Modell, das stationäres Kriechen auf der Basis von Bewegung von Schraubenversetzungen mit Sprüngen beschreibt, wurde 1965 von Barret und Nix [BAR01] vorgestellt. Dabei wird davon ausgegangen, dass stationäres Kriechen dann auftritt, wenn sich die auf die Sprünge wirkende chemische Kraft mit der von der äußeren Kraft auf die Versetzungen ausgeübte Kraft im Gleichgewicht befindet. Ausgehend von der Annahme, dass Sprünge in Schraubenversetzungen, die sich nicht innerhalb der Gleitebene befinden, nur durch Emission von Leerstellen mit der Versetzung bewegen können und dadurch die Leerstellendichte um den Sprung über der Gleichgewichtskonzentration liegt, geht diese Theorie davon aus, dass die Rückstellkraft, die auf den Sprung wirkt, genau gleich groß, aber entgegengerichtet der von außen angelegten Kraft ist, um ein stationäres Kriechen zu gewährleisten. Für die stationäre Kriechgeschwindigkeit ergibt sich folgender Ausdruck:

$$\dot{\epsilon}_s = 2\pi\rho_s D\alpha \left(\frac{b}{a_0}\right)^3 \sinh\left(\frac{\sigma b^2 \lambda}{2kT}\right) \quad \text{Gleichung 17}$$

Es ist ρ_s die Dichte der beweglichen Schraubenversetzungen, α die Zahl der Atome in einer Elementarzelle, b der Burgers-Vektor, a_0 die Gitterkonstante und λ die mittlere Entfernung der Sprünge. Die Abhängigkeit der Kriechrate von der angelegten Spannung ergibt sich aus der Spannungsabhängigkeit von ρ_s . Die Theorie wurde mit Kriechuntersuchungen an einer Fe3%Si-Legierung bestätigt [BAR01].

2.1.2.2.3 Erholungs-Verfestigungs-Kriechen

Modelle, die ein stationäres Kriechen mit einer sekundären, minimalen Kriechrate beschreiben, basieren oft auf einem Gleichgewicht zwischen Verformungsverfestigung und Erholung, das sich nach dem primären Kriechen einstellt. Dieser Zusammenhang kann allgemein mit Gleichung 18 beschrieben werden [LAG01]:

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{\left(-\frac{\partial\sigma_i}{\partial t}\right)}{\left(\frac{\partial\sigma_i}{\partial\epsilon}\right)} = \frac{r}{h} \quad \text{Gleichung 18}$$

Hier ist r die Erholungsrate und h der Verfestigungskoeffizient. In der Literatur wird diese Beschreibung des Kriechens häufig mit dem Versetzungsmodell von Weertman gleichgesetzt, da bei diesem ebenfalls Verfestigung und Erholung im Gleichgewicht stehen: Das Klettern und die darauf folgende Annihilation der Versetzungen stellen eine Erholung dar und die darauf folgende Ausdehnung eines Versetzungsringes in den Bereich einer Anhäufung einen Verfestigungsbeitrag. Im Allgemeinen wird jedoch der Erholungs-Verfestigungs-Mechanismus eher als phänomenologische Beschreibung herangezogen und nicht mit bestimmten Verformungsmechanismen in Verbindung gebracht. Für eine konstante Spannung kann die Kriechrate mit Gleichung 19 beschrieben werden:

$$\dot{\epsilon}_s = \dot{\epsilon}_0 \exp\left[-\frac{(h\epsilon - rt)b\Delta A}{kT}\right] \quad \text{Gleichung 19}$$

Hier ist $\dot{\epsilon}_0$ die Kriechrate zur Zeit $t = 0$ und ΔA die Aktivierungsfläche, die physikalisch als die Fläche $d \cdot l$ interpretiert werden kann, die von einer Versetzung bei Überwinden eines Hindernisses (d) und der Länge eines Versetzungssegments zwischen zwei Hindernissen (l) aufgespannt wird. Nach Integration von Gleichung 19 erhält man [MCL01]:

$$\epsilon = \frac{kT}{\Delta A b h} \ln \left(\frac{\dot{\epsilon}_0 h}{r} \right) + \frac{r}{h} t \quad \text{Gleichung 20}$$

Der linke Teil beschreibt den primären Kriechbereich, wie er auch von Andrade [AND01, AND02] hergeleitet wurde und der rechte Teil beschreibt den stationären, sekundären Kriechbereich mit einer Kriechrate, wie sie Gleichung 21 beschreibt. Diese wird als Bailey-Orowan-Gleichung bezeichnet.

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{r}{h} \quad \text{Gleichung 21}$$

2.1.2.3 Korngrenzengleiten

Unter Korngrenzengleiten versteht man die relative Bewegung zweier Kristallite entlang ihrer gemeinsamen Korngrenze. Dies geschieht verstärkt bei hohen Temperaturen ($T > 2/3 T_s$), was wiederum bedeutet, dass bei diesen hohen Temperaturen die Festigkeit eines feinen Gefüges kleiner ist, als die eines groben. Bei niedrigen Temperaturen ist das Gegenteil der Fall: feines Gefüge wirkt festigkeitssteigernd. Der Mechanismus des Korngrenzengleitens ist immer mit Diffusionsprozessen verbunden, da eine Korngrenze in einem Gefüge nicht nur in ebener Form parallel zur Verformungsrichtung vorliegt. Abbildung 9 zeigt schematisch einen Vielkristall mit einer Korngrenze, an der die Gleitung stattfindet (gestrichelt). Die Schubspannung τ , die in horizontaler Richtung ansetzt, bewirkt eine Erhöhung der Leerstellenkonzentration in der Dilatationszone (Korngrenze CD). Diese Erhöhung der Konzentration wird durch Diffusion der Leerstellen in die Kompressionszonen (Korngrenze AB oder EF) ausgeglichen. Raj und Ashby [RAJ01] entwickelten ein Modell, das diesen Vorgang beschreibt und die Geschwindigkeit der Verschiebung als Funktion der Gitter- und

Korngrenzendiffusionskoeffizienten darstellt (Gleichung 22). Bemerkenswert ist, dass diese beiden Einzelprozesse bereits getrennt voneinander von Nabarro und Herring [NAB01, HER01] sowie Coble [COB01] beschrieben worden waren.

$$\dot{u} = \frac{8\tau\Omega\lambda}{\pi k T h^2} D_{GD} \cdot \left(1 + \frac{\pi\delta D_{KD}}{\lambda D_{GD}} \right) \quad \text{Gleichung 22}$$

In Gleichung 22 ist \dot{u} die Verschiebungsgeschwindigkeit, τ die Schubspannung, k die Boltzmannkonstante, T die Temperatur, λ die Wellenlänge, h die Amplitude, D_{GD} und D_{KD} die Diffusionskoeffizienten der Gitter- und der Korngrenzendiffusion und δ die Dicke der Korngrenze.

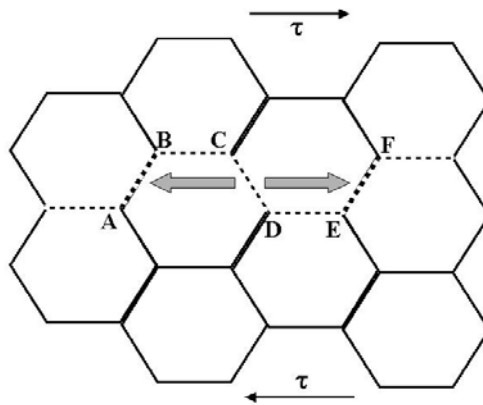


Abbildung 9: Darstellung eines Vielkristalls unter Verformung durch Korngrenzengleiten. Nach [RAJ01]

2.1.3 Vergleich von Druck- und Zugkriechen

Im Gegensatz zu keramischen Werkstoffen finden sich in der Literatur nur wenige vergleichende Studien zum Druck- und Zugkriechverhalten metallischer Werkstoffe. Dies mag an fehlenden Vorschriften für Druckkriechversuche liegen. Die wenigen Untersuchungen, die vorliegen, sollen im folgenden zusammenfassend dargestellt werden.

EI Magd [ELM01] untersuchte das Zug- und Druckkriechverhalten der Al_2O_3 partikelverstärkten Aluminiumlegierung 6061. Dabei wurden neben der unverstärkten Legierung Verbundwerkstoffe mit 10, 15 und 20 Vol.-% Al_2O_3 -Partikeln untersucht. Es zeigte sich, dass mit steigendem Partikelgehalt im Zugkriechversuch die Kriechbeständigkeit zunimmt, wobei bei Gehalten von 10 und 15 Vol.-% annähernd kein Unterschied festzustellen ist. Im

Druckkriechversuch zeigt der Verbundwerkstoff mit 15 Vol.-% Verstärkung die besten Kriecheigenschaften. Aktivierungsenergien oder Spannungsexponenten wurden nicht ermittelt.

Das Zug- und Druckkriechverhalten der Magnesiumlegierung AM60B bei 150 °C vergleichen Agnew et al. [AGN01]. Bei Tests unter Spannungen zwischen 20 und 80 MPa werden Spannungsexponenten im Bereich von $n = 4$ ermittelt. Bei den Zugkriechversuchen kommt es bei etwa 60 MPa zu einem Powerlaw-breakdown und der Spannungsexponent steigt auf etwa $n = 10$. Die minimalen Kriechraten im Druckkriechversuch liegen etwa eine Zehnerpotenz unter denen im Zugkriechversuch. Dies wird auf das Vorhandensein von 2 - 4 % Porosität im Gusswerkstoff zurückgeführt, die sich im Zugkriechmodus öffnet und rissauslösend sein kann, während sie im Druckkriechmodus lediglich komprimiert wird.

In einer weiteren Arbeit beschreiben Agnew et al. [AGN02] das Zug- und Druckkriechverhalten verschiedener Magnesiumlegierungen mit unterschiedlichen Aluminium-Gehalten (zwischen 4 und 9 Gew.-%). Dabei revidiert er die Annahme aus [AGN01], dass die Porosität der druckgegossenen Proben der Auslöser für die Asymmetrie im Kriechverhalten sei. Dies konnte ausgeschlossen werden, indem pulvermetallurgisch hergestellte Proben, die keine Porosität aufweisen, getestet wurden und ebenfalls eine Asymmetrie zwischen den minimalen Kriechraten festzustellen war. In dieser Arbeit wird vielmehr festgestellt, dass der Unterschied in der minimalen Kriechrate zwischen Druck- und Zugkriechen, umso größer ist, je größer der Aluminium-Gehalt der Legierung ist. Als Grund hierfür wird der Einfluss des hydrostatischen Drucks während des Kriechens innerhalb der Probe auf die mikrostrukturelle Entwicklung, genauer auf das dynamische Ausscheidungsverhalten der β -Phase $Mg_{17}Al_{12}$ genannt.

In einer Arbeit von Wakashima et al. [WAK01], die eine mit SiC-Partikeln verstärkte 6061 Aluminiumlegierung untersucht, wird das Zug- und Druckkriechverhalten mit bei 400 °C und unterschiedlichen Spannungen ermittelt. Der hohe Spannungsexponent beim Verbundwerkstoff im Zugkriechversuch von $n = 13$ lässt auf das Vorhandensein einer Schwellenspannung schließen. Mit dem bereits in der Literaturübersicht beschriebenen einfachen Verfahren zur Bestimmung dieser

Schwellenspannung [LI01] wird sie für den Verbundwerkstoff mit 14 MPa berechnet und für die Legierung mit 8 MPa. Dass auch der unverstärkten Legierung eine Schwellenspannung zugeordnet wird, liegt daran, dass im Korn fein verteilte Al_2O_3 Partikel vorliegen, die auf die pulvermetallurgische Herstellung zurückzuführen sind. Auch diese zweite Phase erhöht die für den Beginn der Kriechverformung benötigte Spannung. Nach doppeltlogarithmischer Auftragung der minimalen Kriechrate über die wahre Spannung ergibt sich für die unverstärkte Legierung ein Spannungsexponent von $n = 3$ und für den Verbundwerkstoff ein Spannungsexponent, der im Bereich niedriger Spannungen etwa bei $n = 1$ liegt und bei höheren Spannungen gegen $n = 3$ strebt.

Reines Aluminium verstärkt mit 10 Vol% SiC Partikeln wird im Zug- und Druckkriechversuch bei unterschiedlichen Lasten bei 623 K in [PAN01] untersucht. Bei einer Auftragung von $\dot{\epsilon}^{1/8}$ über σ lässt sich eine Gerade durch die Punkte der Druckkriechversuche legen. Wie bereits eingangs erwähnt, steht dies für einen Spannungsexponenten von $n = 8$. Bei Extrapolation gegen $\dot{\epsilon} = 0$ errechnet sich eine Schwellenspannung von 15,1 MPa.

In [KAK01] werden Kriechuntersuchungen an Einkristallen aus einer Nickelbasis-Superlegierung durchgeführt. Dabei zeigt sich, dass in [001]-Richtung die Kriechraten im Zugkriechversuch und in [011]-Richtung im Druckkriechversuch niedriger sind. Dieser Unterschied wird mit richtungsabhängigen Unterschieden in der Zwillingsverformung begründet.

Vergleichende Untersuchungen des Druck- und Zugkriechverhaltens von Fe-40Al-0,1Zr-0,4B werden in [WHI01] beschrieben. Dabei wurde festgestellt, dass die Kriechraten im Zugversuch stets signifikant über denen im Druckversuch lagen. Dies wird auf die Bildung von Kriechkavitäten zurückgeführt, wie sie im Zugkriechversuch, aber nicht im Druckkriechversuch entstehen. Diese These wird mit einem Modell zur Bildung dieser Kavitäten gestützt.

In [JAN01] wurden Untersuchungen zum Druck- und Zugkriechverhalten an Al_2O_3 -partikelverstärktem Aluminium durchgeführt. Da die Kriechfestigkeit und die ermittelten Spannungsexponenten im Zugkriechversuch deutlich niedriger waren als im Druckkriechversuch, wird die ausschließliche Bildung

von Kriechkavitäten im Zugkriechversuch für den geschwindigkeitsbestimmenden Mechanismus gehalten. Im Druckkriechversuch hingegen ist Versetzungsbewegung als entscheidender Mechanismus identifiziert. Es werden Schwellenspannungen ermittelt, die mit Werten zwischen 50 und 61 MPa deutlich über den erwarteten liegen.

2.2 Kriechen von Magnesium und seinen Legierungen

2.2.1 Verformungsmechanismen im hexagonalen Gitter

Magnesium kristallisiert in der hexagonal dichtesten Kugelpackung (hdp). Die Beschreibung des Gitters erfolgt mit einem vierachsigen Miller-Bravais-System, in dem die vier Indizes u , v , t und w jede beliebige Richtung \vec{d} im Gitter beschreiben:

$$\vec{d} = u \cdot \vec{a}_1 + v \cdot \vec{a}_2 + t \cdot \vec{a}_3 + w \cdot \vec{c} \quad \text{Gleichung 23}$$

Im Gegensatz zu kubischen Raumgittern ist die Anzahl der Gleitebenen im hexagonalen Gitter beschränkt. Da Versetzungsbewegung in den dichtest gepackten Ebenen erfolgt, findet primäres Gleiten auf der basalen (0001) Ebene in den drei Richtungen $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ statt. Sekundäres Gleiten tritt in $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ -Richtung auf der vertikalen primären Flächenebene $\{10\bar{1}0\}$ und auf der sekundären Prismenebene $\{11\bar{2}0\}$ in $\langle 00\bar{0}1 \rangle$ -Richtung auf. Bei Temperaturen ab etwa 225 °C werden weitere Gleitebenen aktiviert, wie Schmid [SCH01] und Bakarin [BAK01] in Übereinstimmung herausfanden. Dies sind die $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ - und die $\langle 11\bar{2}2 \rangle$ -Richtungen auf den pyramidalen Ebenen erster Ordnung $\{10\bar{1}1\}$ und zweiter Ordnung $\{11\bar{2}2\}$.

Diese im Vergleich zum kubischen Gitter geringe Anzahl von Gleitebenen ist der Grund für die schlechte Raumtemperaturverformbarkeit des Magnesiums. Prozesse, wie z.B. das Umformen von Blechen werden daher nur bei Temperaturen oberhalb 225 °C durchgeführt. Abbildung 10 fasst die wichtigen kristallographischen Ebenen und Richtungen im hexagonalen Gitter zusammen.

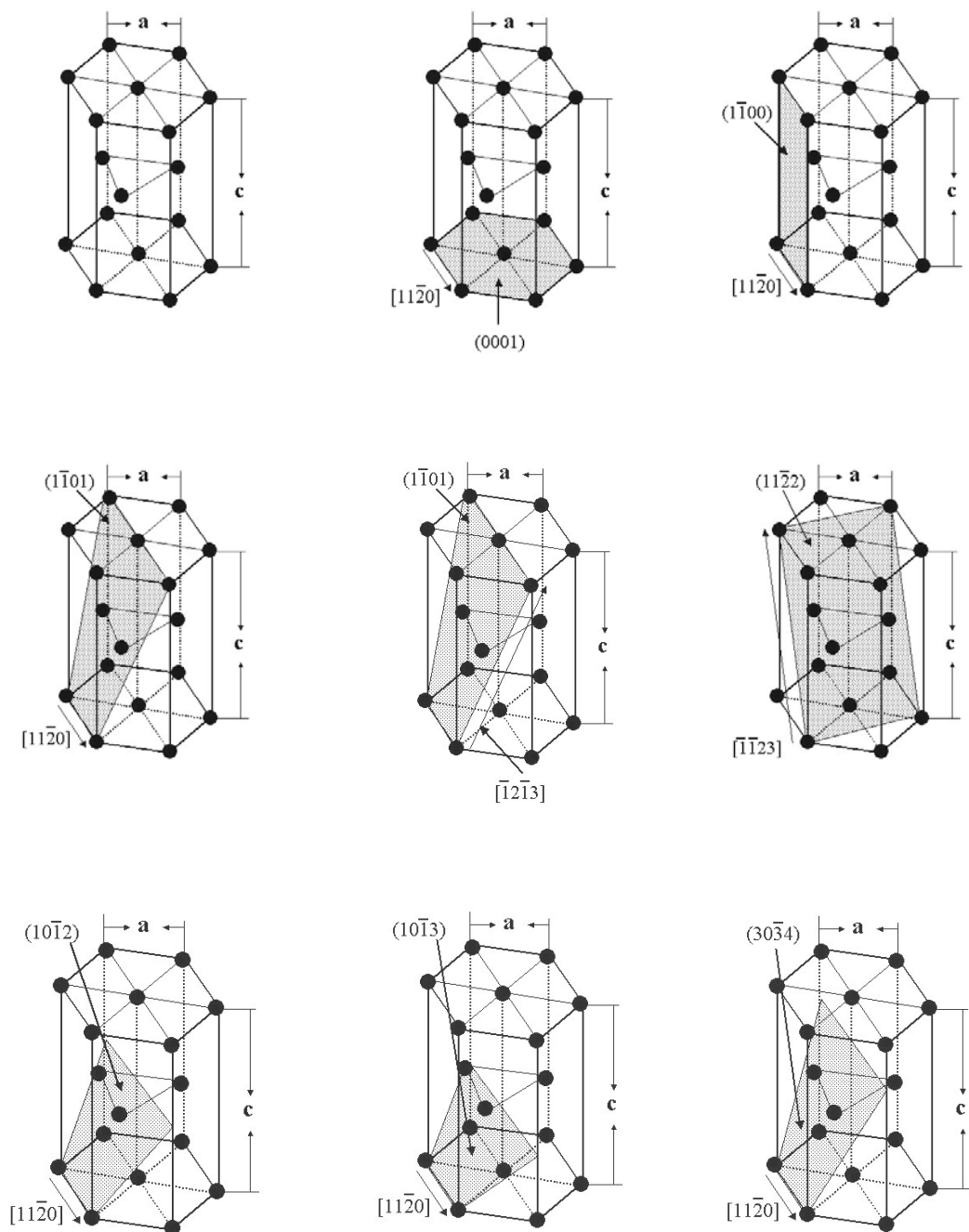


Abbildung 10: Kristallographische Ebenen und Richtungen im hdp-Gitter

Primäre Zwillingsverformung tritt bei Raumtemperatur über die $\{10\bar{1}2\}$ Ebenen auf und sekundäre Zwillingsverformung über die $\{30\bar{3}4\}$ Ebenen. Bei erhöhten Temperaturen findet Zwillingsverformung darüber hinaus über die $\{10\bar{1}3\}$ Ebenen statt.

2.2.2 Kriechen von Reinmagnesium

Obwohl Reinmagnesium in der technischen Nutzung keine Rolle spielt, gibt es eine Vielzahl von Untersuchungen des Kriechverhaltens von ein- oder polykristallinem Magnesium. Diese Untersuchungen haben weniger die Eignung des Werkstoffs als viel mehr das Verständnis des Kriechens und der Kriechmechanismen im hexagonalen Gitter zur Aufgabe.

Trozera et al. [TRO01] haben Untersuchungen des Kriechverhaltens von Magnesium-Einkristallen durchgeführt und die Abhängigkeit der Aktivierungsenergie von der Temperatur untersucht. Sie fanden dabei zwei Bereiche, in denen ein linearer Zusammenhang zwischen Aktivierungsenergie und Temperatur vorzuliegen scheint. Im Bereich von -200 °C bis etwa -70 °C ist eine Abhängigkeit von $Q = 36 \cdot RT$ festzustellen und von -20 °C bis 427 °C eine Abhängigkeit nach $Q = 50 \cdot RT$ (R: allg. Gaskonstante, T: Temperatur).

Vagarali und Langdon [VAG01] untersuchten das Kriechverhalten von polykristallinem Magnesium im Temperaturbereich zwischen 200 °C und 547 °C . Dabei stellten sie fest, dass es drei Bereiche gibt, die durch unterschiedliche Dominanz verschiedener Kriechmechanismen charakterisiert sind. Im Temperaturbereich unterhalb 330 °C wird eine Aktivierungsenergie von etwa 130 kJ/mol und ein Spannungsexponent von $5,2$ gemessen, der auf ausgeprägte Basisgleitung schließen lässt. Bei hohen Temperaturen und Spannungen von $>2,5\text{ MPa}$ wird ein Zusammenhang von Aktivierungsenergie und Spannung nach $Q = (140 \pm 10) + (295/\sigma)\text{ kJ/mol}$ festgestellt. Ein Spannungsexponent nahe 6 und eine ausgeprägte Nicht-Basisgleitung als vorherrschender Mechanismus werden ermittelt. Bei hohen Temperaturen und Spannungen unterhalb $2,5\text{ MPa}$ ergibt sich eine Aktivierungsenergie von 139 kJ/mol und ein Spannungsexponent von ungefähr 1 , was auf Fehlen von Basisgleitung und dem Übergang zum Diffusionskriechen schließen lässt. Untermauert wird diese Annahme dadurch, dass Gleitlinien an den Probenoberflächen hier nicht mehr auftreten.

Untersuchungen von McTegart [MCT01] an polykristallinem Reinmagnesium im Temperaturbereich zwischen etwa 170 °C und 577 °C unter Lasten von $1,7$ bis $27,5\text{ MPa}$ zeigen ein temperaturabhängiges Verhalten der Aktivierungsenergie. Bis etwa 300 °C liegt der Wert für Q bei

etwa 120 kJ/mol. Bei steigenden Temperaturen bis zu 430 °C steigt der Wert kontinuierlich an und oberhalb 430 °C liegt er etwa bei 210-230 kJ/mol. Metallographische Untersuchungen zeigen, dass unterhalb 300 °C Basalgleitung und Bildung von Subkörnern als Mechanismen zu identifizieren sind. Oberhalb von 300 °C kommt zusätzlich prismatisches Quergleiten hinzu. Bei Berechnung der Spannungsexponenten n in den beiden Bereichen zeigt sich, dass $n \sim 5,5$ im Bereich der niedrigeren Temperaturen und $n \sim 4$ für den Bereich höherer Temperaturen ermittelt werden kann.

Crossland und Jones [CRO01] haben ebenfalls an polykristallinem Magnesium Untersuchungen durchgeführt und diese mit älteren Messungen anderer Autoren verglichen. Dabei zeigte sich, dass bis zu einer Temperatur von etwa 350 °C ein Spannungsexponent von $n \sim 5$ errechnet werden kann, der oberhalb dieser Temperatur ansteigt und bei 420 °C etwa 10 erreicht. Die ermittelten Aktivierungsenergien liegen bei hohen Temperaturen, bei denen pyramidales Quergleiten als bestimmender Mechanismus vermutet wird, bei etwa 230 kJ/mol und bei Temperaturen unterhalb 350 °C bei 92 kJ/mol. Als Mechanismus wird hier die schnelle Diffusion entlang von Versetzungen beschrieben.

Milicka et al. [MIL01] untersuchten das Kriechverhalten von polykristallinem Magnesium im Spannungsbereich zwischen 10 und 100 MPa bei Temperaturen zwischen 127 °C und 527 °C. Dabei ermitteln sie wiederum zwei Bereiche, die sich in ihrem Verhalten bzgl. Spannungsexponent und Aktivierungsenergie unterscheiden. Im Bereich hoher Spannungen nimmt die Aktivierungsenergie linear mit steigender Spannung ab und der Spannungsexponent ist annähernd spannungsunabhängig. Als mechanistische Deutung für diesen Bereich wird die nicht konservative Bewegung von Sprüngen in den auf der Basisebene gleitenden Schraubenversetzungen angenommen. Im Bereich kleiner Spannungen hängt der Spannungsexponent von der Temperatur, aber besonders auch von der Spannung ab. Er nimmt mit zunehmender Spannung ab, erreicht ein Minimum und nimmt dann mit wachsender Spannung wieder zu. Die Aktivierungsenergie nimmt mit der Spannung nach einem hyperbolischen Gesetz ab. Die Quergleitung von Schraubenversetzungen aus der Basisebene in die pyramidale Gleitebene sowie die Gleitung von Versetzungen in der Pyramidalebene werden als Mechanismen für die

Kriechverformung vorgeschlagen.

Eine Zusammenstellung der Kriechmechanismen von polykristallinem Magnesium mit einer Korngröße von 0,1 mm ist in Abbildung 11 dargestellt. Es handelt sich dabei um eine sogenannte „deformation-mechanism-map“ und ist von Frost und Ashby [FRO01] aus einer Vielzahl von Literaturdaten erstellt worden. Aufgetragen sind die Bereiche unterschiedlicher Verformungsmechanismen in einem Raum, der von der homologen bzw. absoluten Temperatur (Abszisse) und der normalisierten Schubspannung bzw. der angelegten Schubspannung (Ordinate) aufgespannt wird.

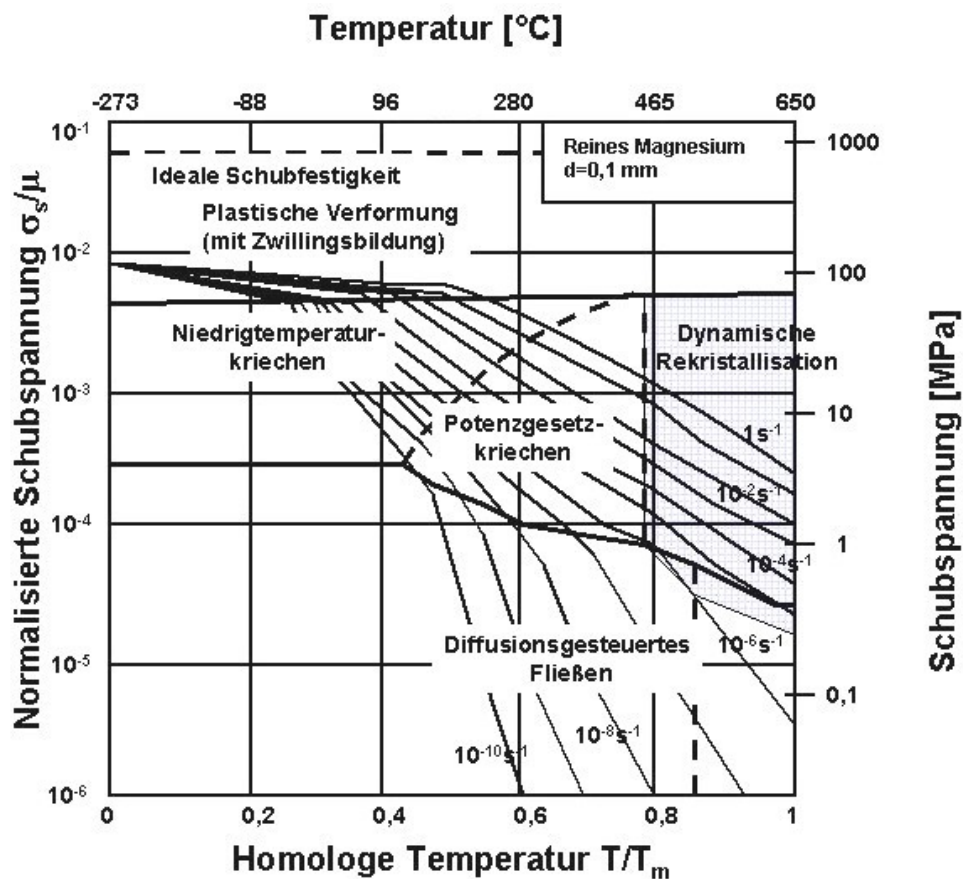


Abbildung 11: „Deformation-Mechanism-Map“ von polykristallinem Magnesium nach [FRO01]

2.2.3 Kriechen von Magnesiumlegierungen

Untersuchungen des Kriechverhaltens von Magnesiumlegierungen sind Gegenstand einer Vielzahl von Publikationen. Im Gegensatz zu

Untersuchungen an reinem Magnesium steht meist der Vergleich der Kriechbeständigkeit im Mittelpunkt. Dabei werden Magnesiumlegierungen nicht nur untereinander, sondern auch z.B. mit Aluminiumlegierungen in einen Wettbewerb gestellt. Zur Beurteilung der Kriechfestigkeit wird im allgemeinen die sekundäre oder minimale Kriechrate $\dot{\epsilon}$ herangezogen. Ihre Abhängigkeit von Spannung und Temperatur lässt Schlüsse auf die beim Kriechprozess auftretenden Mechanismen zu. Die am häufigsten untersuchte Legierung ist die aluminium- und zinkhaltige Druckgusslegierung AZ91, die auch den überwiegenden Teil der weltweit verwendeten Magnesiumlegierungen ausmacht.

Regev et al. [REG01] untersuchten das Kriechverhalten von AZ91 bei 150 °C und 180 °C bei Lasten zwischen 30 und 100 MPa im Zugkriechversuch. Dabei erhielten sie Spannungsexponenten von $n = 6,9$ bei 150 °C und $n = 5,4$ bei 180 °C. Die Kriechraten lagen deutlich unter denen von Reinformmagnesium, und als Mechanismen werden Versetzungsgleiten sowohl in basalen wie auch in pyramidalen Ebenen angenommen. In einer ein Jahr später folgenden Untersuchung der gleichen Autoren [REG02] an grobkörnigen Gussproben (mittlerer Korndurchmesser $\sim 300 \mu\text{m}$) aus dem Innenbereich eines Gussstücks, die bei Temperaturen zwischen 120 °C und 180 °C und Lasten zwischen 40 MPa und 115 MPa durchgeführt wurden, konnten Kriechraten ermittelt werden, die um drei Größenordnungen kleiner waren, als die von Reinformmagnesium. Die Dehnungen bis zum Bruch waren hingegen etwa doppelt so groß wie bei Reinformmagnesium. Spannungs- und temperaturunabhängige Spannungsexponenten im Bereich von $n \sim 11$ und Aktivierungsenergien, die mit steigender Temperatur abnahmen, wurden von 220 bis hin zu 94 kJ/mol ermittelt.

Untersuchungen des Raumtemperaturkriechens von AZ91 im Zugversuch unternahm Miller [MIL02]. Bei Lasten zwischen 60 und 180 MPa stellte er einen exponentiellen Zusammenhang zwischen Dehnung am Ende der primären Kriechphase und der Zeit bis zu diesem Ende fest. Ein Spannungsexponent von $n = 4,6$ konnte ermittelt werden und als dominanter Mechanismus wird das Klettern von Versetzungen angenommen.

Spigarelli et al. [SPI01] untersuchten im Thixoforming hergestelltes AZ91 im Temperaturbereich zwischen 120 °C und 180 °C bei Lasten zwischen 30

und 100 MPa. Ein Spannungsexponent von $n = 8$ und Aktivierungsenergien von etwa 135 kJ/mol wurden in guter Übereinstimmung mit Untersuchungen an im Druckguss verarbeitetem AZ91 gefunden.

Die Kriechverformung der Magnesiumlegierungen AZ91 und AS21 wurden von Blum et al. [BLU01] bei Temperaturen zwischen 70 °C und 135 °C gemessen. Bei geringen Spannungen zeigte die AS21 bessere Kriecheigenschaften, während bei höheren Spannungen die AZ91 kriechfester war. Dies wird auf den höheren Gehalt an Aluminium in Mischkristall der AZ91 zurückgeführt. In einer eingehenden Untersuchung der Kriechergebnisse unter Einbeziehung der mikrostrukturellen Änderungen der Legierung AZ91 [BLU02] konnte festgestellt werden, dass auch bei hohen Spannungen von 130 MPa Zwillingsverformung stattfindet. Dabei wird die plastische Verformung durch Versetzungsbewegung begünstigt, indem die Körner nach dem Umklappprozess der Zwillingsverformung einen Beitrag zum basalen Gleiten leisten können. In einer weiteren Arbeit [BLU03] simulieren Blum et al. den Deformationsprozess während der Kriechverformung bei den Legierungen AS21 und AZ91 und konnten zeigen, dass es mit relativ einfachen Mitteln möglich ist, das Deformationsverhalten der Legierungen in Abhängigkeit von der im Mischkristall gelösten Menge an Aluminium vorherzusagen.

In einer vergleichenden Studie untersuchten Blum et al. [BLU04] die Druckgusslegierungen AZ91, AS21, AS41, AM60 und AE42 im Druckkriechversuch. Bei Temperaturen zwischen 70 °C und 150 °C stellten sich AZ91 und AS21 als kriechbeständigste Legierungen heraus. Ausscheidungshärtung sowie Kaltverfestigung werden nach Untersuchungen der Mikrostruktur für die Kriechbeständigkeit bei niedrigen Temperaturen verantwortlich gemacht.

2.3 Werkstoffeigenschaften von metallischen Verbundwerkstoffen mit Leichtmetallmatrix

Die Einlagerung keramischer Partikel und/oder Fasern in ein kristallines metallisches Gefüge hat Auswirkungen auf die mechanischen und physikalischen Eigenschaften. Während Partikel, wie SiC, BN oder BC, die herstellungsbedingt im allgemeinen in einer homogenen Verteilung im Verbundwerkstoff vorliegen, auch zu einer isotropen Eigenschaftsänderung führen, bewirken planar isotrop verteilte Kurzfasern und erst recht ausgerichtete Langfasern eine Anisotropie der Werkstoffeigenschaften. Da die keramische Verstärkung eine geringere elektrische und Wärmeleitfähigkeit sowie einen geringeren thermischen Ausdehnungskoeffizienten haben, führen diese Verstärkungskomponenten auch zu einer Herabsetzung dieser Eigenschaften im Verbundwerkstoff (verglichen mit der Matrix). Bei Festigkeit und E-Modul verhält es sich genau umgekehrt. Die absoluten Werte dieser mechanischen Eigenschaften sind größer als bei der Matrix und die Einlagerung keramischer Partikel oder Fasern erhöht damit Festigkeit und E-Modul im Verbundwerkstoff, immer vorausgesetzt, die Haftung zwischen Faser und Matrix und damit die Möglichkeit der Übertragung von Spannung von der Matrix auf die Faser ist ideal. Für die erste Abschätzung der Verbundeigenschaften wird im allgemeinen die lineare Mischungsregel herangezogen (Gleichung 24) [TRO02].

$$A_{MMC} = \Theta_F \cdot A_F + (1 - \Theta_F) \cdot A_M \quad \text{Gleichung 24}$$

Es steht A_{MMC} für eine beliebige Feldeigenschaft des Verbundwerkstoffs, wie Festigkeit, E-Modul, thermische Ausdehnung, thermische oder elektrische Leitfähigkeit, A_F und A_M für die Faser- bzw. Matrixeigenschaft und Θ_F für den Faservolumengehalt. Es muss angemerkt werden, dass es sich bei der Mischungsregel um eine rein phänomenologische Gleichung handelt, bei der Wechselwirkungen zwischen Faser und Matrix, die auf Werkstoffeigenschaften zurückzuführen sind, nicht berücksichtigt werden.

2.3.1 Festigkeitseigenschaften

Einer der Hauptgründe für die Verstärkung von Leichtmetallen mit keramischen Fasern ist die Erhöhung der Festigkeit. Dabei beruht diese Festigkeitssteigerung auf einer Übertragung einer äußeren Spannung von der

Matrix auf die Fasern. Eine erste Abschätzung der Verbundfestigkeit σ_{MMC} lässt sich mit Gleichung 25 erhalten.

$$\sigma_{MMC} = \Theta_F \cdot \sigma_F + (1 - \Theta_F) \cdot \sigma_M^* \quad \text{Gleichung 25}$$

Dabei steht σ_{MMC} und σ_F für die Verbund- und Faserfestigkeit und σ_M^* für die Spannung, die man der Spannungs-Dehnungskurve der Matrix bei einer Dehnung entnimmt, die der Dehnung bei Faserversagen entspricht [MCD01]. Eine Bestätigung für diese Mischungsregel wird u.a. in Reinaluminium gefunden, welches mit 50 Vol.-% Altex Fasern (Al_2O_3/SiO_2) verstärkt ist [DEG01].

Gleichung 25 gilt für unidirektional langfaserverstärkte Verbundwerkstoffe. Im Falle einer Kurzfaserverstärkung unter Annahme einer idealen Haftung zwischen Faser und Matrix unterscheidet man je nach Verhältnis von mittlerer Faserlänge l zur kritischen Faserlänge l_c drei Fälle [MCD01, SCH02, KEL02]:

Für $l > l_c$ gilt:

$$\sigma_{MMC} = C \cdot \Theta_F \cdot \sigma_F \left(1 - d_F \cdot \frac{\sigma_F}{2l \cdot \sigma_M^*} \right) + (1 - \Theta_F) \cdot \sigma_M^* \quad \text{Gleichung 26}$$

Für $l < l_c$ gilt:

$$\sigma_{MMC} = C \cdot \sigma_M^* \left(\frac{l}{2d_F} \right) + (1 - \Theta_F) \cdot \sigma_M^* \quad \text{Gleichung 27}$$

Für $l = l_c$ gilt:

$$\sigma_{MMC} = C \cdot 0,5 \cdot \Theta_F \cdot \sigma_F + (1 - \Theta_F) \cdot \sigma_M^* \quad \text{Gleichung 28}$$

Die kritische Faserlänge l_c ist die Faserlänge, die eine maximale Belastung der Faser zulässt.

$$l_c = \frac{\sigma_F \cdot d_F}{2\tau_{FM}} \quad \text{Gleichung 29}$$

Am Übergang von Matrix und Faser kann die Schubspannung τ_{FM} abgeschätzt werden mit

$$\tau_{FM} = 0,5 \cdot \sigma_M^* \quad \text{Gleichung 30}$$

Bezogen auf die Festigkeit des kurzfaserverstärkten Verbundwerkstoffs hat Friend [FRI01] den Orientierungsfaktor C eingeführt. Der Faktor C ist ein empirischer Wert mit $0 < C < 1$, der die geometrische Verteilung der Fasern berücksichtigt. Friend [FRI01] gibt $C = 3/8$ für eine planar isotrope Faserverteilung und $C = 1/5$ für eine vollständig statistische Verteilung an.

2.3.2 Elastische Eigenschaften

Für die Beschreibung des elastischen Verhaltens von Verbundwerkstoffen gibt es unterschiedliche Ansätze, die vor allem von der Art, Verteilung und Ausrichtung der verstärkenden Phase abhängen. Die einfachste Beschreibung leitet sich aus der bereits beschriebenen Mischungsregel ab. Für unidirektional verstärkte Werkstoffe gilt für den E-Modul in Faserrichtung $E_{C\parallel}$ und den E-Modul senkrecht zur Faserrichtung $E_{C\perp}$:

$$E_{C\parallel} = (1 - \Theta_F) E_M + \Theta_F E_F \quad \text{Gleichung 31}$$

$$E_{C\perp} = \left(\left(\frac{1 - \Theta_F}{E_M} \right) + \frac{\Theta_F}{E_F} \right)^{-1} \quad \text{Gleichung 32}$$

2.3.3 Kriech Eigenschaften

Bei der theoretischen Herleitung der Kriech Eigenschaften von Verbundwerkstoffen existiert eine Vielzahl von Theorien. Dominierend sind die kontinuumsmechanischen Ansätze, die nicht auf die Struktur der Matrix eingehen. Die beiden Phasen werden mit Hilfe der Norton-Gleichung jeweils als Kontinuum gesehen, und die lokalen Kriechverformungen werden in tensorieller Form berechnet. Dieser Ansatz erscheint sinnvoll bei einer Größe der verstärkenden Phase, die die Größenordnung der mikrostrukturellen Gegebenheiten der Matrix (Versetzungsabstand, Körner) deutlich überschreitet. Der zweite Ansatz zur Berechnung der Kriechverformung ist ein mikrostruktureller, der die Matrixeigenschaften und die Versetzungsbewegung

berücksichtigt. Da letztere jedoch für die einfacheren kubischen Gittertypen entwickelt wurden, aber gerade die Versetzungsbewegung stark gitterabhängig ist, wird hier nur auf die kontinuumsmechanischen Ansätze eingegangen.

2.3.3.1 Das Eshelby-Modell

Das Ende der 1950er entwickelte Modell von Eshelby [ESH01, ESH02] beschreibt die Spannungsverhältnisse um einen elipsoidalen Einschluss mit hoher Steifigkeit in einem unendlichen, homogenen und elastischen Körper. Dieser Einschluss beeinflusst das Spannungsfeld in seiner Umgebung dahingehend, dass bei einer von außen angelegten Zugspannung bedingt durch die unterschiedlichen elastischen Eigenschaften von Matrix und Einschluss an deren Grenzfläche in Belastungsrichtung Zugspannungen, senkrecht dazu jedoch Druckspannungen entstehen. Abbildung 12 zeigt den modellhaften Übergang von einer eingeschlossenen Pore in einem elastischen Körper (a), die von außen angelegte Spannung, die zu einer Verformung der Pore führt (b) und dem Ersetzen der Pore durch einen harten Einschluss, auf den die resultierenden Druck- und Zugspannungen einwirken (c). Diese modellhafte Beschreibung lässt sich auf eingeschlossene Partikel in einer metallischen Matrix sehr gut übertragen; mit Modifikationen lassen sich auch Faserverstärkungen beschreiben, wie in Abbildung 12d dargestellt ist. Aus den Druck- und Zugspannungen in der die Faser umgebenden Matrix resultieren Diffusionsströme, die mit j gekennzeichnet sind.

Rösler et al. [RÖS01] beschreiben das Kriechverhalten im Bereich einer Faser im Verbundwerkstoff mit einem Modell, dass von einem Gradienten der Normalspannung um die Faser herum ausgeht. Diese Unterschiede in der Spannung führen zu einem Gradienten im chemischen Potential, was wiederum die Voraussetzung für Diffusionsprozesse ist. Übertrifft die Rate des diffusionsbedingten Volumentransportes die Verformungsrate der Matrix, kann der festigkeitssteigernde Effekt der Verstärkung sogar ins Gegenteil verkehrt werden.

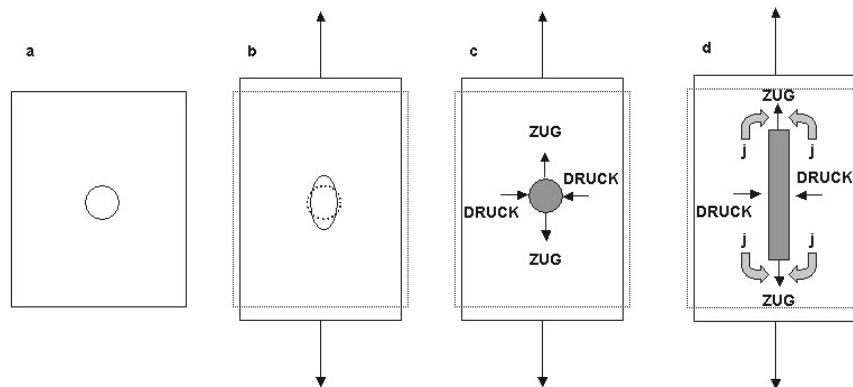


Abbildung 12: Herleitung des Eshelby-Modells mit a) einer Pore in einer elastischen Matrix, b) der von aussen angelegten Zugspannung und der daraus resultierenden Verformung der Pore, c) dem Ersetzen der Pore durch einen unelastischen Einschluss mit den daraus resultierenden Spannungen an der Grenzfläche und d) die Übertragung auf die Verhältnisse an einer eingebetteten Faser. Nach [RÖS01].

2.3.3.2 Das Shear-Lag Modell

In kurzfaserverstärkten Verbundwerkstoffen tragen die Fasern die Last nicht über ihre gesamte Länge. Vielmehr werden über die Faser/Matrix Grenzfläche Zug- und Schubspannungen übertragen, wie dies in Abbildung 13 dargestellt ist. Man geht davon aus, dass die Matrix elastisch und plastisch verformbar ist, die Fasern dagegen nur elastisch. Zunächst soll dargestellt werden, inwieweit eine Krafteinleitung, die ausschließlich über die Faserenden geschieht, den Bruch der Faser zur Folge haben kann. Bei einer idealen Haftung zwischen Faser und Matrix entspricht die Dehnung der Faser ε_F der Dehnung der Matrix ε_M . Aus den Hookschen Gesetzen für Faser und Matrix $\sigma_F = E_F \varepsilon_F$ und $\sigma_M = E_M \varepsilon_M$ ergibt sich:

$$\sigma_M = \frac{E_M}{E_F} \sigma_F \quad \text{Gleichung 33}$$

Nach Herstellerangabe haben die Saffilfasern einen E-Modul von $E_F = 300 \text{ GPa}$ und eine Zugfestigkeit von $\sigma_F = 2000 \text{ MPa}$. Aus dem E-Modul der Magnesiumlegierung von $E_M = 45 \text{ GPa}$ errechnet sich die Spannung der Matrix zu $\sigma_M = 300 \text{ MPa}$. Dieser Wert ist für eine Magnesiumlegierung, insbesondere bei hohen Temperaturen, viel zu hoch. Der Matrixwerkstoff würde an den Faserenden versagen. Daher ist davon auszugehen, dass die Krafteinleitung an den Faserenden keinen entscheidenden Beitrag zum

Brechen der Fasern hat. Vielmehr muss davon ausgegangen werden, dass die Kraftübertragung über die Mantelfläche der als zylindrisch angenommenen Faser geschieht. Bei einer Verformung in Faserrichtung handelt es sich dann um eine Schubspannung.

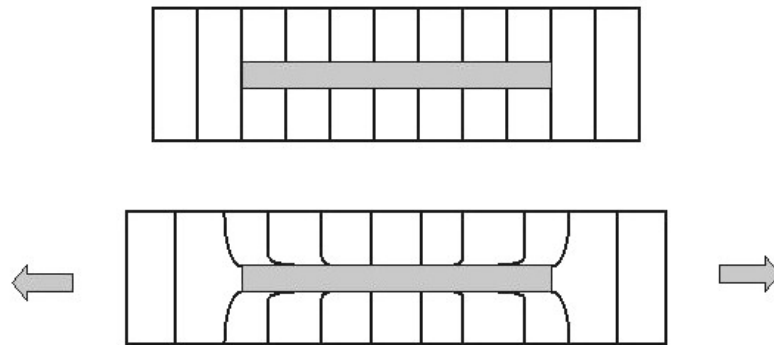


Abbildung 13: Belastung einer Einzelfaser, wenn Verbund unter Zugspannung steht

Ausgehend von der in Abbildung 14 dargestellten Faser mit dem Durchmesser D und dem durch die Schubspannung τ an der Mantelfläche ausgelösten Kräftegleichgewicht der dünnen Scheibe zwischen x und $x + dx$ ergibt sich

$$\frac{\pi}{4} D^2 \cdot d\sigma_F = -\pi \cdot D \cdot \tau \cdot dx \quad \text{Gleichung 34}$$

Nach Integration erhält man für die Faserspannung als Funktion des Ortes

$$\sigma_F(x) = 4\tau \cdot \left(\frac{L}{2D} - \frac{x}{D} \right) \quad \text{Gleichung 35}$$

Ausgehend von Gleichung 35 unter der Annahme $x = 0$ in der Fasermitte zeigt sich, dass die Faserspannung in der Mitte der Faser am größten ist und zu den Faserenden hin abnimmt. Die Verteilung von $\tau(x)$ und $\sigma_F(x)$ sind in Abbildung 15 wiedergegeben. Die Wahrscheinlichkeit eines Faserbruchs ist am größten in der Mitte der Faser, da die Faserspannung dort ein Maximum einnimmt.

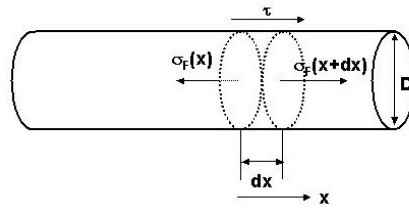


Abbildung 14: Schematische Darstellung einer Faser nach dem Shear-Lag-Modell

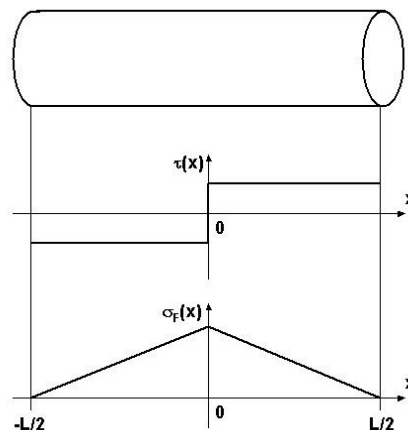


Abbildung 15: Verlauf der Faserspannung σ_F als Funktion des Ortes infolge der Schubspannung τ .

Diese ursprüngliche Form des Shear-Lag-Modells geht auf Cox [COX01] zurück. Es ist beschränkt auf eine Matrix, die elastischer und plastischer Verformung unterliegt, Fasern, die elastisch verformt werden und eine perfekte Bindung zwischen der Verstärkung und der Matrix. Eine Ausdehnung erfolgte durch Kelly und Street [KEL01]. Sie erweiterten das Modell auf Systeme mit kriechenden Fasern und perfekter Bindung sowie auf starre Fasern und eine abgleitende Faser/Matrix-Grenzschicht. Im folgenden sollen die Grundlagen dieses Modells hergeleitet werden.

Ausgehend von statistisch parallel angeordneten Fasern mit konstantem, ausreichend großem l/d -Verhältnis (Länge/Dicke) und einer Spannung, die in Faserrichtung wirkt, geht das Modell von einer konstanten Kriechrate $\dot{\epsilon}_m$ der Matrix aus, die an den Fasern mit einer Geschwindigkeit \dot{u}_m im Abstand h entlangkriecht. Da es sich um Fasern mit deutlich höherer Festigkeit als die Matrix handelt, ist die Geschwindigkeit \dot{u}_f in der Faser direkt an der Grenzfläche kleiner als \dot{u}_m . Dieser Geschwindigkeitsunterschied schert die

Matrix im Mittel um den Betrag

$$\dot{\gamma}_z = \frac{1}{h} (\dot{u}_m - \dot{u}_f) \quad \text{Gleichung 36}$$

Dabei setzt sich \dot{u}_f zusammen aus der Faserkriechgeschwindigkeit \dot{u}_f und der Abgleitgeschwindigkeit \dot{u}_s im Falle einer Abgleitung zwischen Faser und Matrix aufgrund von Delamination (s. Abbildung 16).

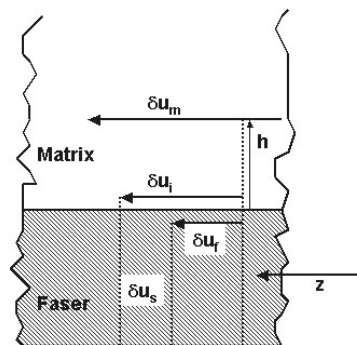


Abbildung 16: Ausschnitt des Bereichs der Faser/Matrix Grenzfläche mit den Verschiebungsbeiträgen in der Faser und der Matrix sowie im Bereich der Grenzfläche

Für die Geschwindigkeitsdifferenz \dot{u}_s gilt:

$$\dot{u}_s = \eta (\dot{u}_m - \dot{u}_f) \quad \text{Gleichung 37}$$

Es ist $0 \leq \eta \leq 1$ der Gleitfaktor, der ein Maß für die Bindung zwischen Faser und Matrix ist. Diese Annahmen lassen sich zusammenfassen zu:

$$\dot{\gamma} = \frac{1}{h} [\dot{u}_m - \dot{u}_f - \eta (\dot{u}_m - \dot{u}_f)] \quad \text{Gleichung 38}$$

Wenn keine Abgleitung zwischen Faser und Matrix passiert ($\eta = 0$), dann ist

$$\dot{\gamma} \propto \dot{u}_m - \dot{u}_f \quad \text{Gleichung 39}$$

Dieser Wert hat ein Maximum für $\dot{u}_f = 0$, also für eine starre Faser, wird jedoch sowohl durch eine kriechende Faser oder durch Abgleiten reduziert.

Um die Schubspannung zu ermitteln, die auf die Faseroberfläche wirkt, müssen drei weitere Grundannahmen getroffen werden.

1. Beim Zugkriechen kann die Abhängigkeit der Spannung von der Kriechgeschwindigkeit wie folgt beschrieben werden:

$$\sigma_m = \sigma_{m0} \left(\frac{\dot{\epsilon}_m}{\dot{\epsilon}_{m0}} \right)^{1/m} \quad \text{Gleichung 40}$$

2. Für die Ermittlung der Abhängigkeit der Schubspannung von der Scherrate gilt wegen der Volumenkonstanz

$$\sigma_m = 2\tau \quad \text{Gleichung 41}$$

und

$$\dot{\epsilon}_m = \frac{2}{3} \dot{\gamma} \quad \text{Gleichung 42}$$

Daraus erhält man

$$\dot{\gamma} = \frac{2}{3} \dot{\epsilon}_{m0} \left(\frac{2\tau}{\dot{\epsilon}_{m0}} \right)^m \quad \text{Gleichung 43}$$

3. Ausgehend von Fasern mit ausreichend großem l/d -Verhältnis kann man für h die Hälfte des mittleren Abstandes der Oberfläche zweier benachbarter Fasern annehmen. Das wäre bei einer hexagonalen Anordnung:

$$h = \frac{d}{2} \left[\left(\frac{V_f 2\sqrt{3}}{\pi} \right)^{-1/2} - 1 \right] \quad \text{Gleichung 44}$$

Nach diesen Annahmen und unter Einbeziehung von Gleichung 38 erhält man für die Schubspannung, die an jedem Ort z auf die Faseroberfläche wirkt

$$\tau = \frac{\beta' \sigma_{m0}}{(\dot{\epsilon}_{m0})^{1/m}} \cdot \left[\dot{\epsilon}_{mz} - \dot{u}_f - \eta (\dot{\epsilon}_{mz} - \dot{u}_f) \right]^{1/m} \quad \text{Gleichung 45}$$

mit

$$\beta' = \frac{1}{2} \left(\frac{4}{3} \right)^{1/m} \left[\left(\frac{V_f 2\sqrt{3}}{\pi} \right)^{-1/2} - 1 \right]^{1/m} \quad \text{Gleichung 46}$$

V_f ist der Faservolumengehalt im Verbundwerkstoff. Für den einfachsten Fall von starren, nicht kriechenden Fasern ($\dot{u}_f = 0$) und einer perfekten Haftung zwischen Faser und Matrix ($\eta = 0$), erhält man aus Gleichung 45 folgende vereinfachte Beschreibung der Schubspannung als Funktion des Ortes:

$$\tau = \beta' \sigma_{m0} \left(\frac{\dot{\epsilon}_m}{\dot{\epsilon}_{m0}} \right)^{1/m} \left(\frac{z}{d} \right)^{1/m} \quad \text{Gleichung 47}$$

Ein Vergleich des Eshelby Modells mit dem Shear-Lag-Modell wird an einer SiC-whisker- und SiC-partikelverstärkten Aluminiumlegierung 1100 durchgeführt [TAY01]. Dabei zeigt sich, dass das Eshelby-Modell sowohl bei der Vorhersage des E-Moduls als auch der Streckgrenze dem Shear-Lag-Modell überlegen ist. In beiden Fällen sind die mit dem Shear-Lag-Modell abgeschätzten Werte zu gering.

2.4 Magnesiummatrix-Verbundwerkstoffe

Metallmatrix-Verbundwerkstoffe werden nach der Art der Verstärkung in drei Klassen unterteilt. Das sind zum einen die partikelverstärkten Metalle, die meist über pulver- oder schmelzmetallurgische Verfahren hergestellt werden. Als Verstärkung finden keramische Partikel Verwendung, wie sie auch in der Schleifmittelindustrie bekannt sind, wie z.B. SiC, B₄C, BN oder Al₂O₃. Tabelle 2 zeigt eine Auswahl möglicher keramischer Verstärkungskomponenten und Tabelle 3 zeigt mechanische und

physikalische Eigenschaften der wichtigsten verwendeten keramischen Partikel für eine Verstärkung von Metallen. Die Partikel sind in verschiedenen Formen und Größen zu erhalten. Darüber hinaus kann über den Volumengehalt Einfluss auf die Eigenschaften des Verbundwerkstoffs genommen werden. Bereits industriell eingeführt sind Aluminiummatrix-Verbundwerkstoffe mit einer Partikelverstärkung oder ODS-Legierungen (Oxide Dispersion Strengthened), MMC's mit einer Magnesiummatrix befinden sich noch im Stadium der Erforschung.

Die zweite große Gruppe sind die langfaserverstärkten Verbundwerkstoffe. Hier finden häufig C-Fasern Verwendung. Bei der Herstellung der C-Fasern finden zwei Verfahren Anwendung.

Tabelle 2: Potentielle partikel- oder plateletförmige keramische Komponenten für eine Metallverstärkung [HOL01, BLA01]]

Metall-Basis	Karbide	Nitride	Boride	Oxide
Bor	B ₄ C	BN	--	--
Tantal	TaC	--	--	--
Zirkonium	ZrC	ZrN	ZrB ₂	ZrO ₂
Hafnium	HfC	HfN	--	HfO ₂
Aluminium	--	AlN	--	Al ₂ O ₃
Silizium	SiC	Si ₃ N ₄	--	--
Titan	TiC	TiN	TiB ₂	--
Chrom	CrC	CrN	CrB	Cr ₂ O ₃
Molybdän	Mo ₂ C, MoC	Mo ₂ N, MoN	Mo ₂ B, MB	--
Wolfram	W ₂ C, WC	W ₂ N, WN	W ₂ B, WB	--
Thorium	--	--	--	ThO ₂

Beim PAN-Prozess werden Polyacrylnitril(PAN)-Precursor als Ausgangsmaterial verwendet. In Tabelle 4 finden sich Eigenschaften einiger PAN-basierter C-Fasern. Beim zweiten Verfahren, dem Pitch-Prozess, finden versponnene Teer- und Pechfasern Verwendung (Tabelle 5). Die Herstellung der Verbundwerkstoffe erfolgt über schmelzmetallurgische Verfahren, wie der

Gasdruckinfiltration [DEG01, ÖTT01], dem selbstgenerierenden Vakuumverfahren [FRI02, WES01] oder dem Squeeze-Casting-Verfahren [KAI02, DEG01, CHA01, CHA02, BÖH01]. Die mechanischen Eigenschaften dieser Werkstoffe sind nicht isotrop und die Fasern sind z.T. sehr teuer. Daher werden diese Werkstoffe nur in Nischenbereichen, wie etwa der Raumfahrt eingesetzt.

Die dritte Gruppe schließlich ist die der kurzfaserverstärkten Metallmatrix-Verbundwerkstoffe, zu denen man auch die whiskerverstärkten MMC's zählt. Eine Vielzahl verschiedener Fasern in unterschiedlichen Dicken und Längen kann je nach gewünschten Werkstoffeigenschaften für die Verstärkung von Metallen eingesetzt werden. Tabelle 6 zeigt eine Auswahl keramischer Fasern sowie ihre Zusammensetzung und mechanischen Eigenschaften.

Tabelle 3: Eigenschaften unterschiedlicher Partikel [HOL01, FIR01-FIR03]

Partikelart	SiC	Al ₂ O ₃	B ₄ C	TiB ₂	TiC	BN
Kristalltyp	hex.	hex.	rhomb.	hex.	kub.	hex.
Schmelzt. [°C]	2300	2050	2450	2900	3140	3000
E-Modul [GPa]	480	410	450	370	320	90
Dichte [g/cm ³]	3,21	3,9	2,52	4,5	4,93	2,25
Wärmeleitf. [W/mK]	59	25	29	27	29	25
Mohs-Härte	9,7	6,5	9,5	k.A.	k.A.	1,0-2,0
α [10 ⁻⁶ K ⁻¹]	4,7-5,0	8,3	5,0-6,0	7,4	7,4	3,8

Tabelle 4: Eigenschaften PAN-basierter C-Fasern [ASM01]

	Standard- fasern	Luftfahrtanwendungen		
		Niedrig- modulig	Mittel- modulig	Hoch- modulig
E-Modul [GPa]	288	220-241	290-297	345-448
Zugfestigkeit [MPa]	3800	3450-4830	3450-6200	3450-5520
Bruchdehnung [%]	1,6	1,5-2,2	1,3-2,0	0,7-1,0
El. Widerstand [$\mu\Omega\text{cm}$]	1650	1650	1450	900
$\alpha[10^{-6} \text{ K}^{-1}]$	-0,4	-0,4	-0,55	-0,75
C-Gehalt [%]	95	95	95	>99

Tabelle 5: Eigenschaften von teerbasierten Fasern [ASM01]

	Niedrig-modulig	Hoch-modulig	Ultrahoch- modulig
E-Modul [GPa]	170-241	380-620	690-965
Zugfestigkeit [MPa]	1380-3100	1900-2750	2410
Bruchdehnung [%]	0,9	0,5	0,4-0,27
El. Widerstand [$\mu\Omega\text{cm}$]	1300	900	220-130
$\alpha[10^{-6} \text{ K}^{-1}]$		-0,9	-1,6
C-Gehalt [%]	>97	>99	>99
Faserdurchm. [μm]	11	11	10

Tabelle 6: Hersteller und Eigenschaften kommerziell verfügbarer keramischer Fasern [JOH01, BIR01]

Handelsname	Hersteller	Zusammensetzung [Gew.-%]	Faserdurchmesser [μm]	Dichte [gcm^{-3}]	E-Modul [GPa]	Zugfestigkeit [MPa]	α [10^{-6}K^{-1}]
Altex	Sumitomo	85 Al_2O_3 15 SiO_2	15	3,3	210	2000	7,9
Alcen	Nitivy	70 Al_2O_3 30 SiO_2	7-10	3,1	170	2000	k.A.
Nextel 312	3M	62 Al_2O_3 24 SiO_2 14 B_2O_3	10-12	2,7	150	1700	3,0
Nextel 440	3M	70 Al_2O_3 28 SiO_2 2 B_2O_3	10-12	3,05	190	2000	5,3
Nextel 550	3M	73 Al_2O_3 27 SiO_2	10-12	3,03	193	2000	5,3
Nextel 610	3M	>99 Al_2O_3	12	3,9	373	3100	7,9
Nextel 650	3M	89 Al_2O_3 10 ZrO_2 1 Y_2O_3	11	4,1	358	2500	8,0
Nextel 720	3M	Al_2O_3	12	3,4	260	2100	6,0
Almax	Mitsui Mining	99,5 Al_2O_3	10	3,6	330	1800	8,8
Saphikon	Saphikon	100 Al_2O_3	125	3,98	460	3500	9,0
Sumica	Saphikon	85 Al_2O_3 15 SiO_2	9	3,2	250	k.A.	k.A.
Saffil	Saffil	96 Al_2O_3 4 SiO_2	3,0	3,3-3,5	300-330	2000	k.A.

Untersuchungen des Verbundwerkstoffverhaltens bei thermisch zyklierter Belastung wurden mit dem Ergebnis durchgeführt, dass die durch die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Matrix und der Verstärkung induzierten Spannungen durch Kriechprozesse abgebaut werden. Gleichzeitig wurde gezeigt, dass beim thermischen Zyklieren die wichtigsten Gefügeänderungen als Folge von Ausscheidungsvorgängen in den ersten Zyklen auftreten [KIE01].

Das Zugkriechverhalten der kohlenstofffaserverstärkten Magnesiumlegierung AS41 wurde bei Temperaturen zwischen 150 °C und 300 °C untersucht [SOM01, SOM02]. Es konnte gezeigt werden, dass die minimale Kriechrate im Vergleich zur unverstärkten Matrixlegierung bei allen Temperaturen um etwa eine Größenordnung reduziert wurde. Die Auswertung

der Kriechkurven erfolgte entsprechend Gleichung 7. Spannungsexponenten bei Temperaturen zwischen 200 °C und 300 °C von $6 < n < 8$ sowohl bei der Matrixlegierung als auch beim Verbundwerkstoff deuten darauf hin, dass sich der Kriechmechanismus durch die Verstärkung nicht ändert. Für den Verbundwerkstoff wurden Aktivierungsenergien für das Kriechen zwischen 125 kJ/mol und 175 kJ/mol ermittelt.

Pulvermetallurgisch hergestellte SiC-partikelverstärkte Magnesiumlegierungen der AZ- und QE-Familie wurden hinsichtlich ihrer Kriecheigenschaften und Festigkeiten untersucht [MOL01]. Das Kriechverhalten der partikelverstärkten AZ91 änderte sich im Vergleich zur Matrix kaum. Die Legierung QE22 zeigte durch die Partikelverstärkung einerseits eine deutliche Steigerung der Raumtemperaturfestigkeit, aber auf der anderen Seite eine Abnahme der Festigkeit und Kriechbeständigkeit bei erhöhten Temperaturen. Als Grund hierfür wurde zum einen ein ungewöhnliches Ausscheidungsverhalten von elementarem Neodym und zum anderen eine gesteigerte Kavitationsbildung an der Grenzfläche zwischen Partikel und Matrix festgestellt.

Die Festigkeitseigenschaften von drei Magnesiumlegierungen als Matrixwerkstoff verstärkt mit 20 Vol.-% Saffilfasern in Abhängigkeit von der Temperatur wurden im Gusszustand sowie im wärmebehandelten Zustand untersucht [KAI04, KAI05]. Dabei zeigte sich, dass die Wärmebehandlung der Verbundwerkstoffe mit einer AZ91- und cp-Mg Matrix die Festigkeit negativ beeinflusst, während der QE22 basierte Verbundwerkstoff nach der Wärmebehandlung eine höhere Festigkeit zeigte. Dies wird auf die Legierungselemente der Legierung QE22 zurückgeführt, die ein Angreifen der Fasern verhindern.

Die mechanischen Eigenschaften, die Härte und die thermische Ausdehnung der whiskerverstärkten Magnesiumlegierungen AZ91 und ZE63 wurden in Abhängigkeit vom Gehalt an SiC- und K_2O - TiO_2 -Whisker untersucht [KAI06]. Legierungspulver wurden mit den Whiskern gemischt und stranggepresst. Es konnte gezeigt werden, dass mit einem Whiskeranteil von etwa 20 Vol.-% ein E-Modul von etwa 70 GPa erreicht wird, was dem von Aluminiumlegierungen entspricht. Die Festigkeit der Verbundwerkstoffe liegt nur geringfügig über der unverstärkten Legierungen, was zum einen auf

die ohnehin schon hohe Festigkeit der mikrokristallinen Legierungspulver und zum anderen auf Schädigungen der Whisker während der Herstellung zurückgeführt wurde. Der Thermische Ausdehnungskoeffizient konnte signifikant reduziert werden. Während die unverstärkten Legierungen einen thermischen Ausdehnungskoeffizient von etwa $26-28 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ haben, reduziert sich dieser auf $17-18 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ bei einem Whiskergehalt von 25 Vol.-%. Die SiC-verstärkten Verbundwerkstoffe waren den $\text{K}_2\text{O-TiO}_2$ -verstärkten in den mechanischen Eigenschaften überlegen, haben jedoch den Nachteil höherer Kosten der Whisker und der hohen Härte, was zu Problemen bei der Bearbeitung führt.

2.5 Die Magnesiumlegierung AE42 als Matrix

Gewichtersparnis und die damit verbundene Schonung von Ressourcen sind die treibende Kraft für den Einsatz von Magnesiumlegierungen in der Automobilindustrie. Strukturteile wie Lenkräder, Instrumententräger, Armaturen oder Sitzschalen werden bereits seit längerem aus Druckgusslegierungen wie AZ91 oder AM50 bzw. AM60 hergestellt. Während AZ91 gute Festigkeiten zeigt und damit für Lenksäulen, Zylinderköpfe oder Bremspedale Verwendung findet, werden die AM-Legierungen, die eine höhere Duktilität zeigen, eher für Armaturen, Verstreben und Träger vergossen. Diese Legierungen sind aber nur eingeschränkt im Antriebsstrang zu gebrauchen, da ihre Festigkeiten und Kriecheigenschaften mit zunehmender Temperatur deutlich schlechter werden. Bis in die siebziger Jahre verwendete Volkswagen AZ-Legierungen im Motorenbereich; die Temperaturen der luftgekühlten Motoren waren jedoch nicht so hoch, wie die der heutigen wassergekühlten. Derzeit sind Motorenblöcke aus Magnesiumlegierungen nicht im Einsatz. Dies liegt sowohl an der eingeschränkten Warmfestigkeit als auch am schwierig zu vollziehenden Umstellungsprozess innerhalb der recht konservativen Automobilindustrie.

Die Firma DOW Chemical entwickelte für Hochtemperaturanwendungen die Legierung AE42 Magnesiumlegierungen, denen nur Seltene Erden zulegiert wurden. Durch Ausbilden feiner Mg_9RE Ausscheidungen im Gefüge wurden die Kriecheigenschaften deutlich verbessert. Die Zugabe von Aluminium erfolgte, um die Gießbarkeit und die Raumtemperatureigenschaften zu verbessern. Die im Vergleich zu AZ und AM-Legierungen

deutlich verbesserten Kriech Eigenschaften werden auf die Al-RE-Ausscheidungen zurückgeführt, die sich während der kurzen Erstarrungszeit beim Druckgießen bilden. Tabelle 7 fasst einige mechanische Kennwerte der Legierung AE42 im Vergleich zu AZ91 und AM50 bzw. AM60 zusammen.

Tabelle 7: Mechanische und physikalische Kennwerte der Legierung AE42 im Vergleich mit AZ91, AM50 und AM60 [HYD01].

Eigenschaft	AZ91	AM50	AM60	AE42
Zugfestigkeit R_m [MPa]	248	237	247	237
0,2% Dehngrenze $R_{p0,2}$ [MPa]	148	116	123	130
Druckfestigkeit [MPa]	148	113	k.A.	103
Bruchdehnung [%]	6,6	14	12	13
E-Modul [GPa]	45	45	45	45
Brinellhärte HBS 1/5	70	60	65	60
Dichte [g/cm^3]	1,81	1,77	1,80	1,79
Liquidustemperatur [$^{\circ}\text{C}$]	598	620	615	625
Wärmeausd.koeff. [10^{-6}K^{-1}] (20-100 $^{\circ}\text{C}$)	26,0	26,0	26,0	26,1
Wärmeleitfähigkeit [$\text{WK}^{-1}\text{m}^{-1}$] [20 $^{\circ}\text{C}$]	51	65	61	84
Elektr. Leitföh. [MSm^{-1}]	6,6	9,1	k.A.	11,7

2.6 Saffil-Fasern

Al_2O_3 und C-Fasern sind die zurzeit für die Leichtmetallverstärkung am häufigsten eingesetzten Fasern. Bei beiden Fasertypen gibt es eine Vielzahl von Herstellern, die ihrerseits wiederum diverse Modifikationen, Faserdurchmesser und -längen liefern. Die wohl am meisten verwendete Al_2O_3 -basierte Faser ist die Saffil-Faser, die 1974 von der Firma ICI entwickelt wurde. Verwendung findet die Faser z. B. als temperaturbeständiges Dämmmaterial im Ofenbau. Tabelle 8 fasst die wichtigsten mechanischen und physikalischen Eigenschaften der Saffil-Faser zusammen.

1980 wurden erstmals MMC's mit Saffil-Fasern hergestellt [SAF02]. Heute vertreibt die aus der ICI ausgelagerte Tochtergesellschaft Saffil Ltd die Fasern. Laut eigenen Angaben wurde die Weiterentwicklung der Saffil-Fasern unter folgenden Gesichtspunkten vorangetrieben [SAF02]:

- Die chemische Zusammensetzung wurde im Hinblick auf die Anwesenheit von nicht gebundenem SiO_2 optimiert, um eine Umsetzung zu Cristoballit (kubische SiO_2 -Modifikation) zu verhindern.
- Der Gehalt an Fasern mit einem Durchmesser von unter einem μm und über sechs μm wurde minimiert, um zum einen biologische Aktivität (Lungengängigkeit) zu verhindern und zum anderen die Gefahr von Hautirritationen zu reduzieren.
- Der Gehalt an nicht-Faser-Bestandteilen, dem sogenannten Shot, wurde auf ein Minimum reduziert, was sich positiv auf die Homogenität bei der Verwendung als Verstärkung bei MMC's auswirkt.

Tabelle 8: Eigenschaften der Saffil-Faser [SAF01]

Eigenschaft	
Schmelzpunkt [°C]	>2000
Zusammensetzung [%]	96-97 $\delta\text{Al}_2\text{O}_3$, 3-4 αSiO_2
Max. Anwendungstemperatur [°C]	1600
Zugfestigkeit [MPa]	2000
E-Modul [GPa]	300
Dichte [gcm^{-3}]	3,3
Mittlerer Durchmesser [μm]	3,5
Länge [μm]	200-300
Shotanteil [%]	<0,3

2.7 Fertigung der Faserpreforms

Kurzfaserpreforms, die zur Herstellung von MMC's verwendet werden, haben im allgemeinen Porositäten von etwa 70-90 %. Die Benetzung der keramischen Fasern mit Metallschmelzen ist eher schlecht. Daher werden, wie beim Squeeze Casting, hohe Drücke aufgebracht, um die mangelnde Benetzung zu kompensieren. Da die Herstellung des Verbundwerkstoffs auf

schmelzmetallurgischem Wege bei hohen Temperaturen mit einer überhitzten Schmelze und hohen Drücken geschieht, müssen die Faserpreforms eine hohe Stabilität aufweisen. Dies wird durch die Verwendung anorganischer Binder sichergestellt, die die Fasern zusammenhalten und dadurch eine ausreichende Stabilität beim Infiltrationsvorgang gewährleisten. Der Anteil an ebenfalls vorhandenem *organischem* Binder darf allerdings auch nicht zu hoch sein, da dieser nicht als spröde Phase nach Reaktion mit der Matrix im Verbundwerkstoff die Eigenschaften verschlechtern soll.

Der Fertigungsablauf der Kurzfaserverpreforms beginnt mit dem Waschen der Fasern, wodurch eventuell vorhandene Reste an Shot entfernt werden. Nach dem Trocknen werden die Fasern in Wasser dispergiert. Nach Zugabe des anorganischen Binders und einer Beimengung von Stärke (organischer Binder) wird das Gemenge geflockt. Bei diesem Prozess wird durch eine Ladungsverschiebung an den Fasern und anorganischen Binderanteilen eine Anziehung erreicht, die zur Absetzung des Binders auf den Fasern führt. Der Faserdispersion wird in einem kombinierten Vakuum-Saug-Prozess das Wasser entzogen und der verbleibende feste Anteil in Form gebracht. Dies geschieht in einer Form, durch deren Siebboden das Wasser abgesaugt wird [HEG01, KRÜ01].

Bedingt durch den Herstellungsprozess weist die Kurzfaserverpreform eine planar isotrope Verteilung der Fasern auf. Nach Verpressen und Trocknung erfolgt der Brand der Preforms bei etwa 1000 °C. Hierbei verflüchtigt sich der organische Binder und der anorganische wird vom amorphen in den kristallinen Zustand überführt. Der fertige Block kann in die gewünschten Größen zersägt werden.

2.8 Die Herstellung des Werkstoffs mittels Squeeze Casting

Die Herstellung der Verbundwerkstoffe erfolgte bei der EMPA (Eidgenössische Materialprüfungsanstalt) in Thun in der Schweiz. Der Verbundwerkstoff wurde mit dem direkten Squeeze Casting-Verfahren hergestellt [KAI02, KAI03, DEG01, CHA01, CHA02, BÖH01]. Dieses auch als Pressgießen bezeichnete Verfahren ist das gängigste schmelzmetallurgische Verfahren zur Herstellung von Metall-Matrix Verbundwerkstoffen. Abbildung 17 zeigt die schematische Darstellung des Infiltrationsverfahrens [HOR01].

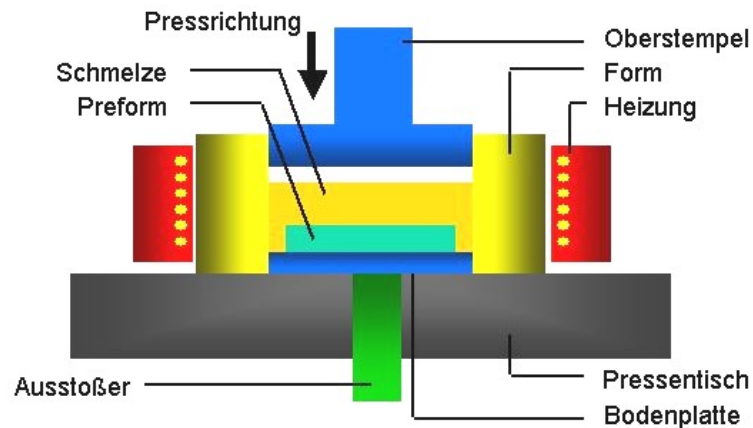


Abbildung 17: Schematische Darstellung des direkten Squeeze Casting-Verfahrens [HOR01]

Die Preform, die einen Faservolumengehalt von 20% besitzt, wurde auf 750 °C erhitzt, um organische Binderreste auszutreiben. Dieser Vorgang stabilisiert die Preform zusätzlich. Die Legierung wurde unter Schutzgas (0,7 % SF₆, 20 % CO₂, Rest: trockene Luft) aufgeschmolzen, überhitzt und nach Einlegen der Preform manuell mit einem Schöpflöffel in die Form gegossen. Die Formwand und der Stempel hatten eine Vorwärmtemperatur von 300 °C, der Formboden hatte eine Temperatur von ca. 190 °C. Geschichtet wurde mit einer Graphit-basierten Schlichte. Die Schmelze in der Form hatte eine Temperatur von 770 °C. Der Oberstempel drückte die Schmelze mit einer Pressgeschwindigkeit von 10 mm/s in die Preform und blieb unter Druck auf der Schmelze, bis diese erstarrt war. Beim Prozess des direkten Squeeze Castings wird der Infiltrationsdruck direkt über die Oberfläche der Schmelze aufgebracht. Das hat den Nachteil, dass die Schmelzmenge relativ genau abgemessen sein muss, da das fertige Teil eben genau die Größe hat, die der Schmelzmenge entspricht. Anders ist dies beim indirekten Squeeze Casting. Hier wird die Schmelze über einen Anguss geführt. Vorteil beider Verfahren ist, dass die Schmelze langsam in die Form geführt wird, was im Gegensatz zum Druckguss zu keiner turbulenten,

sondern einer laminaren Formfüllung führt und damit den Einschluss von Gasbläschen verhindert. Ein weiterer Vorteil des Squeeze Castings ist die kurze aber dennoch zur Bildung einer Grenzflächenreaktion hinreichend lange Reaktionszeit zwischen Matrix und Verstärkung. Dies ermöglicht die Verwendung relativ reaktiver Partner.

3 Untersuchungsmethoden

3.1 Metallographie

Die metallographischen Untersuchungen erfolgten an Proben im Gusszustand und nach Kriechversuchen. Nach der Einbettung erfolgte ein Schleifen mit Wasser auf Schleifpapier bis zu einer Körnung von 1200 unter einem Anpressdruck von nicht mehr als 10 N. Das Schleifen mit feinerem Schleifpapier wurde mit Ethanol durchgeführt. Anschließend wurden die eingebetteten Proben in Ethanol im Ultraschallbad gereinigt. Das Polieren im Anschluss erfolgte mit einer Diamantsuspension mit Körnungen von 3 μm und danach von 1 μm unter Zugabe von Spülmittel. Die letzte Stufe, das Feinpolieren, wurde manuell mit OPS (Oxid-Polier-Suspension mit SiO_2p) und Pril durchgeführt. Nach Reinigung im Ultraschallbad wurden die Proben mit dem Fön getrocknet.

Nach der letzten Polierstufe und dem Ultraschallbad in Ethanol wurden die Proben ca. 15 Sekunden in 10 %iger Nitallösung einer Ätzwäsche unterzogen, um Reste des Poliermittels, das im Ultraschallbad nicht entfernt werden konnte, zu beseitigen. Die darauf folgende Ätzung wurde mit einer Lösung aus

- 100 ml Ethanol
- 18 ml dest. Wasser
- 6 ml Eisessig
- 12 g Pikrinsäure 98%ig (aufgeschlemmt in 20 ml dest. Wasser)

geätzt. Die Ätzung dauert mit frischer Lösung ca. 10-15 Sekunden. Ist die Lösung bereits länger in Gebrauch, verlängert sich auch die Ätzdauer. Anschließend wird die Probe in Ethanol gespült und getrocknet. Auf diese Weise können sowohl die Legierung AE42 als auch der Verbundwerkstoff geätzt werden. Bei letzterem ist jedoch die Ätzdauer nicht genau vorhersagbar. Daher ist es notwendig, öfter unter dem Mikroskop den Fortschritt der Ätzung zu überprüfen.

3.2 Dichtemessung

Zur Dichtemessung wurde das Archimedische Prinzip benutzt, nach dem die Ermittlung der Massen in zwei verschiedenen dichten Medien zur

Berechnung der Dichte der Probe herangezogen wird. Als Messmedien dienten Luft und Ethanol (99 %ig). Mit Gleichung 48 lässt sich die Dichte ρ der Probe aus deren Masse an Luft m_{Luft} , deren Masse in Ethanol m_{Ethanol} und der Dichte des Ethanols ρ_{Ethanol} ermitteln.

$$\rho = \frac{m_{\text{Luft}}}{m_{\text{Luft}} - m_{\text{Ethanol}}} \cdot \rho_{\text{Ethanol}} \quad \text{Gleichung 48}$$

Zur Ermittlung der theoretischen Dichte der Werkstoffe, die zur Berechnung der Porosität P der Gussteile dient, wurden Elementverteilungen herangezogen, die mit Funken-OES Analysen ermittelt wurden. Durchgeführt wurde die Analyse am Leichtmetallkompetenzzentrum Ranshofen GmbH in Österreich mit einem OES Spektrometer „Spectrolab 11693/00“. Die Probe wurde fünf mal abgefunkt und der Mittelwert gebildet. Gewichtet nach ihrer Häufigkeit wurden die spezifischen Gewichte der Elemente addiert. Die Porosität der Gussstücke errechnet sich nach Gleichung 49.

$$P = 1 - \frac{\rho_{\text{Gemessen}}}{\rho_{\text{Theor.}}} \quad \text{Gleichung 49}$$

Aus Massen- und Volumenbestimmungen der Faserpreforms und der Dichte der Saffil-Fasern wird der Faservolumenanteil, und damit deren Porosität ermittelt.

3.3 Druckversuche zur Ermittlung der mechanischen Kennwerte

Um eine Abschätzung der bei den Kriechversuchen anzulegenden Spannungen zu erhalten, wurden in Druckversuchen an beiden Werkstoffen die 0,2%-Stauchgrenze $\sigma_{dF0,2}$ und die Druckfestigkeit σ_{dB} ermittelt. Die Versuche wurden an einer Zug- und Druckprüfmaschine „Schenk-Trebel RM 100“ durchgeführt, die bis zu einer Maximallast von 100 kN arbeitet und nach der Vier-Säulen-Bauweise konstruiert ist. Bei einer Dehngeschwindigkeit von 0,5 mm/min wurden Proben mit einem Durchmesser von $\varnothing = 10$ mm und einer Ausgangslänge von $l_0 = 15$ mm bis zum Versagen komprimiert. Die Prüfmaschine ist mit einem Ofen der Firma ATS ausgestattet, der bis 400 °C einsatzfähig ist. Die Temperatur wird mit zwei Thermoelementen direkt an der Probe gemessen.

3.4 Rasterelektronenmikroskopie

Für die Untersuchungen unter dem Rasterelektronenmikroskop wird ein ZEISS DSM 962 Rasterelektronenmikroskop (REM) verwendet, welches mit einer Beschleunigungsspannung von 15 kV arbeitet. Das Rasterelektronenmikroskop ist mit einem EDX-System (energy dispersive spectroscopy) ausgestattet, mit dem Elementanalysen durchgeführt werden können. Der Abstand zwischen Proben und Elektronenemitter beträgt 25 mm und es wurden Aufnahmen im „back-scattered-electron“- Modus (BSE) und im „secondary-electron“ Modus (SE) durchgeführt. Die Aufnahmen haben eine 5000fache Vergrößerung.

3.5 Transmissionselektronenmikroskopie

Zur Untersuchung der Wechselwirkung von Versetzungen mit Ausscheidungen und Verstärkungsphasen wurden die Proben zunächst mechanisch auf eine Dicke von etwa 70 µm poliert. Durch Elektropolieren erfolgte eine weitere Ausdünnung mit einer Lösung von 5 %er HClO₄ und 95 %em Ethanol bei – 30 °C unter einer Spannung von 40 V. Die Temperatur wurde durch Kühlung mit flüssigem Stickstoff erreicht. Die Proben wurden nach diesem Vorgang mehrfach mit Ethanol gespült, um Reste des Elektrolyten zu entfernen. Die Untersuchungen erfolgten in Risø, Dänemark an einem Transmissionselektronenmikroskop JEOL 2000, das mit einem EDX-System ausgestattet ist und mit einer Beschleunigungsspannung von 200 kV arbeitet.

3.6 Differenz-Thermo-Analyse (DTA)

Die Differenz-Thermo-Analyse dient der Untersuchung des Wärmeumsatzes bei physikalischen Zustandsänderungen (Phasenänderung, Kristallisation, Schmelzen) oder bei chemischen Reaktionen (Entgasen, RedOx-Reaktionen). Dabei wird die Temperaturdifferenz zwischen der Probe und einem Referenzmaterial während eines kontrollierten Temperaturprogramms gemessen. Diese Analyse wurde mit beiden Werkstoffen durchgeführt. Dabei wurde untersucht, ob während eines Aufheizens des verstärkten Werkstoffs zusätzlich endo- oder exotherme Reaktionen ablaufen. Die Proben wurden einem Aufheizvorgang von Raumtemperatur bis 350 °C mit einer Aufheizrate von 10 K/min ausgesetzt. Das Probengewicht lag jeweils

bei 110 mg. Um Reaktionen mit der umgebenden Atmosphäre zu unterdrücken, wurden Proben und Tiegel in einer sauerstofffreien Zelle unter Schutzgas in die TGA/SDTA 851e der Firma Mettler-Toledo eingeführt. Nach mehrfachem Evakuieren bis zu einem Druck von 0,001 bar wird unter Argonatmosphäre gemessen. Die Atmosphäre besteht aus Argon hoher Reinheit, welches mittels einer sauerstoff- und wasserabsorbierenden Vorrichtung (Oxisorbpatrone) nochmals nachgereinigt wurde.

3.7 Kriechversuche

Die Durchführung der Kriechexperimente erfolgt in uniaxialen Tests bei konstanter Temperatur und konstanten Spannungen in Zug- und im Druckversuch. Im allgemeinen werden Kriechuntersuchungen an metallischen Werkstoffen im Zugversuch durchgeführt, während der Druckkriechversuch eher für spröde, keramische Werkstoffe gedacht ist. Ein Grund dafür ist die Tatsache, dass sich Risse, die senkrecht zur Belastung auftreten, im Druckversuch nicht ausbreiten, was beim Zugversuch der Fall wäre und zum sofortigen Versagen führte. Darüber hinaus spielen Fehler im Gefüge beim Druckversuch keine so große Rolle wie beim Zugversuch, da sie nicht rissauslösend wirken. Ein weiterer Unterschied zwischen beiden Arten von Kriechtests unter gleichen Bedingungen ist das Ausbleiben von Einschnürungen im Druckversuch, wie sie beim Zugversuch häufig dem Versagen vorhergehen.

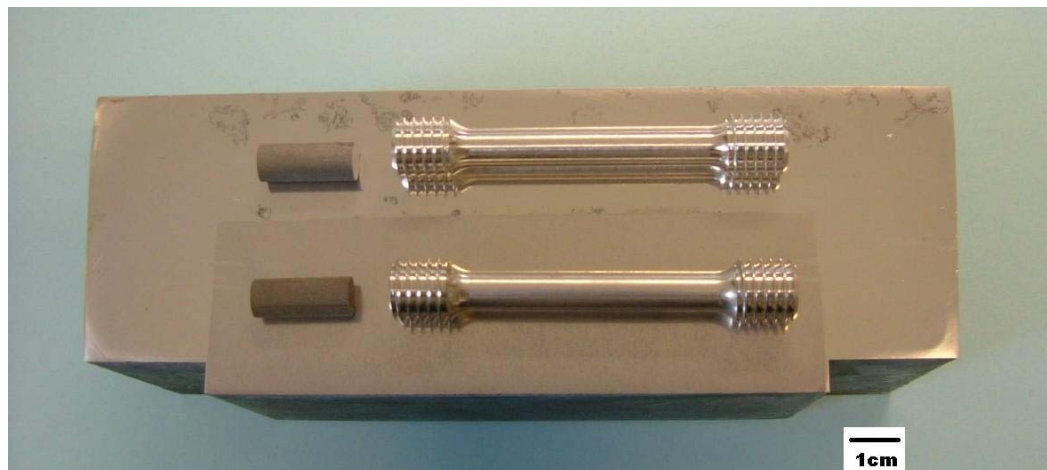


Abbildung 18: Lage der Proben im Werkstück

Aus den Squeeze Cast-Platten wurden die Druckkriechproben durch Funkenerodieren herausgearbeitet. Die Zugkriechproben wurden aus erodierten Zylindern gedreht. Abbildung 18 zeigt die Lage und Orientierung der Proben in den Squeeze Cast-Platten.

Für die Druckkriechversuche wurden zylindrische Proben mit einem Durchmesser von $\varnothing = 6$ mm und einer Höhe von $l_0 = 15$ mm verwendet. Die Zugkriechproben haben im Messbereich ebenfalls einen Durchmesser von $\varnothing = 6$ mm. Die Messlänge beträgt $l_0 = 30$ mm. Die Aufnahme der Proben in der Maschine erfolgt mit Hilfe von M10-Gewinden an deren Enden. Tabelle 9 fasst die Messparameter der durchgeführten Kriechversuche zusammen.

Tabelle 9: Messparameter der durchgeführten Kriechversuche

	150°C	175°C	200°C	240°C	270°C	300°C
40 MPa		□	□△	□△▲		▲
50 MPa		△	△▲	△▲	▲	▲
60 MPa	□△	□△	□△■▲	□△■▲	■▲	■▲
70 MPa	△	□△	△			■▲
80 MPa	□△	□△▲	□△■▲	□■▲	■▲	■▲
100 MPa	□△	□■▲	□■▲	□■▲	■▲	■
120 MPa	□	□■▲	□■▲	■▲	■	■
140 MPa		■▲	■	■	■	■

Legende: □: Druckkriechen AE42, ■: Druckkriechen AE42+Saffil
 △: Zugkriechen AE42, ▲: Zugkriechen AE42+Saffil

Alle Kriechversuche wurden mit Kriechmaschinen der Firma ATS Applied Test Systems Inc. durchgeführt. Diese Geräte erlauben durch ihre Steuersoftware WINCCS2 eine Vielzahl von Varianten bezüglich der Durchführung der Versuche.

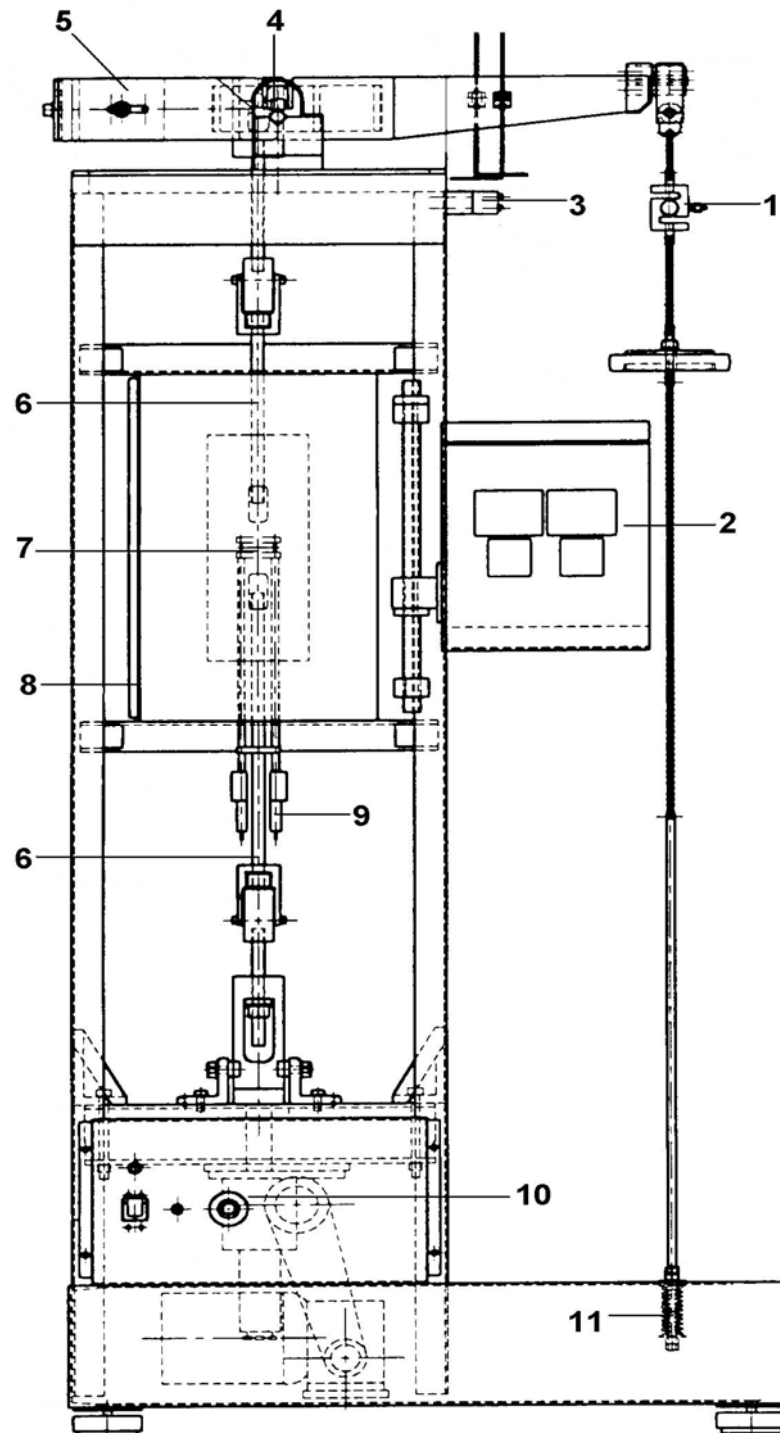


Abbildung 19: Schematische Darstellung einer Kriechmaschine

Es können Kriechversuche unter konstanter Last oder unter konstanter Dehnung im Zug- und Druckversuch, Relaxationsversuche oder auch „Stress to rupture“-Tests durchgeführt werden. Abbildung 19 zeigt die Skizze einer Kriechmaschine. Die Aufbringung der Last erfolgt mit Hilfe eines Motors (10), der über die Zuggestänge (6) die Probe (7) im Ofen (8) belastet. Die Schneiden an der Zugprobe sind mittels Übertragungsstäben mit den außerhalb des Ofens gelegenen Extensometern (9) verbunden. Das Zuggestänge ist oben am Hebelarm (5) befestigt und lässt diesen auf der Schneide (4) mit einem Hebelverhältnis von 1:10 ziehen. An der anderen Seite des Arms befindet sich ein Gestänge, das wiederum unten mit einer Feder (11) befestigt ist. Innerhalb dieses Gestänges ist eine Kraftmessdose (1) eingelassen, die über die Steuerungseinheit (2) die Zugkraft regelt. Reißt die Zugprobe, betätigt eine Notaus-Lichtschanke (3) die Abschaltung des Systems.

Da der Motor der Kriechmaschine ausschließlich Zugkraft an das Gestänge anlegt, wird für die Druckversuche eine Umlenkvorrichtung benötigt. Abbildung 20 zeigt die beiden Probenaufnehmer. Links ist die Zugprobe oben und unten in die Probeneinspannungen mit M10-Gewinde eingeschraubt. Die Probe wird in der Messlänge von Schneiden umfasst, und die Dehnung wird von den Übertragungsstäben auf die Extensometer übertragen. Die Umlenkvorrichtung für die Druckversuche ist rechts zu sehen. Die obere Messplatte ist durch Stangen, die durch die untere führen, mit dem unteren Zuggestänge verbunden und umgekehrt. Die zylindrische Probe wird komprimiert. Die Messwerverfassung erfolgt wiederum durch ein Messgestänge, das das außerhalb des Ofens befestigte Extensometer auslenkt.

Blum et al. untersuchten die Druckkriecheigenschaften unterschiedlicher Magnesiumlegierungen und stellten dabei fest, dass die Reibung zwischen Probe und Platte an den Zylinderenden zu vernachlässigen sei [BLU04]. Daher fanden die Druckkriechversuche dieser Untersuchung ohne zusätzliche Schmierstoffe statt.

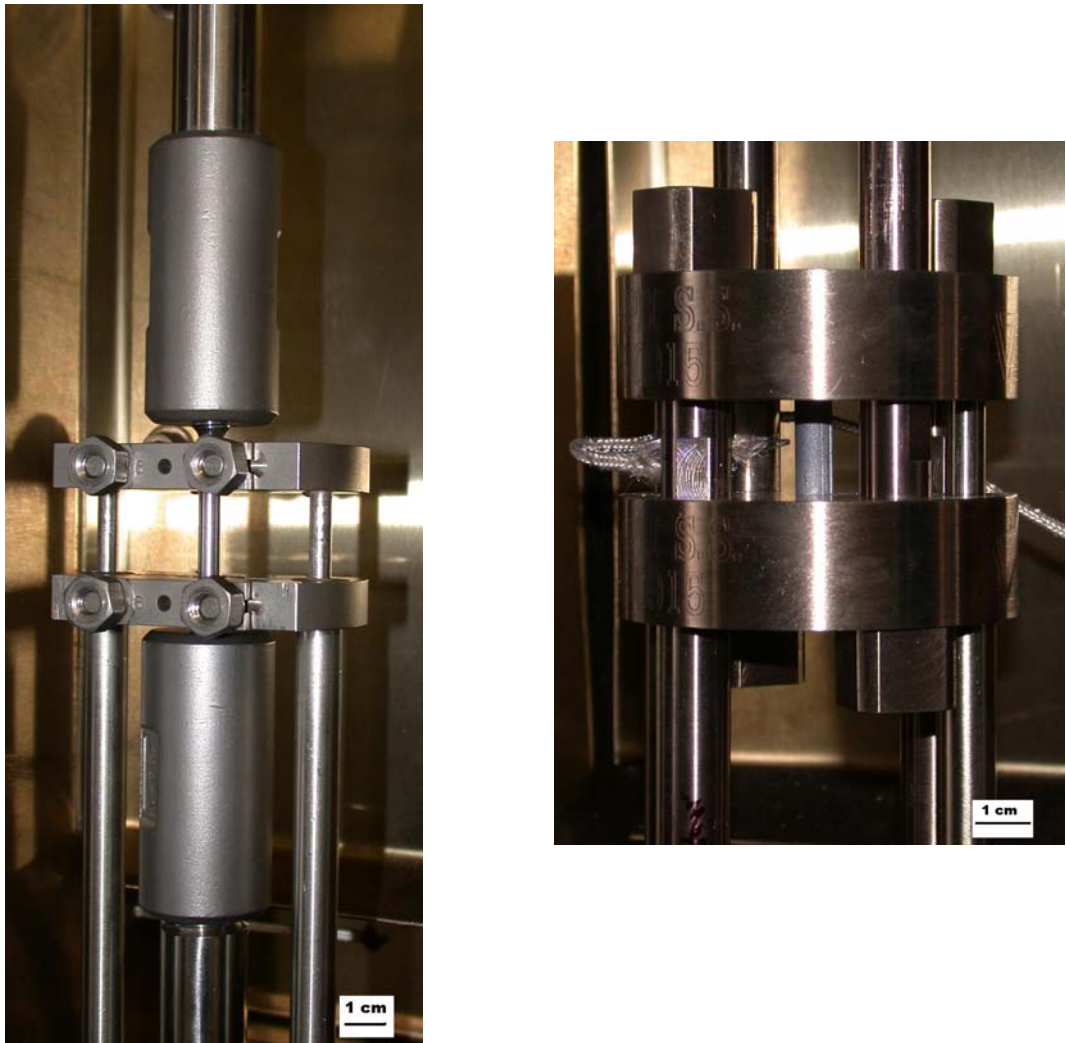


Abbildung 20: Probenaufnehmer für den Zugkriechversuch (links) und Umlenkvorrichtung für den Druckkriechversuch (rechts)

Die eingebauten Heizöfen der Firma ATS, die Temperaturen bis 600 °C erlauben, werden über die Steuereinheit geregelt. Bei Aufheizraten von 100 °C/h und nach einer Sättigungszeit von einer halben Stunde, bei der die gewünschte Temperatur ± 3 °C eingehalten werden muss, startet der Versuch automatisch. Drei Ni-CrNi Thermoelemente (Typ K), davon zwei direkt an der Probe, überwachen die Temperaturkonstanz.

Die Kraftmessdosen von Sensotec Model 82 arbeiten temperaturkompensiert und haben eine Höchstlast von 286 kg. Die Messgenauigkeit liegt bei 40 g. Die Steuerung des Zugmotors geschieht nach Eingabe des Probendurchmessers und daraus berechneter Last pro Querschnittsfläche. Während des Versuchs wird die angelegte Spannung

jederzeit aus der bereits erfolgten Verformung der Probe berechnet.

Die Messung der Dehnung (Kompression) der Proben erfolgt über ein Übertragungsgestänge zu außerhalb des Ofens gelegenen Wegaufnehmern. Beim Zugkriechversuch wird mit zwei Extensometern und beim Druckkriechversuch mit einem gemessen. Es handelt sich dabei um kapazitive Wegaufnehmer, die eine Ausgangsspannung von -10 bis $+10$ mV für eine Weglänge von 2,54 mm liefern. Bei einer Auflösung von 0,01 mV entspricht das $1,27 \mu\text{m}/\text{Digit}$.

4 Ergebnisse

4.1 Dichtemessung

Zum Zweck der Ermittlung der Zusammensetzung der Legierung AE42 wurde eine Funkenspektralanalyse durchgeführt, deren Ergebnis in Tabelle 10 zusammengefasst ist. In der Literatur findet sich ein Wert für die Dichte der Legierung AE42 von $\rho_{AE42} = 1,79 \text{ g/cm}^3$ [MER01].

Tabelle 10: Zusammensetzung der Legierung AE42 in Gew.-%

Element	Al	Zn	Mn	Ni	Si	Be	Ce	La	Nd	Pr	Th	Mg
Gew.-%	3,9	<0,01	0,3	0,001	0,01	0,001	1,2	0,6	0,4	0,1	0,2	Rest

Die Messungen der Dichten der Legierung AE42 und des mit 20 Vol.-% verstärkten Verbundwerkstoffs mit einer Waage erfolgte nach dem Archimedischen Prinzip, das besagt, dass der hydrostatische Auftrieb eines in eine Flüssigkeit eingetauchten Körpers gleich dem Gewicht der verdrängten Flüssigkeit ist. Die Wirkung des Auftriebs geht durch den Schwerpunkt des verdrängten Volumens und es gilt Gleichung 50:

$$F_A = \rho \cdot g \cdot V \quad \text{Gleichung 50}$$

F_A ist die Auftriebskraft, ρ die Dichte der Flüssigkeit, g die Schwerebeschleunigung und V das verdrängte Volumen. Für die Legierung wurde eine Dichte von $\rho_{AE42} = 1,8021 \text{ g/cm}^3$ und für den Verbundwerkstoff eine Dichte von $\rho_{AE42+20\%Saffil} = 2,1463 \text{ g/cm}^3$ gemessen. In beiden Fällen sind die Mittelwerte aus zehn Messungen errechnet. Die Porosität der Legierung AE42 errechnet sich somit gemäß Gleichung 49 als $P = 0,164 \%$.

Zur Berechnung des Faservolumengehalts der Kurzfaserpreforms (nominal 20 %) wurden fünf dieser Preforms vermessen und gewogen. Aus den ermittelten Werten lässt sich die theoretische Dichte jeder porösen Preform berechnen. Mit der bekannten Dichte der Saffilfasern von $3,3 \text{ g/cm}^3$ ergibt sich ein mittlerer Faservolumengehalt von 21,23 %. In Tabelle 11 sind die ermittelten Werte dieser Berechnung wiedergegeben. Der mittlere Faservolumengehalt von 21,23 %

entspricht dem nach dem Brennen der Preforms Gehalt an Fasern zuzüglich einem Bindergehalt, der wegen der Verwendung von aluminiumhaltigem Binder eine vergleichbare Dichte hat.

Tabelle 11: Ermittlung des Faservolumengehalts in den Preforms

Nr.	Volumen [cm ³]	Gewicht [g]	Theoret. Dichte [g/cm ³]	Faservolumengehalt [%]
1	227,25	159,5	0,702	21,27
2	230,09	160,9	0,699	21,18
3	227,64	159,9	0,702	21,27
4	228,15	159,8	0,700	21,21
5	228,44	160,1	0,701	21,24
Mittelwert	228,31	160,04	0,701	21,23

Für die Dichte des Verbundwerkstoffs ρ_{MMC} gilt die Mischungsregel (Gleichung 24) unter Bezugnahme auf die Dichten der Matrix ρ_M und der Fasern ρ_F und dem Faservolumengehalt Θ_F .

$$\rho_{MMC} = \rho_F \cdot \Theta_F + \rho_M \cdot (1 - \Theta_F) \quad \text{Gleichung 51}$$

Unter der Annahme, dass der Faservolumengehalt im Verbundwerkstoff 21,23 Vol.-% beträgt und somit der Anteil an Legierung 78,77 Vol.-% abzüglich einer Porosität von 0,164 %, errechnet sich die theoretische Dichte des Verbundwerkstoffs zu $\rho_{AE42+20\%Saffil, Theo} = 2,1177 \text{ g/cm}^3$. Das ist eine Differenz zum gemessenen Wert von $\Delta\rho = 0,0286 \text{ g/cm}^3$ oder 1,33 %. Die Tatsache, dass die gemessene Dichte des Verbundwerkstoffs etwas größer ist, als die berechnete, kann auf eine leichte Kompression der Preform beim Infiltrationsprozess zurückzuführen sein. Dadurch steigt der Faseranteil pro Volumen geringfügig und die Dichte nimmt zu.

4.2 Thermoanalyse

Bei der Thermoanalyse wurden je eine verstärkte und eine unverstärkte

Werkstoffprobe im Gusszustand mit dem gleichen Temperaturprogramm aufgeheizt. Es ergeben sich Temperaturdifferenzverläufe, wie sie in Abbildung 21 unter Bezug auf die linke Ordinate dargestellt werden können. Der Verlauf der Differenz dieser beiden Kurven mit Bezug auf die rechte Ordinate lässt Rückschlüsse auf endotherme oder exotherme chemische Reaktionen zu, die während des Erhitzens thermisch aktiviert werden. Eine chemischen Umsetzung würde durch einen Peak deutlich zu erkennen sein. Dies ist hier jedoch nicht der Fall. Die Ursache dafür, dass sich die beiden Kurven nicht decken, ist die Tatsache, dass die beiden Werkstoffe unterschiedliche Wärmekapazitäten haben.

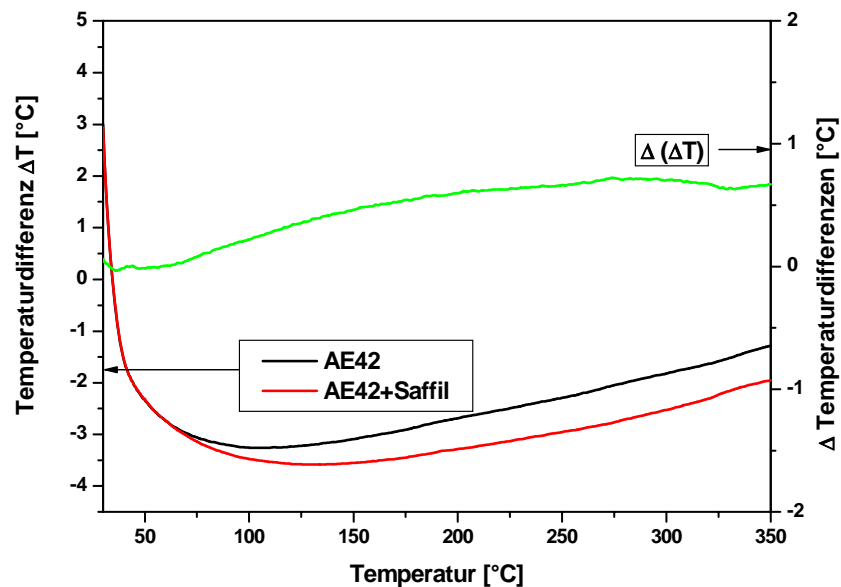


Abbildung 21: DTA-Kurven der beiden Werkstoffe und deren Differenz (ΔT)

4.3 Metallographie

Lichtoptische Aufnahmen können einen Beitrag zur Identifikation der Verformungsmechanismen leisten. Gleitbänder an der Probenoberfläche, Korngrenzengleiten und Zwillingsverformung sind auf diese Weise nachweisbar. Zunächst soll hier näher auf den Gusszustand eingegangen werden und im Anschluss daran die Mikrostruktur nach Kriechversuchen im Druck und Zug bei unterschiedlichen Versuchsparametern beschrieben werden.

4.3.1 Die Matrixlegierung AE42

Abbildung 22 zeigt einen 500fach vergrößerten Schliff der Legierung AE42

im Gusszustand. Zwei Arten von Ausscheidungen sind im Gefüge unterscheidbar. Die mit A gekennzeichneten Bereiche sind manganhaltige Ausscheidungen, die als $\text{Al}_{10}\text{RE}_2\text{Mn}_7$ identifiziert wurden. Die lamellaren Ausscheidungen sind die Al-RE-Phasen, die für die verbesserten Kriech Eigenschaften der Legierung AE42 verantwortlich sind. Das Aluminium wird gebunden und die β -Phase $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$, die für die mäßigen Kriech Eigenschaften der Druckgusslegierungen AZ91 oder AM50 verantwortlich ist, erst gar nicht ausgebildet. Nach der Verteilung der Elemente in den Al-RE-Phasen kommen drei unterschiedliche Ausscheidungszusammensetzungen in Frage: $\text{Al}_{11}\text{RE}_3$, Al_4RE und Al_2RE . Dies stimmt mit Untersuchungen überein, die Powell et al. an druckgegossenem AE42 durchgeführt haben [POW01].

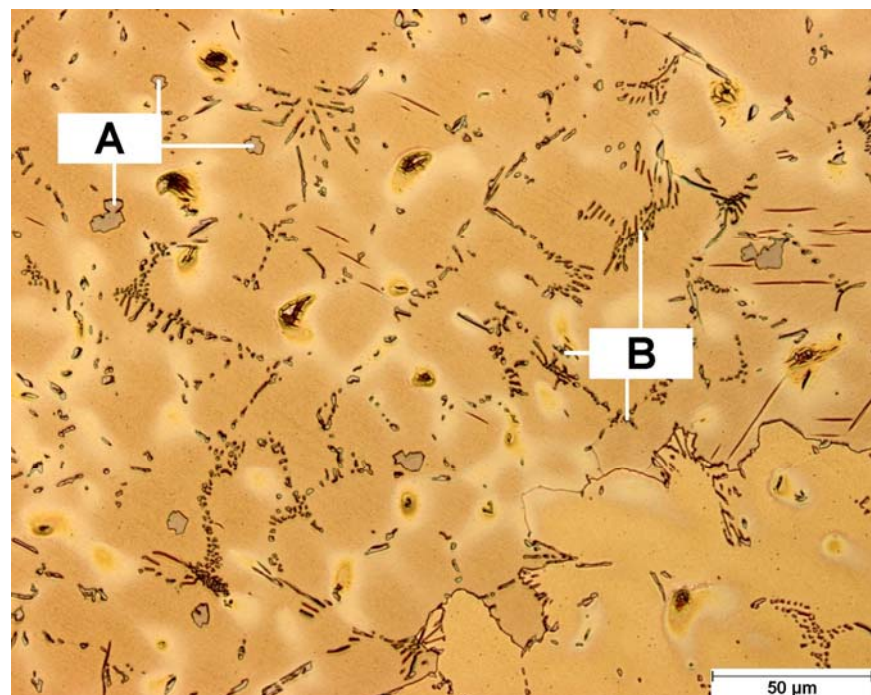


Abbildung 22: Mikrostruktur der Legierung AE42 im Gusszustand (x500)

Elementanalysen über einen Linienbereich der Legierung AE42 mit den entsprechenden relativen Häufigkeiten der Elemente sind in Abbildung 23 dargestellt. In der linken Abbildung ist die Zusammensetzung der lamellaren Al-RE-Ausscheidungen mit ihrem gegenüber der Matrix geringen Magnesiumgehalt erkennbar. In der rechten Abbildung wird die Zusammensetzung der manganreichen sphärischen $\text{Al}_{10}\text{RE}_2\text{Mn}_7$ -Ausscheidung wiedergegeben.

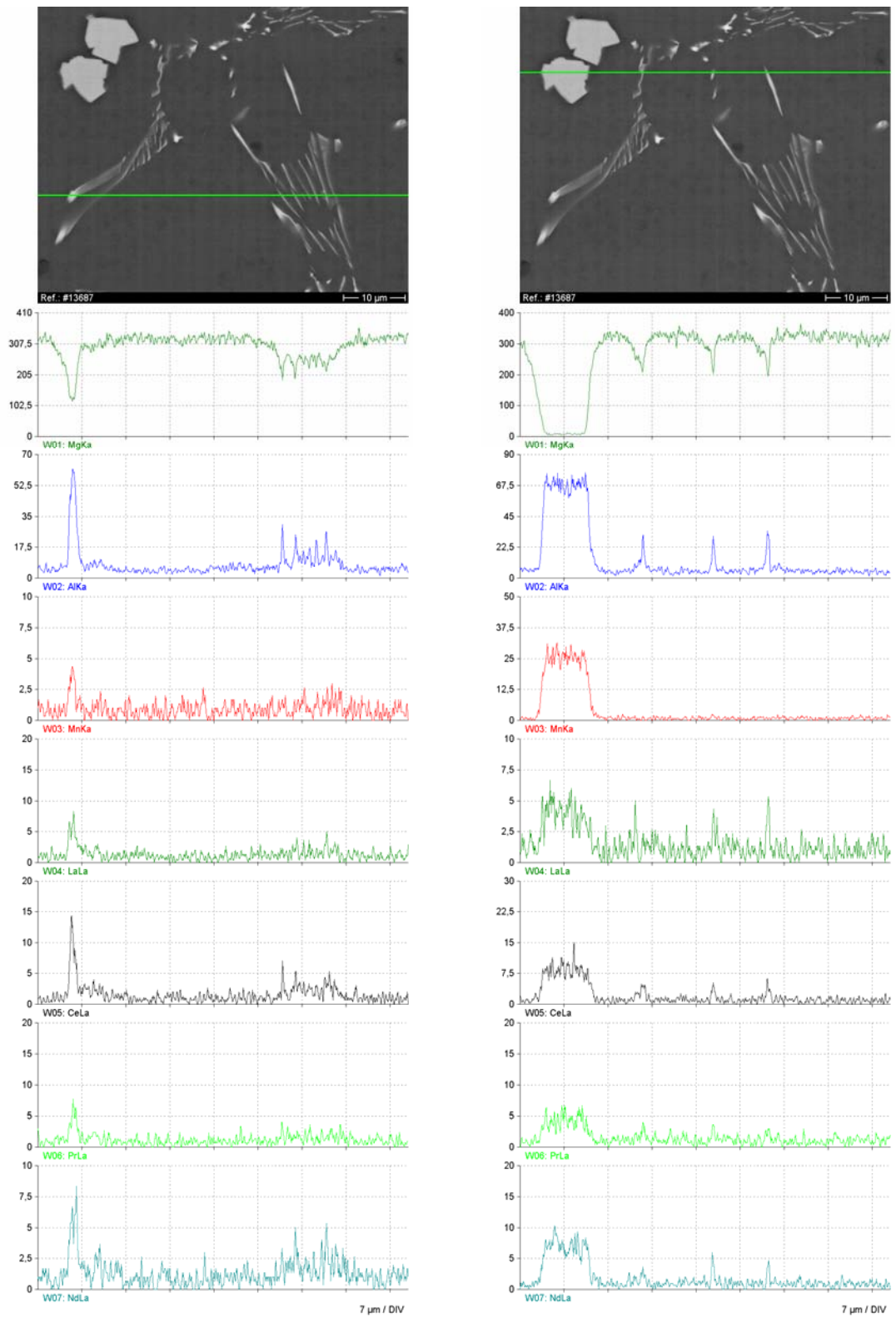


Abbildung 23: Elementanalyse über einen Linienbereich der Legierung AE42

In Abbildung 24 bis Abbildung 28 sind Mikrostrukturaufnahmen der unverstärkten

Legierung AE42 nach den Kriechversuchen dargestellt. Jeweils in der linken Abbildung ist die Struktur nach einem Druckkriechversuch gezeigt und in der rechten die nach einem Zugkriechversuch bei jeweils gleichen Temperaturen und Spannungen. Es zeigt sich, dass bei Versuchen bei 200 °C mit geringer Spannung von 40 MPa keine Zwillingsbildung auftritt (Abbildung 24). Erst bei zunehmender angelegter Kriechspannung von 60 MPa (Abbildung 25) oder 80 MPa (Abbildung 26) setzt Zwillingsverformung als Deformationsmechanismus während des Kriechens ein. Es ist zu erkennen, dass im Druckkriechversuch die Zwillingsbildung nur in einer Richtung stattfindet, während im Zugkriechversuch darüber hinaus auch eine sekundäre Zwillingsverformung aktiviert ist.

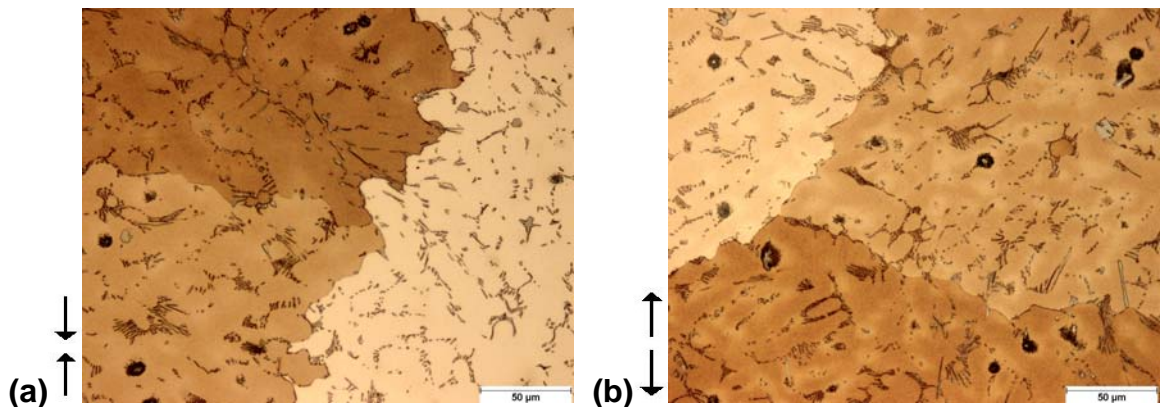


Abbildung 24: Mikrostruktur nach Kriechversuchen bei 200 °C und 40 MPa.
a: im Druckversuch und b: im Zugversuch (Pfeile kennzeichnen die Richtung)

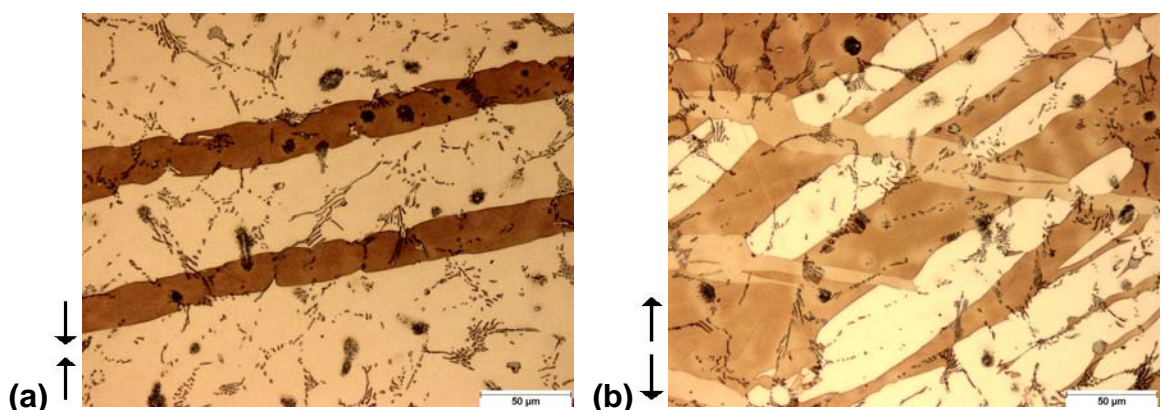


Abbildung 25: Mikrostruktur nach Kriechversuchen bei 200 °C und 60 MPa.
a: im Druckversuch und b: im Zugversuch (Pfeile kennzeichnen die Richtung)

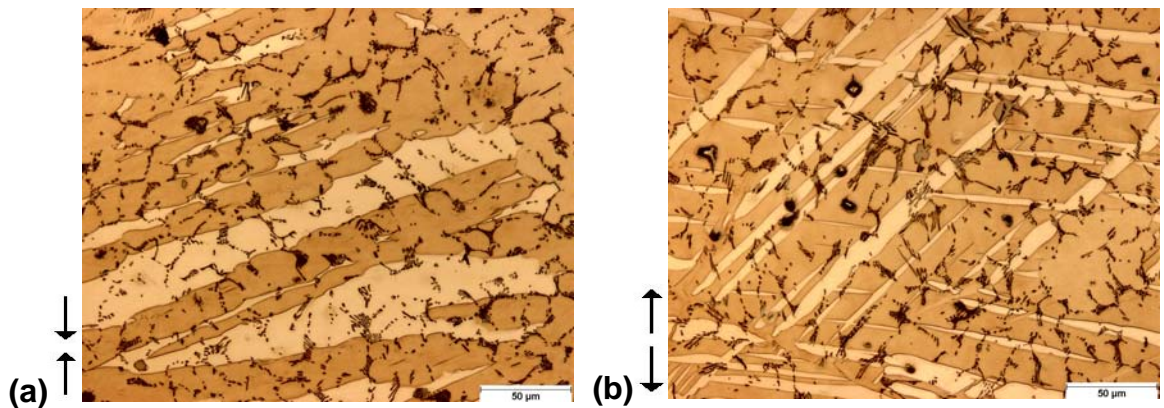


Abbildung 26: Mikrostruktur nach Kriechversuchen bei 200 °C und 80 MPa.
a: im Druckversuch und b: im Zugversuch (Pfeile kennzeichnen die Richtung)

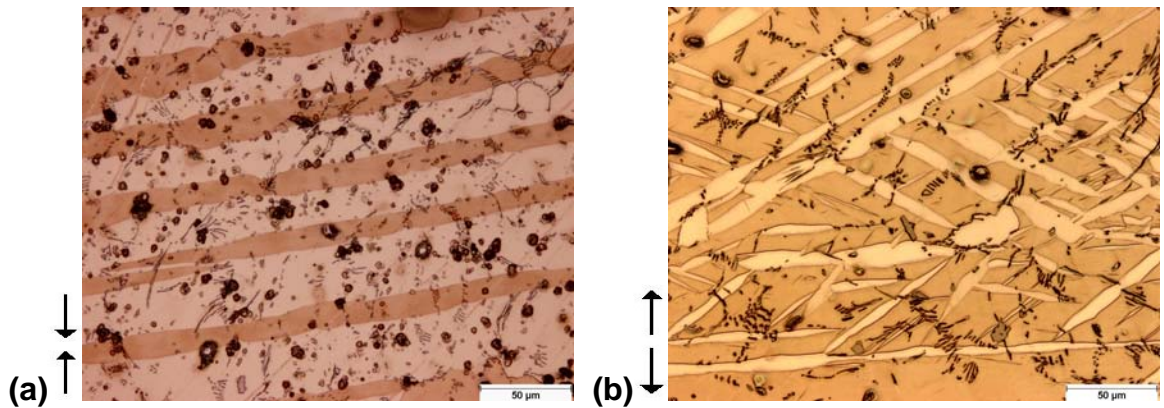


Abbildung 27: Mikrostruktur nach Kriechversuchen bei 175 °C und 80 MPa.
a: im Druckversuch und b: im Zugversuch (Pfeile kennzeichnen die Richtung)

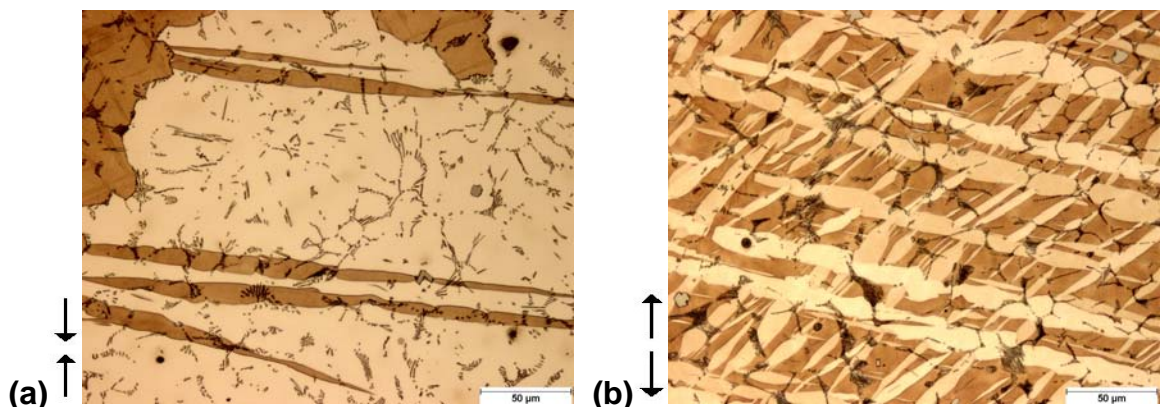


Abbildung 28: Mikrostruktur nach Kriechversuchen bei 150 °C und 80 MPa.
a: im Druckversuch und b: im Zugversuch (Pfeile kennzeichnen die Richtung)

Bei Versuchen unter konstanter Spannung von 80 MPa und dabei

abnehmender Temperatur (200 °C, 175 °C und 150 °C in Abbildung 26 bis Abbildung 28) ist insbesondere bei den Zugkriechversuchen zu erkennen, wie der absolute Anteil der Zwillinge am Gefüge mit abnehmender Temperatur zunimmt. Für die Druckkriechversuche ist dies nicht erkennbar.

4.3.2 Der Verbundwerkstoff AE42 + 20% Saffil

Aufnahmen der Mikrostruktur des Verbundwerkstoffs sind in Abbildung 29 und Abbildung 30 wiedergegeben. Die homogene Verteilung der Fasern ist deutlich sichtbar. In der Übersichtsaufnahme ist zu erkennen, dass die Korngröße mehrere hundert μm beträgt.

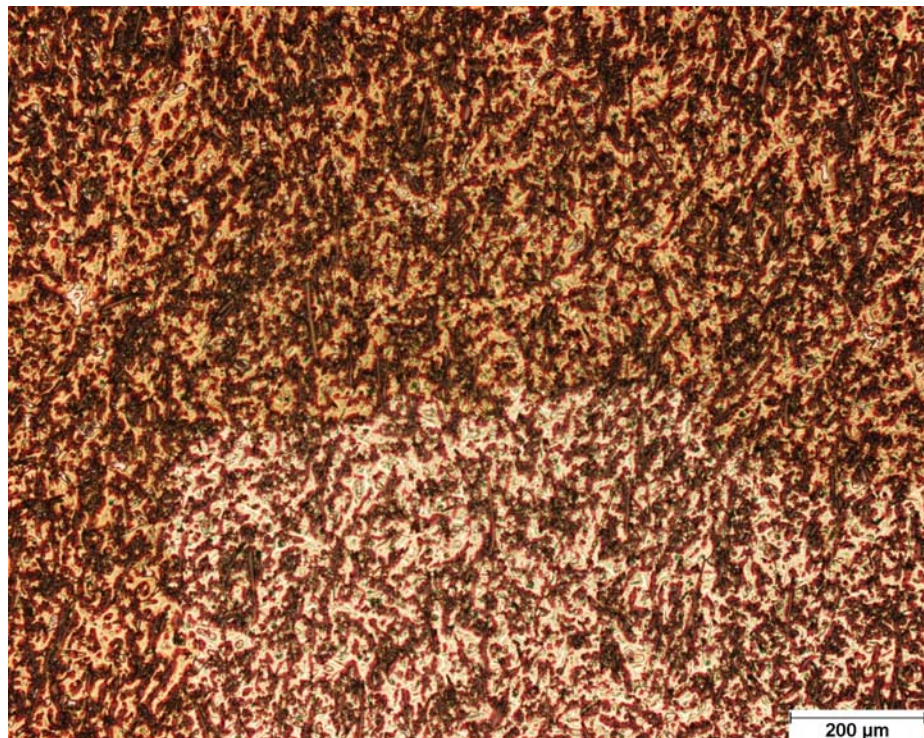


Abbildung 29: Übersichtsaufnahme des Verbundwerkstoffgefüges (x100)

Durch die Filterfunktion der Preform, die die Schmelze beim Infiltrieren durchfließt, werden feste metallische oder nichtmetallische Phasen aus der Schmelze entfernt. Diese Filterung von Kristallisationskeimen führt zu einer höheren mittleren Korngröße im Vergleich zur Matrixlegierung [KA107]. Damit ist die mittlere Korngröße im Verbundwerkstoff deutlich größer, als der mittlere Faserabstand.

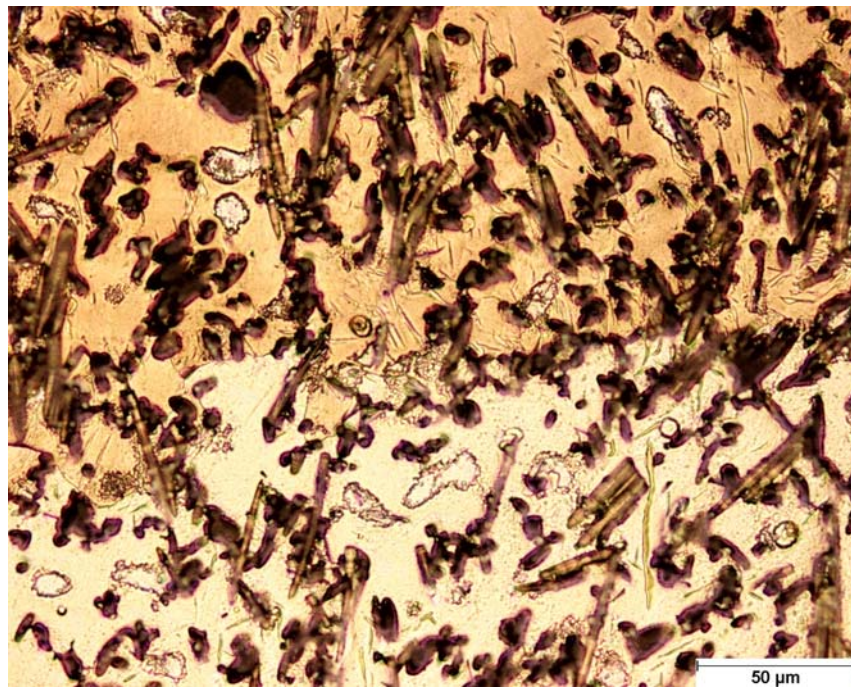


Abbildung 30: Mikrostruktur des Verbundwerkstoffs AE42+20Saffil im Gusszustand (x500)

In Abbildung 31 und Abbildung 32 sind die Gefüge von Kriechproben wiedergegeben, die bei 270 °C und 80 MPa im Druckkriechversuch und im Zugkriechversuch untersucht wurden. Signifikante Unterschiede sind nicht feststellbar. Zwillingsverformung fand offenbar nur in sehr geringem Umfang statt.

Abbildung 33 und Abbildung 34 zeigen Gefüge des Verbundwerkstoffs nach Kriechversuchen bei 300 °C unter einer Spannung von 80 MPa nach Druck- und Zugkriechen. Während es im Druckkriechversuch kaum Zwillingsverformung gegeben hat, sind nach dem Zugkriechversuch viele Zwillinge sichtbar. Wegen der eingebetteten Fasern sind die Zwillinge jedoch sehr viel kleiner, als in der unverstärkten Matrixlegierung, wo die Korngrenzen die Zwillinge begrenzen. Im Verbundwerkstoff sind es zusätzlich die Fasern, was die Verformungsrate deutlich herabsetzen dürfte. Die Elementanalyse (Abbildung 35), die über einen Linienbereich durchgeführt wurde, zeigt neben der Magnesiummatrix und den Al_2O_3 -Fasern die manganreichen $\text{Al}_{10}\text{RE}_2\text{Mn}_7$ -Ausscheidungen, die bereits in den Analysen der Matrixlegierung identifiziert wurde. Die Verteilung der Ausscheidungen innerhalb des Werkstoffs ist homogen.

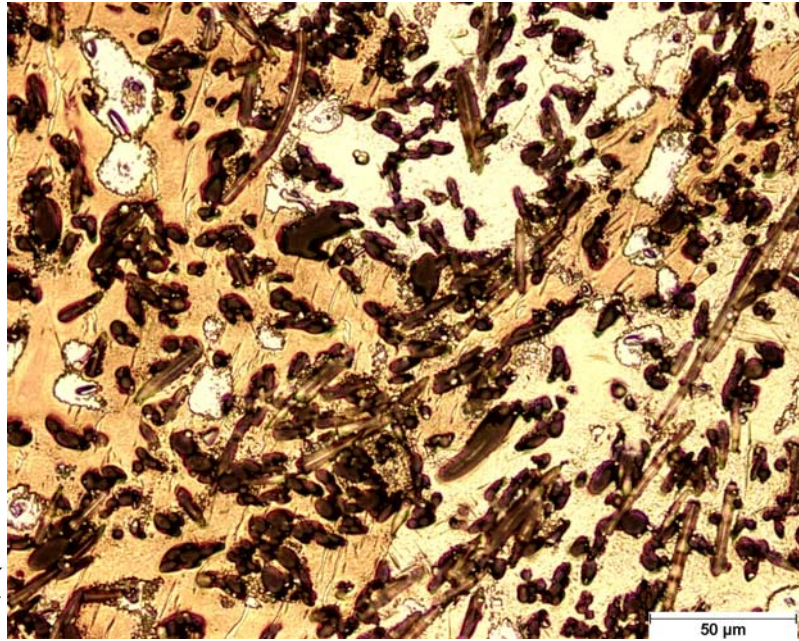


Abbildung 31: Mikrostruktur nach Kriechversuchen bei 270 °C und 80 MPa im Druckversuch (Pfeile kennzeichnen die Richtung)

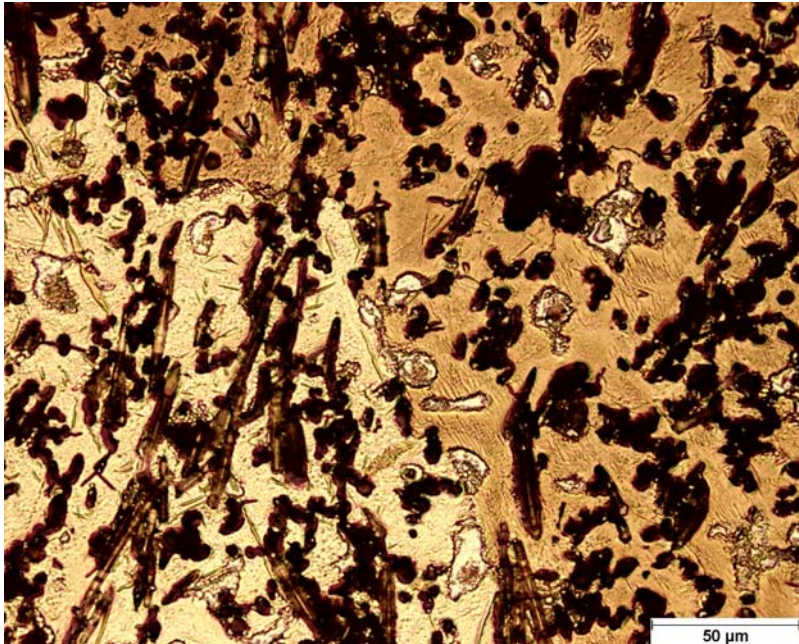


Abbildung 32: Mikrostruktur nach Kriechversuchen bei 270 °C und 80 MPa im Zugversuch (Pfeile kennzeichnen die Richtung)

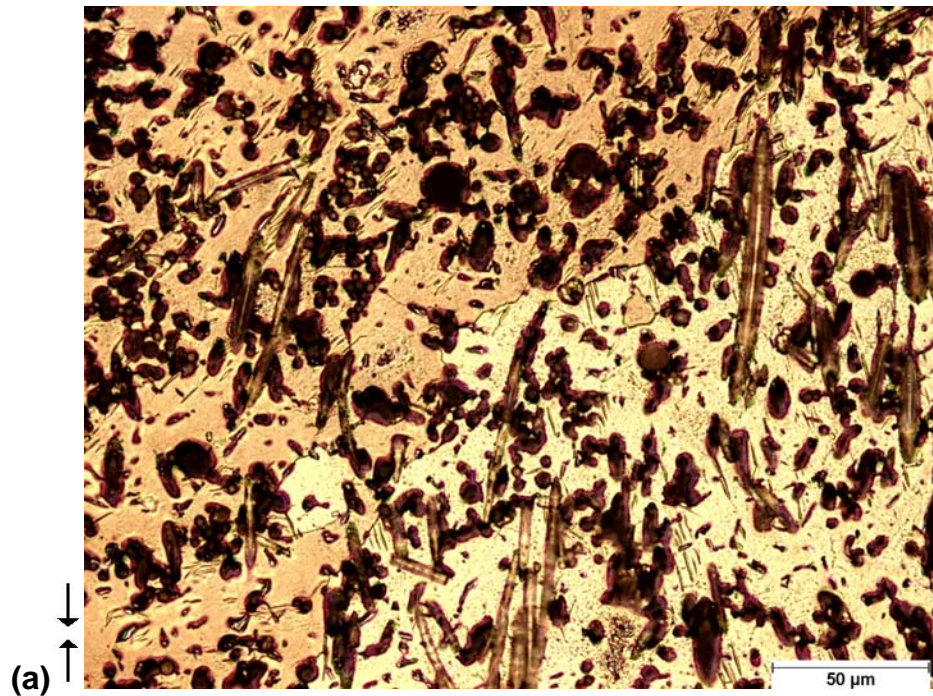


Abbildung 33: Mikrostruktur nach Kriechversuchen bei 300 °C und 80 MPa im Druckversuch (Pfeile kennzeichnen die Richtung)

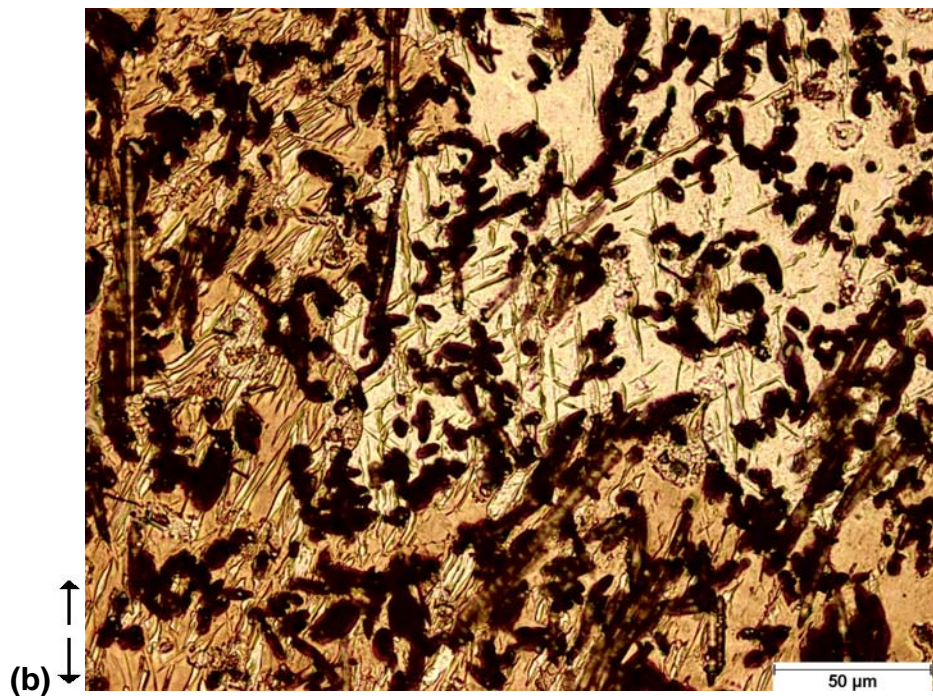


Abbildung 34: Mikrostruktur nach Kriechversuchen bei 300 °C und 80 MPa im Zugversuch (Pfeile kennzeichnen die Richtung)

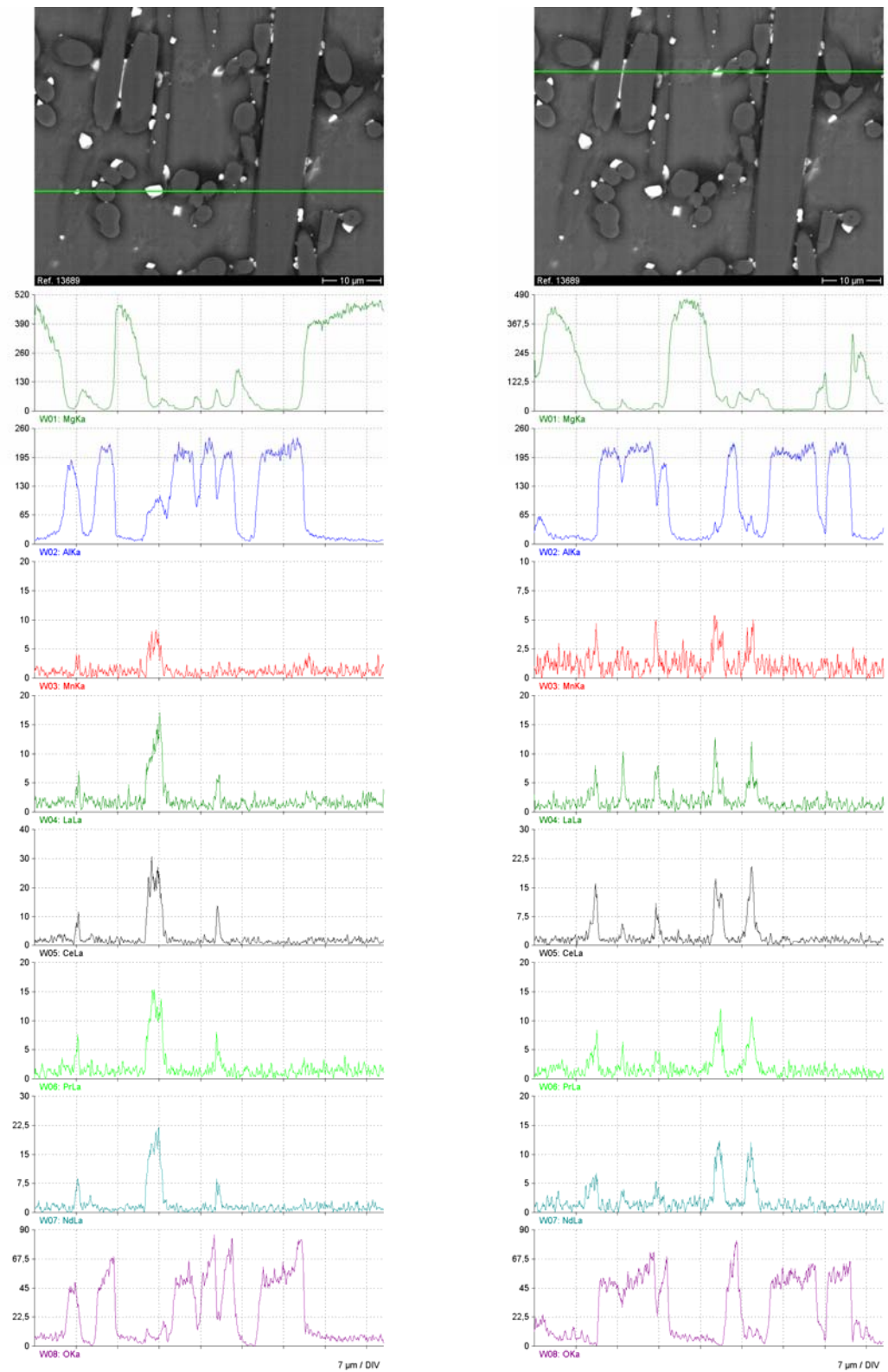


Abbildung 35: Elementanalysen über einen Linienbereich des Verbundwerkstoffs

Die Bruchfläche einer Zugkriechprobe nach dem Versagen ist in Abbildung 36 dargestellt. Die Matrix ist duktil gerissen und es kommt zu nur sehr geringem Faser-Pullout, was ein Zeichen für eine sehr gute Faser-Matrix-Haftung ist.

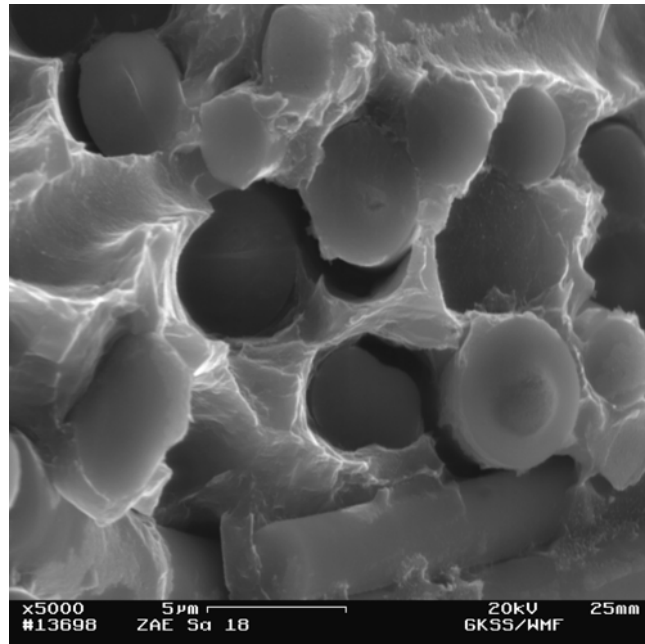


Abbildung 36: REM-Aufnahme der Bruchfläche einer Zugkriechprobe

4.4 Druckversuche

Für die Abschätzung des geeigneten Bereichs der angelegten Spannung bei den Kriechversuchen wurden die $\sigma_{dF0,2}$ - und σ_{dB} -Werte der Legierung AE42 und des Verbundwerkstoffs gemessen. Die Messungen erfolgten mit einer Verformungsgeschwindigkeit von $0,5 \text{ mm}/\text{min}$ oder $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Die Spannungs-Stauchungs-Kurven der einzelnen Versuche und die ermittelten $\sigma_{dF0,2}$ - und σ_{dB} -Werte sind im Anhang zusammengefasst. In Abbildung 37 ist eine Auftragung der gemessenen Werte als Funktion der Temperatur wiedergegeben.

Die Werte der 0,2%-Stauchgrenze des Verbundwerkstoffs liegen nur 7,1 % - 14,8 % unterhalb der Druckfestigkeit. Selbst bei 300 °C ist noch ein $\sigma_{dF0,2}$ von 168,4 MPa gemessen worden. Bei der unverstärkten Legierung AE42 liegen die 0,2%-Stauchgrenzen 53,4 % bis 64 % unterhalb der Druckfestigkeit. Die Werte dienen als Anhaltspunkt für die Festlegung der angelegten Spannung bei den

Kriechversuchen. Dabei kann die Streckgrenze durchaus überschritten werden, da nach Einsetzen der plastischen Verformung durch Anlegen der Kriechspannung der Werkstoff verfestigt und die Stauchgrenze während des Versuchs steigt. In vergleichbaren Untersuchungen der Kriecheigenschaften unterschiedlicher Magnesiumlegierungen haben Blum et al. [BLU04] mit der angelegten Kriechspannung die Stauchgrenze überschritten. In dieser Arbeit wird durch Kriechspannungen, die größer als die Stauchgrenze sind, versucht, Auswirkungen auf die Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechrate zu finden.

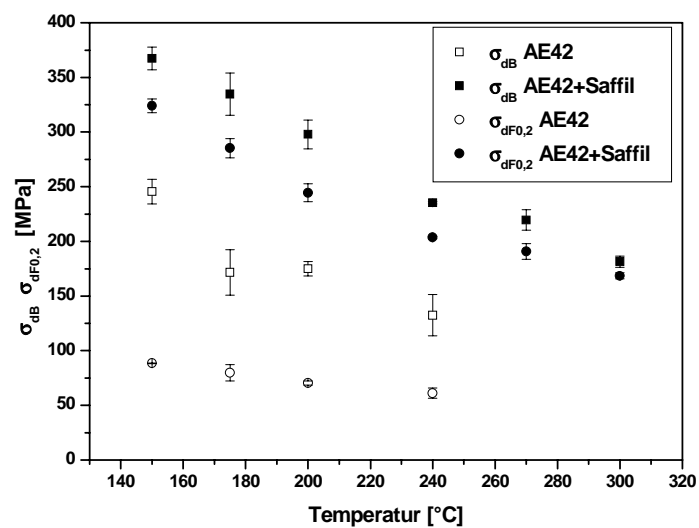


Abbildung 37: $\sigma_{dF0,2}$ - und σ_{dB} -Werte der Legierung AE42 und des Verbundwerkstoffs als Funktion der Temperatur

4.5 Kriechversuche

Für die Berechnung von Spannungsexponent und Aktivierungsenergie ist die sekundäre oder minimale Kriechrate $\dot{\epsilon}_s$ zu ermitteln. Tabellenkalkulationsprogramme, wie ORIGIN oder EXCEL, ermöglichen eine einfache Kalkulation von $\dot{\epsilon}_s$ durch Anlegen einer Gerade an die Kriechkurve im Bereich der minimalen Kriechrate. Bei geeigneter Wahl der Achsen erhält man aus der berechneten Gradengleichung direkt die Steigung. Im Anhang befinden sich für alle durchgeführten Kriechversuche die Kriechkurven und die tabellarische Auflistung der ermittelten minimalen Kriechrate. Exemplarisch zeigt Abbildung 38 links die Kriechkurve der Matrixlegierung AE42 im Zugversuch bei 200 °C und 60 MPa und rechts den Bereich der Kriechkurve, in dem die minimale Kriechrate

angesiedelt ist. In der rechten Abbildung sind die Werte für den Achsenabschnitt (hinter A) und der Steigung mit Standardabweichung (hinter B) vermerkt. Die minimale Kriechrate ist $\dot{\epsilon}_s = 1,14 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$.

Abbildung 39 zeigt links die Kriechkurve der Legierung AE42 im Druckkriechversuch bei 150 °C und 100 MPa. Rechts ist der Bereich der minimalen Kriechrate mit der ermittelten Steigung und den entsprechenden Parametern der Gradengleichung mit ihren Standardabweichungen abgebildet.

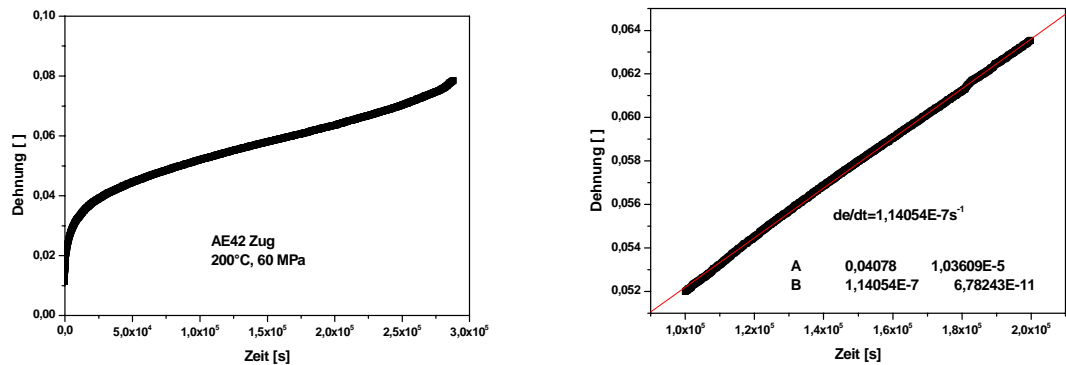


Abbildung 38: Kriechkurve der Matrixlegierung AE42 im Zugversuch bei 200 °C und 60 MPa (links) und Ausschnitt des Bereichs der minimalen Kriechrate mit ermittelter Steigung (rechts).

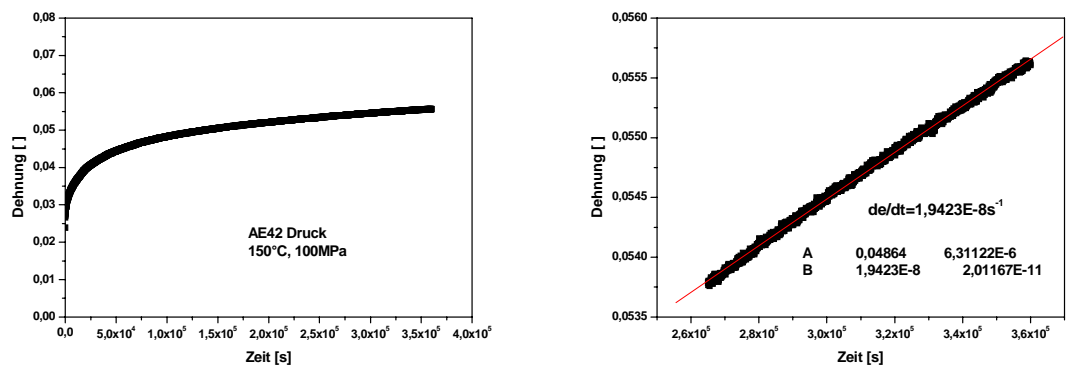


Abbildung 39: Kriechkurve der Matrixlegierung AE42 im Druckversuch bei 150 °C und 100 MPa (links) und Ausschnitt des Bereichs der minimalen Kriechrate mit ermittelter Steigung (rechts).

4.5.1 Reproduzierbarkeit der Kriechversuche

Für die statistische Genauigkeit, die für die Auswertung von Kriechexperimenten gegeben sein sollte, wäre es im Prinzip notwendig, mehrere Versuche bei gleicher Last und Temperatur durchzuführen. Dies ist jedoch für eine solche Vielzahl an Parametern und Werkstoffen, wie sie hier untersucht wurden, nicht möglich. Es wurde daher aus jedem Versuchsbereich (Druck- und Zugversuch, AE42 und AE42 + Saffil) ein Parameterpaar aus angelegter Last und Temperatur ausgewählt, mit dem vier Kriechkurven aufgenommen wurden, die für die Reproduzierbarkeit der Versuche untersucht werden soll. Nach Ermittlung der minimalen Kriechraten, die in Tabelle 12 zusammengefasst sind, wurde ein Mittelwert bestimmt, mit dem die Berechnung des Spannungsexponenten und der Aktivierungsenergie durchgeführt wurde.

Tabelle 12: Minimale Kriechraten der vergleichenden Kriechversuche

Material und Test	Minimale Kriechraten der vier Versuche				Mittelwert mit Standardabweichung
	[s ⁻¹]				
AE 42 (Druck bei 200 °C, 100 MPa)	1,55*10 ⁻⁷	2,41*10 ⁻⁷	1,33*10 ⁻⁷	1,71*10 ⁻⁷	1,75*10 ⁻⁷ ±4,04*10 ⁻⁸
AE42 (Zug bei 200 °C, 50 MPa)	2,45*10 ⁻⁹	1,29*10 ⁻⁹	8,39*10 ⁻⁹	1,01*10 ⁻⁹	3,29*10 ⁻⁹ ±3,01*10 ⁻⁹
AE42 + Saffil (Druck bei 270 °C, 100 MPa)	1,77*10 ⁻⁸	4,31*10 ⁻⁸	9,37*10 ⁻⁹	2,41*10 ⁻⁸	2,35*10 ⁻⁸ ±1,24*10 ⁻⁸
AE42 + Saffil (Zug bei 175 °C, 120 MPa)	1,11*10 ⁻⁷	8,66*10 ⁻⁸	2,31*10 ⁻⁷	1,50*10 ⁻⁸	1,11*10 ⁻⁷ ±7,77*10 ⁻⁸

Abbildung 40 zeigt die Verteilung der minimalen Kriechraten graphisch. Die Punkte zeigen die Kriechraten der vier unter jeweils gleichen Bedingungen durchgeführten Versuche für die zwei Werkstoffe im Druck- und Zugkriechversuch.

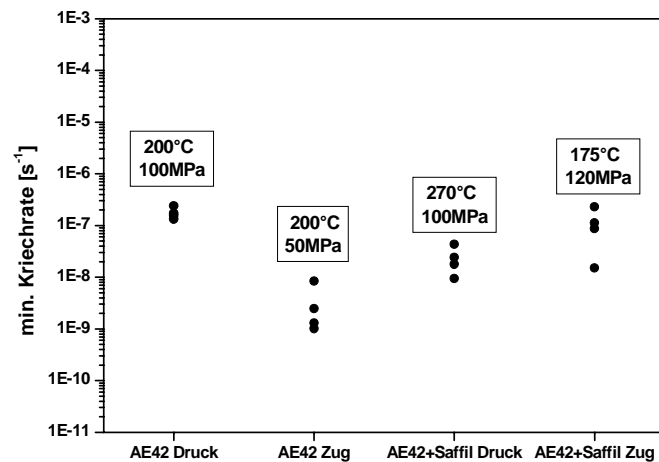


Abbildung 40: Minimale Kriechraten der je vier Tests bei gleichen Versuchsbedingungen

4.5.2 Ermittlung der Spannungsexponenten

Nach Ermittlung der minimalen Kriechraten werden diese doppeltlogarithmisch über die angelegte Spannung aufgetragen. Gemäß der Norton-Bailey-Gleichung (Gleichung 4) entspricht die Steigung der angelegten Geraden dem Spannungsexponenten. Im Folgenden werden diese Auftragungen für die unterschiedlichen Versuchstemperaturen dargestellt.

In Abbildung 41 ist die doppeltlogarithmische Auftragung der minimalen Kriechrate über die Spannung für die Ermittlung der Spannungsexponenten bei 150 °C dargestellt. Bei dieser Temperatur wurden lediglich Druck- und Zugkriechversuche an der Legierung AE42 durchgeführt, da am Verbundwerkstoff bei dieser niedrigen Temperatur im gewünschten Spannungsbereich wegen seiner hohen Kriechbeständigkeit keine auswertbaren Kriechkurven zu erhalten sind. Spannungsexponenten von $n = 21,6$ im Zugkriech- und $n = 6,3$ im Druckkriechversuch werden mit der Funktion „Fit linear“ im Programm ORIGIN ermittelt.

In Abbildung 42 ist die Grafik für die Ermittlung der Spannungsexponenten bei Versuchstemperaturen von 175 °C wiedergegeben. Für die unverstärkte Legierung AE42 ergeben sich Spannungsexponenten von 18,4 im Zugkriech- und 6,7 im Druckkriechversuch.

Aus den Versuchen am Verbundwerkstoff ergeben sich Spannungsexponenten von 8,0 im Druckkriech- und 11,0 im Zugkriechversuch. Aus der gemeinsamen Auftragung ist zu ersehen, dass sich die jeweiligen minimalen Kriechraten der Versuche mit unverstärkter Legierung und Verbundwerkstoff signifikant unterscheiden. Die Kriechraten des Verbundwerkstoffs sind stets deutlich geringer. Auffallend ist darüber hinaus, dass die beiden Geraden beim Verbundwerkstoff annähernd parallel verlaufen (ähnlicher Spannungsexponent), bei der unverstärkten Legierung jedoch ausgehend von ähnlichen Werten bei niedrigen Spannungen zu höheren Spannungen hin divergieren.

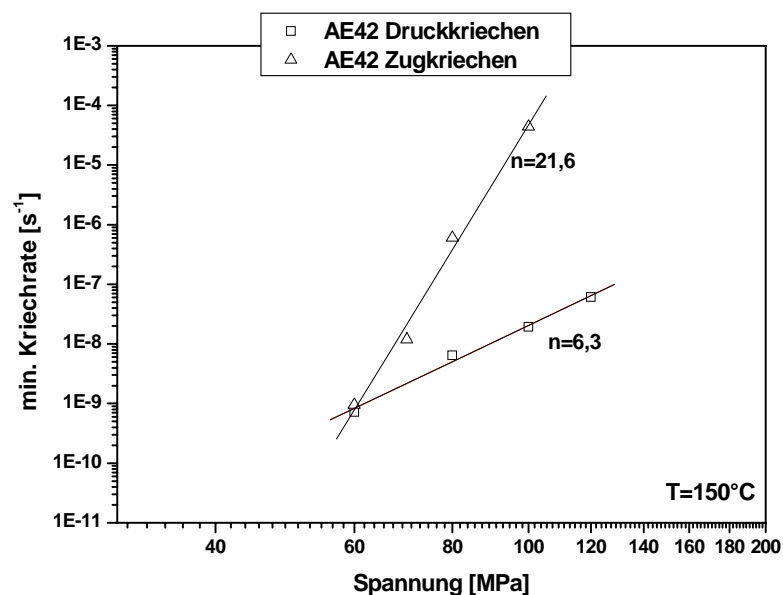


Abbildung 41: Doppeltlogarithmische Auftragung von $\dot{\epsilon}_s$ über σ bei Kriechversuchen bei 150 °C

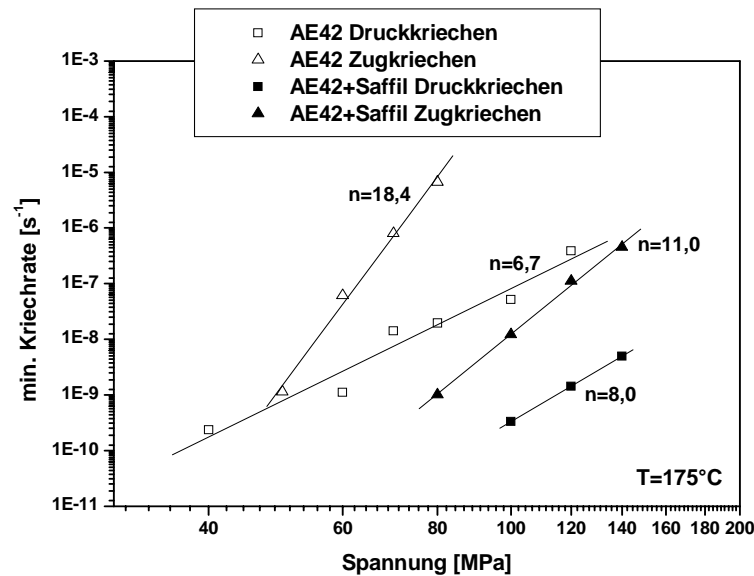


Abbildung 42: Doppeltlogarithmische Auftragung von $\dot{\epsilon}_s$ über σ bei Kriechversuchen bei 175°C

Abbildung 43 zeigt die doppeltlogarithmische Graphik von $\dot{\epsilon}_s$ über σ bei Kriechversuchen bei einer Temperatur von 200°C . Während beim Verbundwerkstoff die Geraden mit Spannungsexponenten von 5,9 im Zugkriech- und 5,1 im Druckkriechversuch wieder annähernde Parallelität aufweisen, besteht bei der unverstärkten Legierung mit Werten von 14,4 im Zugkriech- und 6,9 im Druckkriechversuch erneut eine Divergenz, die zu kleinen Spannungen hin abnimmt. Auch hier wird wiederum deutlich, dass die minimalen Kriechraten der verstärkten Werkstoffe deutlich unter denen der unverstärkten Legierung AE42 liegen und dass bei gleichen Werkstoffen $\dot{\epsilon}_s$ im Druckkriechversuch kleiner ist als im Zugkriechversuch. Ausnahme stellen nur die minimalen Kriechraten der unverstärkten Legierung bei 40 MPa dar.

In Abbildung 44 ist die doppeltlogarithmische Auftragung von $\dot{\epsilon}_s$ über σ bei 240°C dargestellt. Bei dieser für die unverstärkte Legierung relativ hohen Temperatur sind oberhalb von 60 MPa bereits keine Zugkriechversuche mehr durchführbar. Die Proben reißen sofort bei Auflegen der Last. Es ist jedoch auch mit den nur drei Messwerten im Zugkriechversuch wiederum das divergente Verhalten der angelegten Geraden ausgehend von einem Schnittpunkt im Bereich niedriger Spannungen erkennbar. Spannungsexponenten von 18,2 im Zugkriech- und 8,2 im Druckkriechversuch bringen dieses Verhalten zum Ausdruck. Ähnlich

wie bereits zuvor liegen die minimalen Kriechraten des Verbundwerkstoffs deutlich unterhalb derer der unverstärkten Legierung und die $\dot{\epsilon}_s$ -Werte im Druckkriechen unterhalb der im Zugkriechversuch ermittelten. Wiederum stellen lediglich die minimalen Kriechraten der unverstärkten Legierung bei 40 MPa im Zug- und Druckkriechversuch die einzige Ausnahme dar. Die mit 8,6 im Zugkriech- und 7,5 im Druckkriechversuch ermittelten Spannungsexponenten des Verbundwerkstoffs weisen wiederum annähernde Parallelität auf.

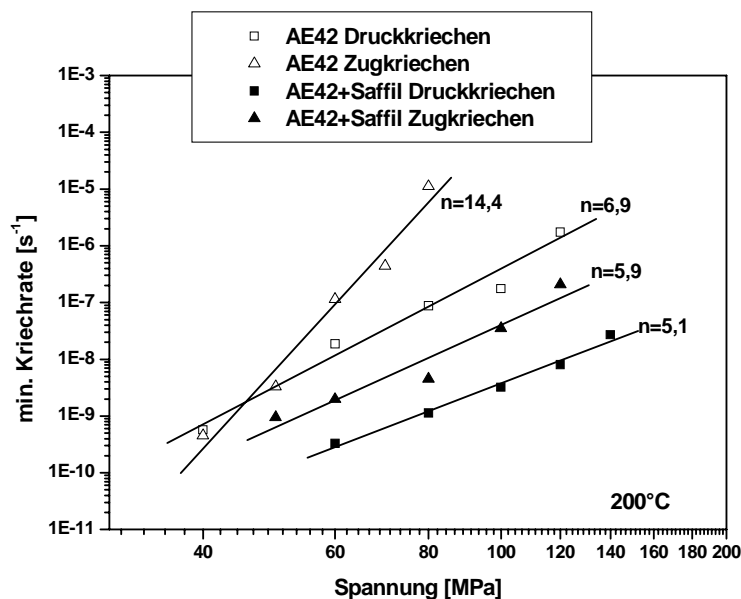


Abbildung 43: Doppeltlogarithmische Auftragung von $\dot{\epsilon}_s$ über σ bei Kriechversuchen bei 200°C

Abbildung 45 zeigt die Auftragung zur Ermittlung der Spannungsexponenten bei Versuchstemperaturen von 270°C . Kriechversuche mit der unverstärkten Legierung sind weder im Zug- noch im Druckversuch möglich, da die Proben bei Belastung sofort versagen. Auch bei 270°C zeigt sich mit Spannungsexponenten von 12,6 im Zug- und 10,6 im Druckkriechversuch wiederum beinahe eine Parallelität der angelegten Geraden. Bei dieser Temperatur sind oberhalb von 100 MPa wegen des schnellen Versagens der Proben bei Belastung keine Versuche im Zug mehr möglich.

Abschließend zeigt Abbildung 46 die Grafik zur Ermittlung der Spannungsexponenten bei 300°C . Hier sind bereits oberhalb von 80 MPa keine Zugkriechversuche mehr möglich. Auch hier liegen die minimalen Kriechraten im

Druckversuch stets unter denen im Zugversuch und eine wenn auch nicht so, wie bei niedrigeren Temperaturen übereinstimmende Parallelität ist mit Spannungsexponenten von 9,4 im Zug- und 13 im Druckversuch zu erkennen.

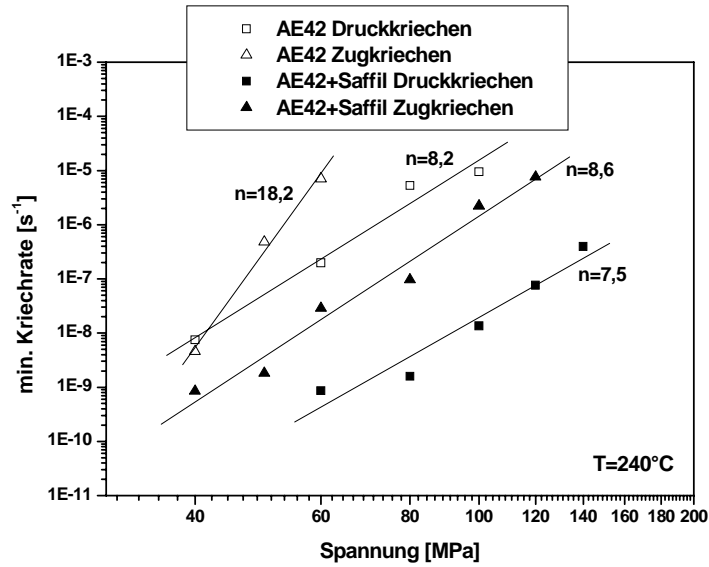


Abbildung 44: Doppeltlogarithmische Auftragung von $\dot{\epsilon}_s$ über σ bei Kriechversuchen bei 240 °C

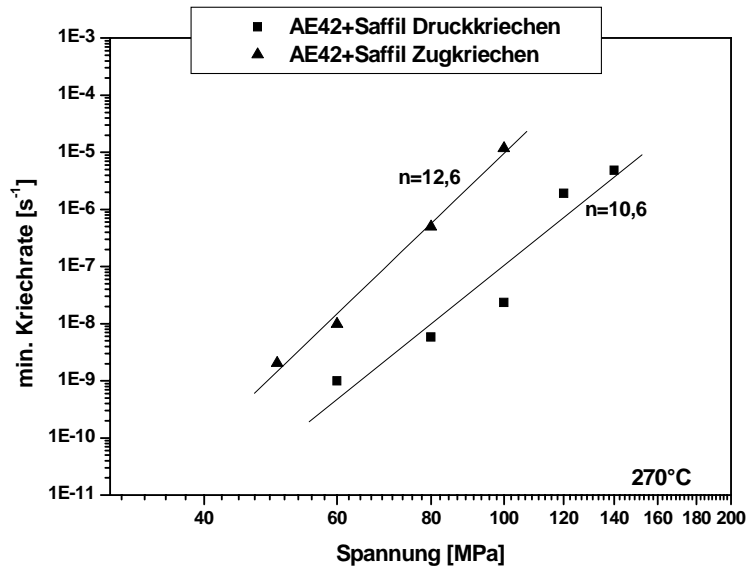


Abbildung 45: Doppeltlogarithmische Auftragung von $\dot{\epsilon}_s$ über σ bei Kriechversuchen bei 270 °C

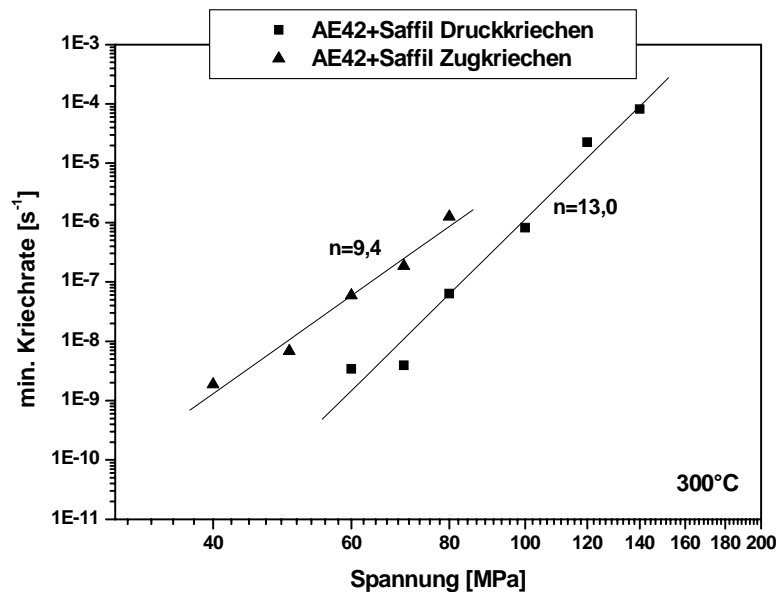


Abbildung 46: Doppeltlogarithmische Auftragung von $\dot{\epsilon}_s$ über σ bei Kriechversuchen bei 300 °C

4.5.3 Ermittlung der Aktivierungsenergien

Die Aktivierungsenergie für das Kriechen lässt sich gemäß Gleichung 7 durch Auftragung von $\ln \dot{\epsilon}_s$ über T^{-1} ermitteln. Die sich aus dieser Darstellung ergebenden Geraden haben die Steigung Q_c/R , woraus sich die Aktivierungsenergie berechnen lässt. Für die angelegten Spannungen von 60 MPa bis 140 MPa sind diese Auftragungen in Abbildung 47 bis Abbildung 51 dargestellt. Für Auftragungen bei 40 MPa reichte die Anzahl der Versuche nicht aus.

Abbildung 52 fasst die ermittelten Aktivierungsenergien als Funktion der angelegten Spannung zusammen. Es zeigt sich hier, dass die Aktivierungsenergie beim Druckkriechen der Legierung AE42 zwischen 110,2 kJ/mol und 135,1 kJ/mol liegt, was in etwa der Aktivierungsenergie der Selbstdiffusion von Magnesium von $Q_{SD} = 135\text{ kJ/mol}$ [COM01, SHE03] entspricht. Untersuchungen an Magnesium-Yttrium-Legierungen haben deutlich höhere Werte zwischen 230 und 290 kJ/mol ergeben [SUZ01]. Dies wird mit einem Übergang von basalem Gleiten auf nichtbasale Verformungsmechanismen bei höheren Temperaturen zurückgeführt.

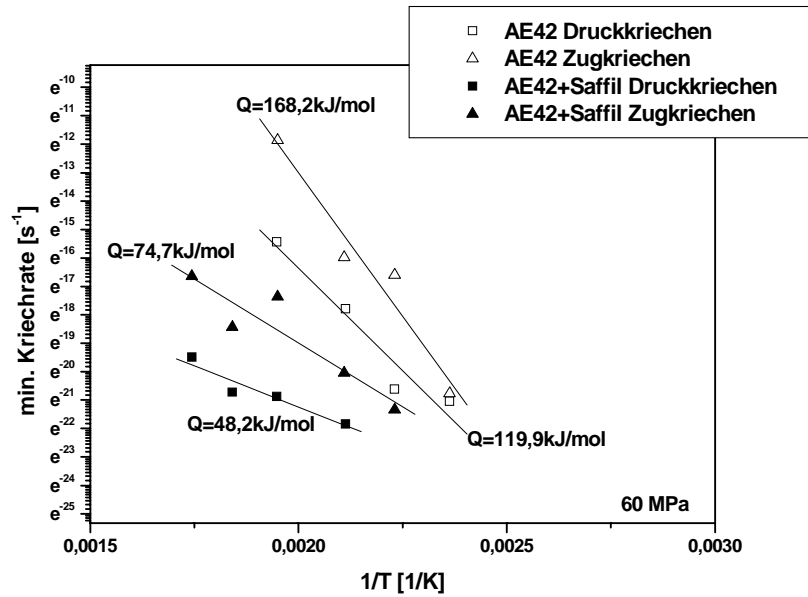


Abbildung 47: Auftragung von $\ln \dot{\epsilon}_s$ über $1/T$ zur Ermittlung der Aktivierungsenergie bei Versuchen mit einer angelegten Spannung von 60 MPa.

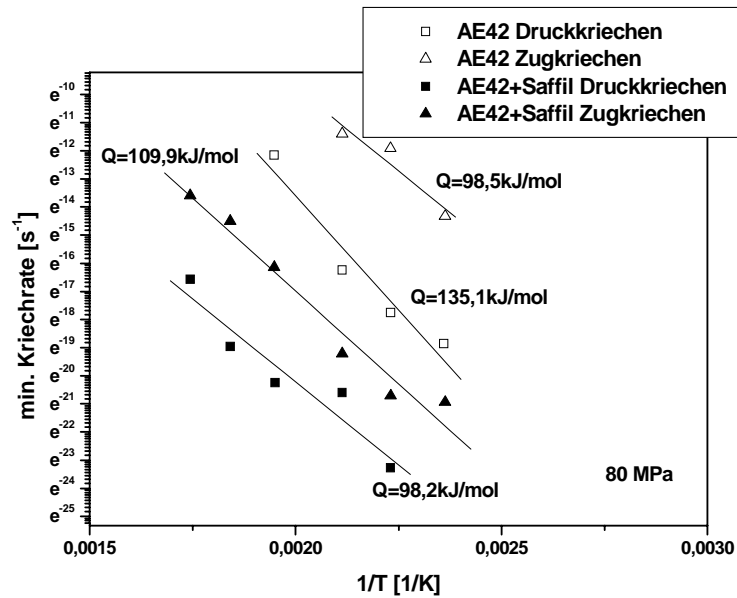


Abbildung 48: Auftragung von $\ln \dot{\epsilon}_s$ über $1/T$ zur Ermittlung der Aktivierungsenergie bei Versuchen mit einer angelegten Spannung von 80 MPa.

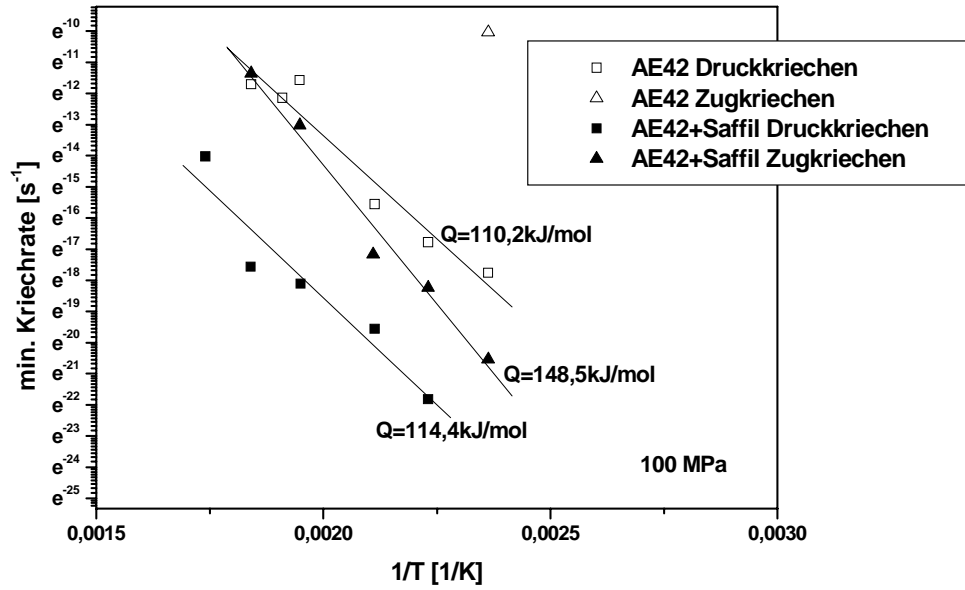


Abbildung 49: Auftragung von $\ln \dot{\epsilon}_s$ über $1/T$ zur Ermittlung der Aktivierungsenergie bei Versuchen mit einer angelegten Spannung von 100 MPa.

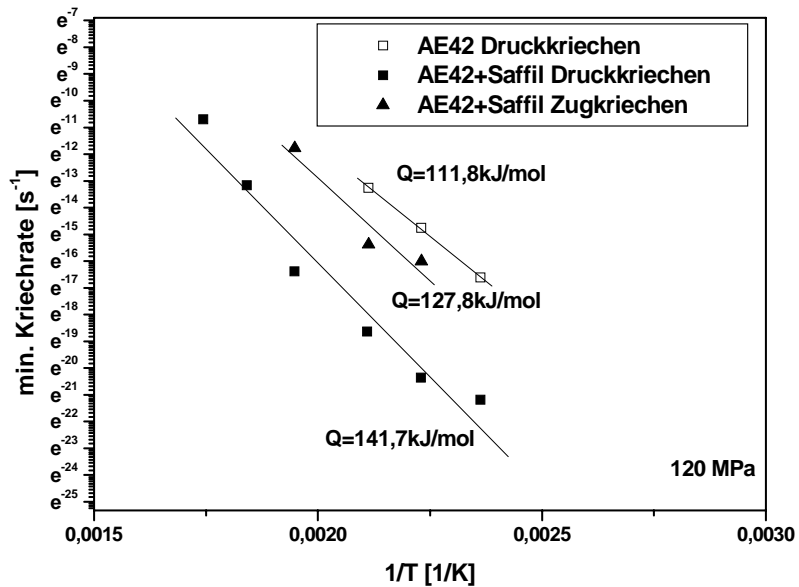


Abbildung 50: Auftragung von $\ln \dot{\epsilon}_s$ über $1/T$ zur Ermittlung der Aktivierungsenergie bei Versuchen mit einer angelegten Spannung von 120 MPa.

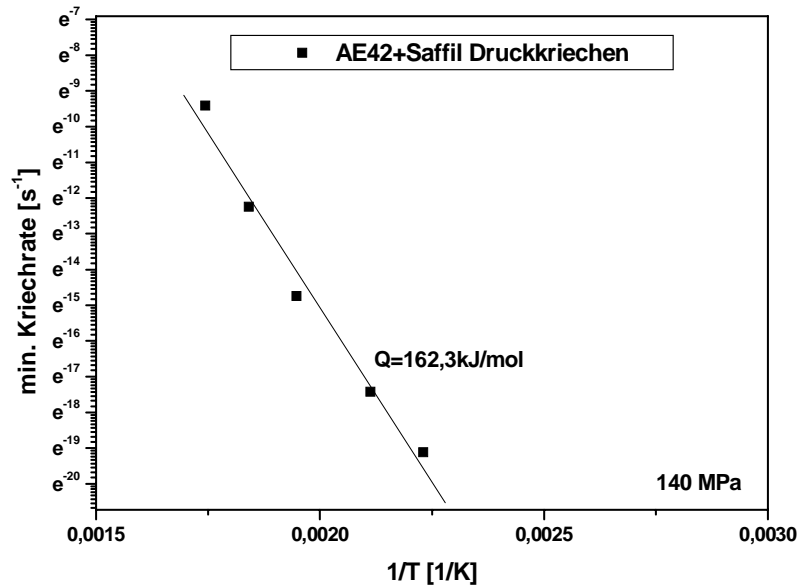


Abbildung 51: Auftragung von $\ln \dot{\epsilon}_s$ über $1/T$ zur Ermittlung der Aktivierungsenergie bei Versuchen mit einer angelegten Spannung von 140 MPa.

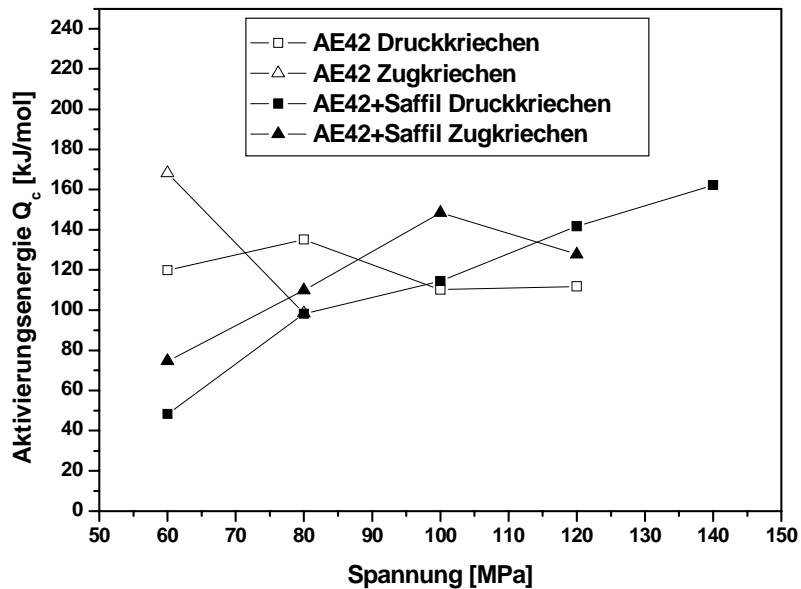


Abbildung 52: Aktivierungsenergien für das Kriechen als Funktion der angelegten Spannung

Die Zugkriechversuche an der Legierung AE42 liefern nur Aktivierungsenergien für 60 MPa von 168,2 kJ/mol und 80 MPa von 98,5 kJ/mol. Der erste Wert ist ungewöhnlich hoch und mit Angaben aus der Literatur nicht in Einklang zu bringen, während der zweite ebenfalls im Bereich der Aktivierungsenergie der Selbstdiffusion liegt.

Die Kriechaktivierungsenergien des Verbundwerkstoffs im Druckkriechen steigen von Werten bei 60 MPa von 48,2 kJ/mol bis 140 MPa auf 162,3 kJ/mol stetig an. Bei den Zugkriechversuchen ist die Tendenz ähnlich. Lediglich bei 120 MPa gibt es einen Abfall auf 127,8 kJ/mol. Die ansteigenden Werte für die Kriechaktivierungsenergie mit zunehmender Last stehen in sehr guter Übereinstimmung mit Untersuchungen an mit Yttriumoxid dispersionsverfestigtem Reinmagnesium [HAN01]. Dort wird im Bereich geringer angelegter Druckspannung (20 MPa) eine Aktivierungsenergie von etwa 48 kJ/mol ermittelt, was etwa der Hälfte der Aktivierungsenergie der Korngrenzendiffusion in reinem Magnesium [FRO01] von 92 kJ/mol entspricht. Die Kriechaktivierungsenergie steigt mit zunehmender Spannung auf 325 kJ/mol bei 80 MPa an.

5 Diskussion der Ergebnisse

5.1 Charakterisierung der Werkstoffe

Die Matrixlegierung AE42 gilt als die kriechbeständigste, noch im Druckguss verarbeitbare, konventionelle Magnesiumlegierung [LUO01]. Lediglich neu entwickelte Legierungen, wie die AJ52X, AJ62X oder die AE44 zeigen noch geringfügig bessere Kriecheigenschaften [FAS01, BAR02, BAR03]. Für die Giessbarkeit ist ein ausreichend hoher Aluminiumanteil notwendig, der jedoch bei den Standarddruckgusslegierungen während der Erstarrung zur Bildung der β -Phase $Mg_{17}Al_{12}$ führt, die wiederum für die mäßigen Kriecheigenschaften der Legierungen der AZ und AM-Reihe bei erhöhten Temperaturen verantwortlich gemacht wird [LUO01, DAR01]. Der Anteil an Seltenen Erden führt bei der Legierung AE42 zur Bildung von Al-RE-Ausscheidungen, die vor der β -Phase thermodynamisch bevorzugt gebildet werden und damit die Hochtemperaturkriecheigenschaften entscheidend verbessern. Wie Untersuchungen der Mikrostruktur nach den Kriechversuchen ergeben, sind die Al-RE-Ausscheidungen temperaturstabil. Damit lässt sich Asymmetrie im Kriechverhalten beim Vergleich zwischen Zug- und Druckkriechen nicht auf unterschiedliches Ausscheidungsverhalten der β -Phase während des Kriechens zurückführen, wie Agnew et al. dies bei Untersuchungen an der Legierung AM60B festgestellt hat [AGN02]. Verantwortlich für die Asymmetrie sind die Unterschiede bei der Verformung durch Zwillingsbildung. Wie die Beispiele an Kriechversuchen unter Zug- und Drucklast bei 200 °C und einer Variation der Spannungen von 40, 60 und 80 MPa in Abbildung 24 bis Abbildung 26 zeigen, tritt bei niedrigen Spannungen von 40 MPa die Zwillingsbildung nicht auf. Die minimale Kriechrate ist bei diesen Parametern nahezu identisch ($7,67 \cdot 10^{-10} \text{s}^{-1}$ im Druck- und $4,54 \cdot 10^{-10} \text{s}^{-1}$ im Zugkriechversuch, $\Delta = 3,13 \cdot 10^{-10} \text{s}^{-1}$). Bei einer höheren Spannung von 60 MPa tritt Zwillingsbildung auf. Während sich jedoch nach dem Druckkriechversuch fast ausschließlich primäre Zwillinge ($\{10\bar{1}2\}$ Ebene) ausgebildet haben, können nach dem Zugkriechversuch primäre und sekundäre Zwillinge ($\{30\bar{3}4\}$ Ebene) identifiziert werden. Zwischen den minimalen Kriechraten beträgt der Unterschied eine Größenordnung: $1,18 \cdot 10^{-8} \text{s}^{-1}$ im Druckkriechversuch und $1,14 \cdot 10^{-7} \text{s}^{-1}$ im Zugkriechversuch. Noch deutlicher wird der Unterschied bei den Versuchen bei 200 °C und 80 MPa. Wiederum hat der Anteil an Zwillingen im Gefüge nach den Kriechversuchen zugenommen, wobei auch hier nach der Druckbelastung annähernd nur primäre, nach der

Zugbelastung zusätzlich noch sekundäre Zwillinge zu beobachten sind. Die minimalen Kriechraten unterscheiden sich schon um drei Größenordnungen. Die Zunahme der Differenz der minimalen Kriechraten mit zunehmender Spannung bei gleicher Temperatur ist reproduzierbar und es findet sich eine Übereinstimmung mit dem Schnittpunkt der Geraden in der doppeltlogarithmischen Auftragung von $\dot{\epsilon}_s$ über σ gerade bei der Spannung, bei der keine Zwillingsbildung stattgefunden hat. Dies findet seinen Niederschlag in den Spannungsexponenten, die sich aus diesen Auftragungen ermitteln lassen. Während bei den Zugkriechversuchen bei 200 °C ein Spannungsexponent von $n = 14,4$ ermittelt wurde, beträgt er bei den Druckkriechversuchen $n = 6,9$. Diese Zug-Druckkriechanisotropie, die man auch als „Schere“ bezeichnen könnte, beginnt bei den niedrigen Spannungen in einem Bereich von etwa 40 MPa und lässt sich somit in zweifacher Übereinstimmung mit den beobachteten Zwillingsseffekten erklären:

- Der Schnittpunkt der Geraden der doppeltlogarithmischen Auftragung von $\dot{\epsilon}_s$ über σ liegt bei etwa 40 MPa. Das ist die angelegte Spannung, bei der noch keine Zwillingsverformung während der Kriechversuche auftrat.
- Hin zu höheren Spannungen differieren die minimalen Kriechraten zwischen Zug- und Druckkriechversuchen zunehmend, was durch die Beobachtung bestätigt wird, dass die Zwillingsverformung mit zunehmender Spannung zunimmt und im Vergleich zum Druckkriechgefüge im Zugkriechgefüge zusätzlich neben primärer auch sekundäre Zwillingsbildung erfolgt ist.

Bei den Zug- und Druckkriechversuchen an den Verbundwerkstoffen trat ebenfalls eine Zug-Druck-Anisotropie der minimalen Kriechrate auf. Im Gegensatz zu der unverstärkten Legierung AE42 zeigen die Kriechversuche am Verbundwerkstoff jedoch größenordnungsmäßig vergleichbare Spannungsexponenten im Zug- und im Druckkriechversuch. Die minimalen Kriechraten bei den Druckkriechversuchen liegen 1-2 Größenordnungen unter denen bei den Zugkriechversuchen. Zwillingsverformung konnte bei den Druckkriechtests nur selten beobachtet werden und bei den Zugkriechtests nur bei hohen Spannungen. Treten Zwillinge auf, so haben sie eine Ausdehnung von nur 20-30 μm im Gegensatz zu den sehr ausgedehnten Zwillingen, die nach den Kriechversuchen bei der unverstärkten Legierung auftreten. Diese können, wenn sie ein Korn in seiner gesamten Abmessung durchlaufen, im Bereich von 1 mm Länge liegen. Der Grund für die geringe Ausdehnung der Zwillinge im

Verbundwerkstoff ist die durch die eingelagerten Fasern stark gestörte Gefügestruktur.

Die DTA-Untersuchungen zeigen, dass die Grenzflächenreaktion zwischen Fasern und Matrix bereits nach dem Herstellungsprozess zum Stillstand gekommen sind und auch thermisch, zumindest in dem Temperaturbereich, in dem die Kriechversuche durchgeführt werden, nicht weiter aktiviert werden können. Es kann daher davon ausgegangen werden, dass während der Kriechversuche eine stabile Grenzfläche zwischen Faser und Matrix bestehen bleibt und Grenzflächenreaktionen keinen schädigenden Einfluss auf die Gefügestabilität haben, was zu verfälschenden Ergebnissen bei den Kriechversuchen hätte führen können.

5.2 Druckfestigkeit des Verbundwerkstoffs

Die Druckfestigkeit des Verbundwerkstoffs sollte sich aus den gemessenen Festigkeiten der Matrixlegierung und den vom Hersteller angegebenen Festigkeiten der Fasern mit Hilfe der Mischungsregel (Gleichung 24), die für die Druckfestigkeit in

$$\sigma_{MMC} = \Theta_F \cdot \sigma_F + (1 - \Theta_F) \cdot \sigma_M \quad \text{Gleichung 52}$$

übergeht, ermitteln lassen. Die Festigkeit der Saffilfaser ist nur für Raumtemperatur bekannt. Es wird daher mit diesem Wert gerechnet. Da die allgemeine Mischungsregel nur für unidirektional langfaserverstärkte Verbundwerkstoffe Gültigkeit hat, muss der linke Teil der Summe in Gleichung 52 mit dem für eine planar isotrope Faserverteilung gültigen geometrischen Faktor $C = 3/8$ multipliziert werden [FRI01]. Es ergibt sich daraus Gleichung 53:

$$\sigma_{MMC} = C \cdot \Theta_F \cdot \sigma_F + (1 - \Theta_F) \cdot \sigma_M \quad \text{Gleichung 53}$$

In Abbildung 53 ist die berechnete Druckfestigkeit des Verbundwerkstoffs zusammen mit den gemessenen Festigkeiten der untersuchten Werkstoffe als Funktion der Temperatur wiedergegeben. Es ist eine gute Übereinstimmung auch unter Berücksichtigung der fehlenden Festigkeiten der Fasern bei erhöhten Temperaturen festzustellen.

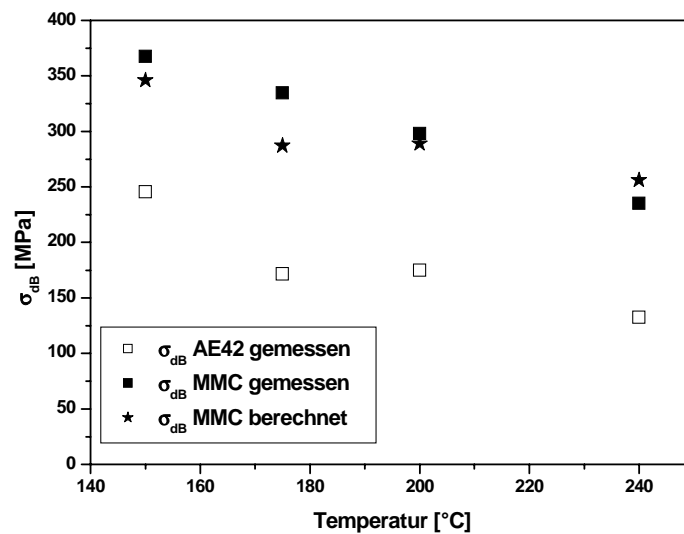


Abbildung 53: Vergleich der berechneten und gemessenen Druckfestigkeit des Verbundwerkstoffes und der Matrixlegierung

5.3 Ermittlung der wahren Spannungsexponenten

Eine Zusammenstellung aller ermittelten Spannungsexponenten aufgetragen über die Temperatur zeigt die Abbildung 54. Augenfällig sind die hohen Werte für n zwischen 14,4 und 21,6 bei den Zugkriechversuchen an der unverstärkten Legierung AE42, bei denen sich bei einer Temperatur von 200 °C ein Minimum ergibt. Ein vergleichbarer Verlauf mit einem Minimum bei 200 °C mit allerdings deutlich geringeren Werten ist sowohl bei Druck- als auch bei Zugkriechversuchen beim Verbundwerkstoff zu erkennen. Bis auf die für 300 °C ermittelten Spannungsexponenten liegen die Werte beim Verbundwerkstoff aus den Druckkriechversuchen stets geringfügig unter denen aus den Zugkriechversuchen. Lediglich die Spannungsexponenten, die im Druckkriechversuch an der unverstärkten Legierung ermittelt wurden, zeigen einen mit der Temperatur linear ansteigenden Verlauf. Wie bereits eingangs beschrieben, sind Spannungsexponenten mit derart hohen Werten, wie sie hier insbesondere bei der unverstärkten Legierung AE42 im Zugkriechversuch auftreten, mit den bekannten Deformationsmechanismen nicht in Einklang zu bringen. Es wird daher davon ausgegangen, dass die Spannung, die von außen angelegt wird, nicht vollständig zur Verformung der Proben beitragen kann. Dies ist z.B. bei teilchengehärteten Materialien der Fall, bei denen eine Mindestspannung zur Verformung aufgebracht werden muss, die für das Überwinden oder Schneiden der Partikel durch die

Versetzungen benötigt wird. Es soll daher im Folgenden untersucht werden, ob sowohl im Fall der unverstärkten Legierung, bei der die Al-RE-Ausscheidungen zu diesem Phänomen beitragen können, als auch beim Verbundwerkstoff, bei dem die eingebrachten Fasern verantwortlich sein können, eine Schwellenspannung ermittelt werden kann.

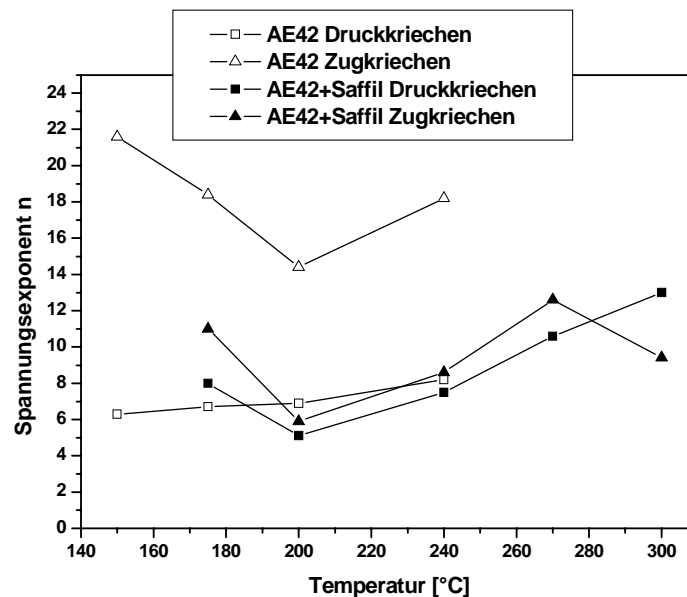


Abbildung 54: Spannungsexponenten n über die Temperatur aufgetragen

Die Ermittlung der wahren Spannungsexponenten unter Berücksichtigung einer Schwellenspannung ist für Verbundwerkstoffe gängige Praxis. In vielen Untersuchungen wurde auf diese Weise verfahren. Vor allem die Verformungsmechanismen von verstärkten Aluminiumlegierungen [TLO01, LI02, MA01, LI03, LI04, MOH01], aber auch von verstärkten Magnesiumlegierungen [LI05, SKL01, HAN01, PAH01] wurden in der Vergangenheit mit diesem Verfahren geklärt. Aber auch in ausscheidungsgehärteten Legierungen, wie etwa der Magnesiumlegierung AS21 [ZHA01] oder der mit Zirkon und Mangan modifizierten Aluminiumlegierung 5083 [KAI01], sowie einer stranggepressten Al-6Mg-2Sc-1Zr-Aluminiumlegierung [DES01] konnten Schwellenspannungen ermittelt werden, die auf Wechselwirkungen von Versetzungen mit den Ausscheidungen zurückzuführen sind. Die z. T. hohen Spannungsexponenten, die in der unverstärkten Matrixlegierung AE42 ermittelt wurden, lassen auf ein ähnliches Verhalten schließen. TEM-Untersuchungen an AE42-Proben im Gusszustand (Abbildung 55a) sowie nach Kriechbelastung (Abbildung 55b) können klären, ob

die Schwellenspannung bei der Kriechverformung auf die Al-RE-Ausscheidungen zurückzuführen ist. Nach dem Kriechen zeigt sich eine Vielzahl von Versetzungen, die mit den Ausscheidungen interagieren, was auf das Vorhandensein einer Schwellenspannung schließen lässt.

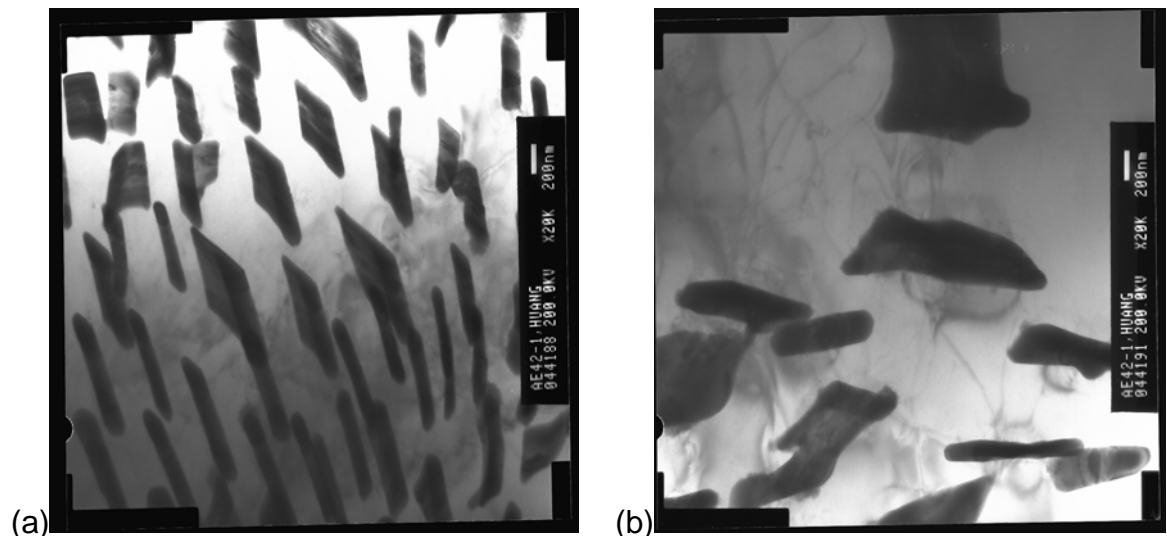


Abbildung 55: TEM-Aufnahmen der Matrixlegierung AE42: (a) im Gusszustand, Morphologie der Ausscheidungen; (b) nach Kriechversuch, Versetzungen im Bereich der Ausscheidungen

Zur Berechnung der wahren Spannungsexponenten werden die in den doppeltlogarithmischen Auftragungen von $\dot{\epsilon}_s$ über σ an die Messpunkte angelegten Geraden bis zu einer Kriechrate von $1 \cdot 10^{-10} \text{s}^{-1}$ extrapoliert [LI01]. Dies entspricht einer so geringen Kriechverformung, dass man diese als annähernd vernachlässigbar betrachten und die ermittelte Spannung als die Schwellenspannung ansehen kann, unterhalb derer keine Kriechverformung auftritt. Abbildung 56 zeigt diese Schwellenspannung als Funktion der Temperatur. Bei den Werten für die Schwellenspannung der unverstärkten Legierung AE42 fällt die Parallelität der Kurven für die beiden Belastungsrichtungen auf. Die Schwellenspannung für den Zugkriechversuch liegt stets 6-12 MPa über der Schwellenspannung für den Druckkriechversuch. Bei beiden fallen die Werte mit steigender Temperatur. Dieser Effekt erklärt sich durch diffusionsgesteuertes Versetzungsklettern, das mit zunehmender Temperatur einen Beitrag zur Verformung leistet und die Spannung reduziert, die aufgebracht werden muss, um die Ausscheidungen zu überklettern. Bei den Schwellenspannungen, die aus den Kriechversuchen mit dem Verbundwerkstoff ermittelt wurden, liegen die Werte aus den Druckkriechversuchen über denen aus den Zugkriechversuchen. Die

Parallelität ist nicht so auffällig wie bei der unverstärkten Matrixlegierung. Nach einem starken Abfall von 175 °C auf 200 °C nehmen die Werte wieder leicht zu, um dann oberhalb von 270 °C wieder abzufallen.

Bei Subtraktion der angelegten Spannung σ um die Schwellenspannung σ_0 erhält man die wahre oder effektive Spannung σ_e . Trägt man die minimale Kriechrate als Funktion dieser wahren Spannung auf, ergibt sich als Steigung der erhaltenen Geraden der wahre Spannungsexponent n_t . Im Folgenden zeigen Abbildung 57 bis Abbildung 62 die Auftragungen zur Ermittlung der wahren Spannungsexponenten.

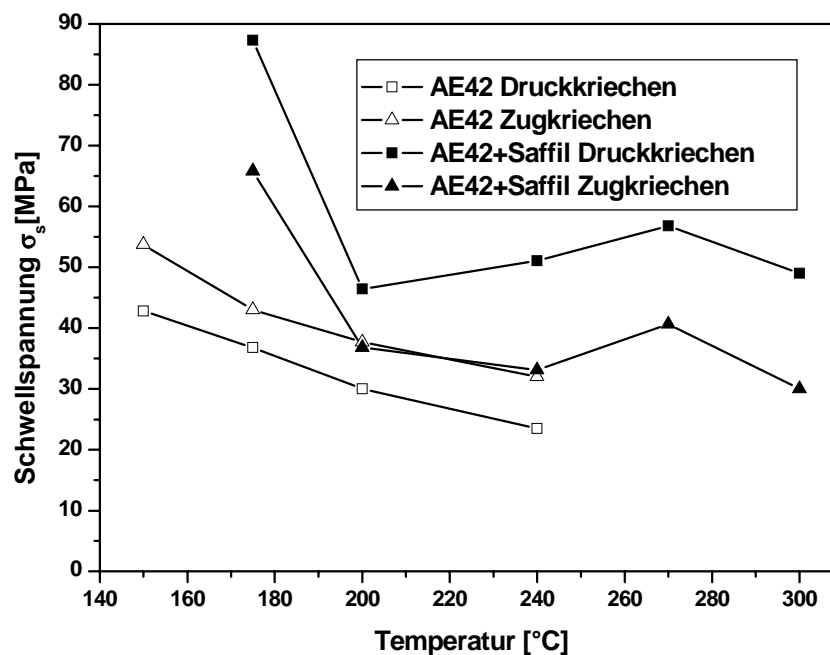


Abbildung 56: Ermittelte Schwellenspannungen als Funktion der Temperatur

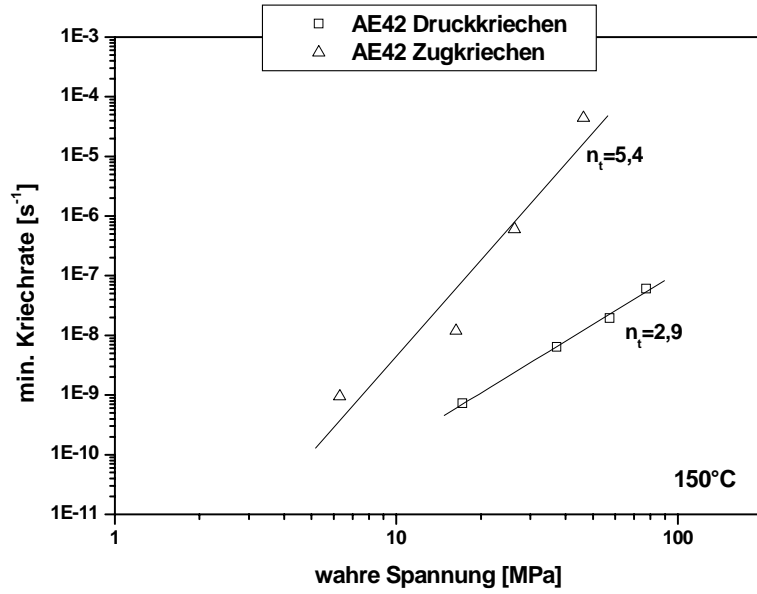


Abbildung 57: Doppeltlogarithmische Auftragung der minimalen Kriechrate $\dot{\epsilon}_s$ über die wahre Spannung bei $150^\circ C$

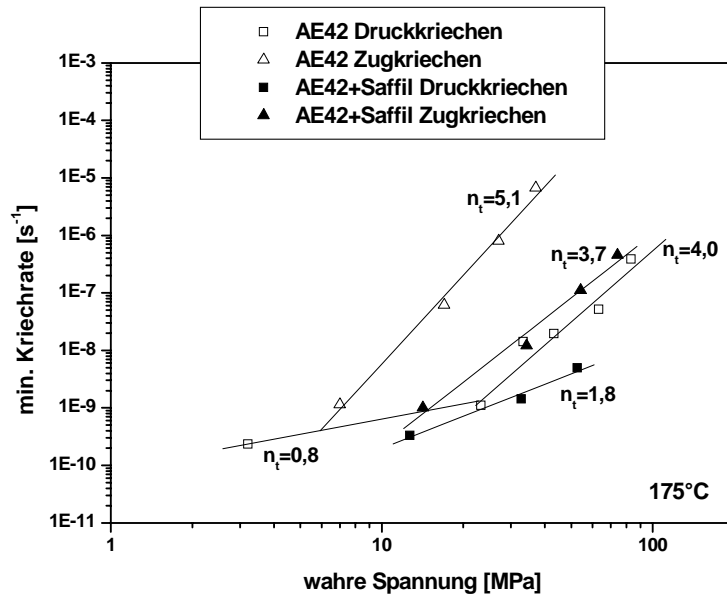


Abbildung 58: Doppeltlogarithmische Auftragung der minimalen Kriechrate $\dot{\epsilon}_s$ über die wahre Spannung bei $175^\circ C$

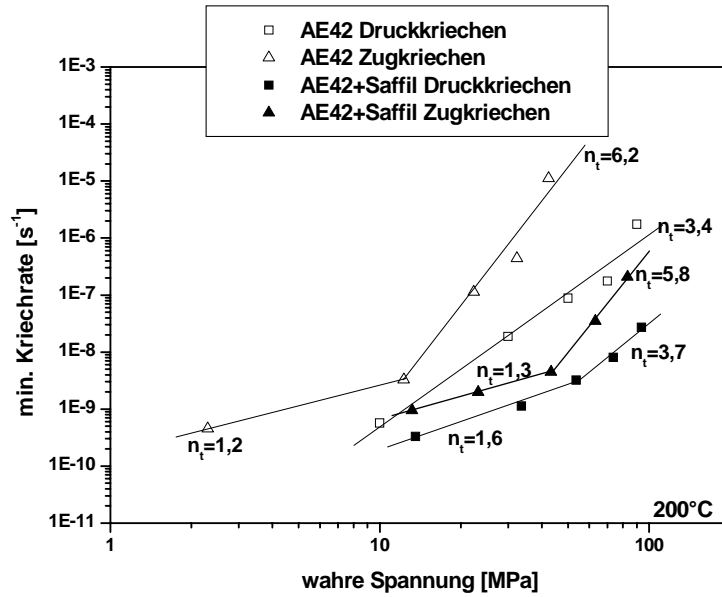


Abbildung 59: Doppeltlogarithmische Auftragung der minimalen Kriechrate $\dot{\epsilon}_s$ über die wahre Spannung bei 200 °C

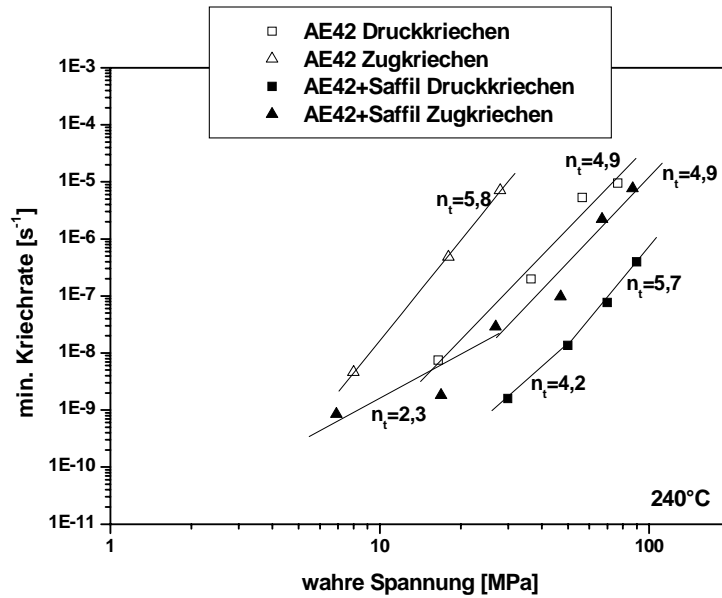


Abbildung 60: Doppeltlogarithmische Auftragung der minimalen Kriechrate $\dot{\epsilon}_s$ über die wahre Spannung bei 240 °C

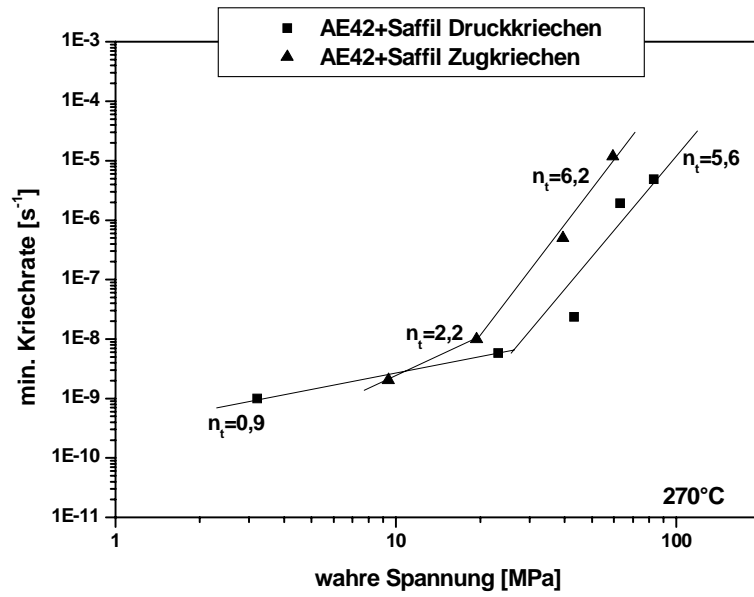


Abbildung 61: Doppeltlogarithmische Auftragung der minimalen Kriechrate $\dot{\epsilon}_s$ über die wahre Spannung bei 270 °C

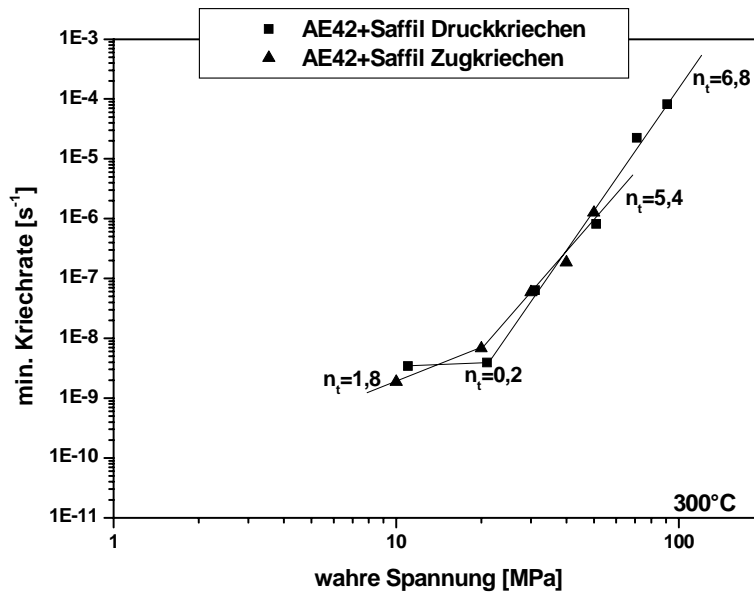


Abbildung 62: Doppeltlogarithmische Auftragung der minimalen Kriechrate $\dot{\epsilon}_s$ über die wahre Spannung bei 300 °C

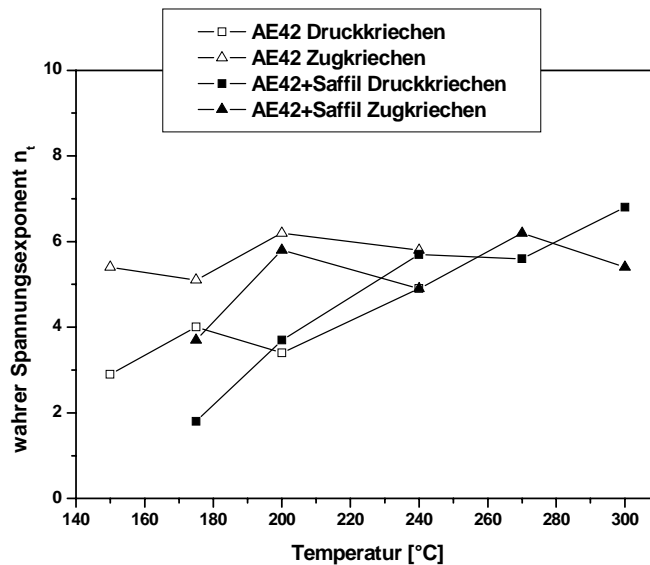


Abbildung 63: Wahre Spannungsexponenten über die Temperatur aufgetragen

Zusammenfassend sind in Abbildung 63 die ermittelten wahren Spannungsexponenten als Funktion der Temperatur dargestellt. Bei den Druckkriechtests an der unverstärkten Legierung tendiert mit steigender Temperatur der wahre Spannungsexponent von $n = 2,9$ bei 150 °C nach $n = 4,9$ bei 240 °C . Dies entspricht einem Übergang von Versetzungsgleiten hin zum Klettern von Versetzungen. Bei den Zugkriechversuchen an der unverstärkten Legierung bewegt sich der wahre Spannungsexponent zwischen $n = 5,1$ und $n = 6,2$. Eine mit der Temperatur steigende Tendenz ist nicht erkennbar. Dies würde bedeuten, dass der geschwindigkeitsbestimmende Mechanismus das Klettern von Versetzungen ist.

Die wahren Spannungsexponenten bei den Druckkriechtests mit dem Verbundwerkstoff zeigen einen deutlich mit der Temperatur ansteigenden Verlauf von $n = 1,8$ bei 175 °C bis hin zu $n = 6,8$ bei 300 °C . Deutlich wird auch hier der mit der Temperatur zunehmende Anteil von diffusionskontrolliertem Versetzungsklettern. Wie auch bei der unverstärkten Legierung ist dies zu erwarten gewesen, da Diffusionsvorgänge temperaturabhängig stattfinden und daher bei 300 °C , was $0,62 T_m$ entspricht, bereits einen signifikanten Anteil an den Mechanismen der Deformation haben. Ähnlich wie bei der unverstärkten Legierung ist auch beim Zugkriechen des Verbundwerkstoffs der ansteigende

Verlauf mit steigender Temperatur nicht so eindeutig auszumachen. Die wahren Spannungsexponenten liegen zwischen $n = 3,7$ bei 175 °C und $n = 6,2$ bei 270 °C . Dennoch ist auch hier der Übergang von vorwiegendem Versetzungsgleiten als Hauptverformungsmechanismus hin zum Versetzungsklettern erkennbar.

Es bleibt die Frage nach dem Grund für das anisotrope Verhalten bei den Zug- und Druckkriecheigenschaften sowohl bei der Legierung AE42 – dort in einer scherenähnlichen Ausprägung mit einem Ausgangspunkt im Bereich geringer Lasten – und des saffilverstärkten Verbundwerkstoffs – hier mit einem etwa parallel laufenden Verhalten. Bei der Legierung AE42 sind bei geringen Lasten, bei denen noch keine Zwillingsverformung abläuft, die Kriechraten im Zug- und Druckkriechversuch annähernd identisch. Erst bei höheren Lasten unterscheiden sich die Kriechraten zunehmend und die Zwillingsbildung nimmt zu. Nur im Zugkriechversuch jedoch tritt neben der primären auch eine sekundäre Zwillingsbildung auf. Nun ist bekannt, dass die mit der Zwillingsbildung verbundene Scherung vom Betrag her nur einen Atomabstand ausmacht und daher ihr absoluter Betrag an der Verformung gering ist. Darüber hinaus findet die Zwillingsverformung vorwiegend während des Aufbringens der Spannung am Anfang der Versuche statt.

Weiterhin wurde ja bereits aus den wahren Spannungsexponenten abgeleitet, dass Versetzungsgleiten und, bei höheren Temperaturen, auch Versetzungsklettern der geschwindigkeitsbestimmende Deformationsmechanismus ist. Dies lässt sich zusammenfassen, indem man davon ausgeht, dass die basale Gleitung eine Mindestschubspannung benötigt, um aktiviert zu werden. Ist aber der Winkel zwischen Basalebene und Spannungsrichtung so groß, dass diese Basisebene nicht mehr die Mindestspannung erhält, um ein Gleiten der Versetzungen zuzulassen, so kann dieser fehlende Winkel durch eine Zwillingsverformung wieder in eine günstigere Ausgangslage gebracht werden, sodass die Mindestspannung für das Abgleiten wieder überschritten ist. Dies würde bedeuten, dass der Beitrag der Zwillingsbildung zur Deformation in erster Linie darin besteht, dass sie die Gleitebenen in eine günstigere Orientierung bringt, die das basale Versetzungsgleiten erst ermöglicht. Damit kann der deutlich schnellere Anstieg der minimalen Kriechrate bei höheren Spannungen im Zugkriechversuch im Vergleich zum Druckkriechversuch erklärt werden: neben den primären Zwillingen werden zusätzlich sekundäre Zwillinge ausgebildet, die diesen Prozess noch unterstützen.

5.4 Transformation der minimalen Kriechraten vom Zug- in den Druckkriechversuch

Ein Ziel der Arbeit besteht in der Entwicklung eines Formalismus, der es erlaubt, die Kriechraten aus den Zug- und Druckkriechversuchen zu korrelieren. Die bei *einer* Temperatur und unterschiedlichen Spannungen ermittelten minimalen Kriechraten bilden in doppeltlogarithmischer Auftragung von $\dot{\epsilon}_s$ über σ eine lineare Abhängigkeit aus, wie in Abbildung 41 bis Abbildung 46 ersichtlich ist und aus Gleichung 7 abgeleitet werden kann. Die Geradengleichungen haben die allgemeine Form

$$\log \dot{\epsilon}_s = a + n \cdot \log \sigma \quad \text{Gleichung 54}$$

Hier ist a der Ordinatenabschnitt und n die Steigung. Versieht man $\dot{\epsilon}_s$, a und n mit den Indizes ^D für Druckkriechen und ^Z für Zugkriechen, ergibt sich als Differenz zwischen den minimalen Druck- und Zugkriechraten folgender Zusammenhang:

$$\log \dot{\epsilon}_s^Z - \log \dot{\epsilon}_s^D = a^Z - a^D + n^Z \log \sigma - n^D \log \sigma \quad \text{Gleichung 55}$$

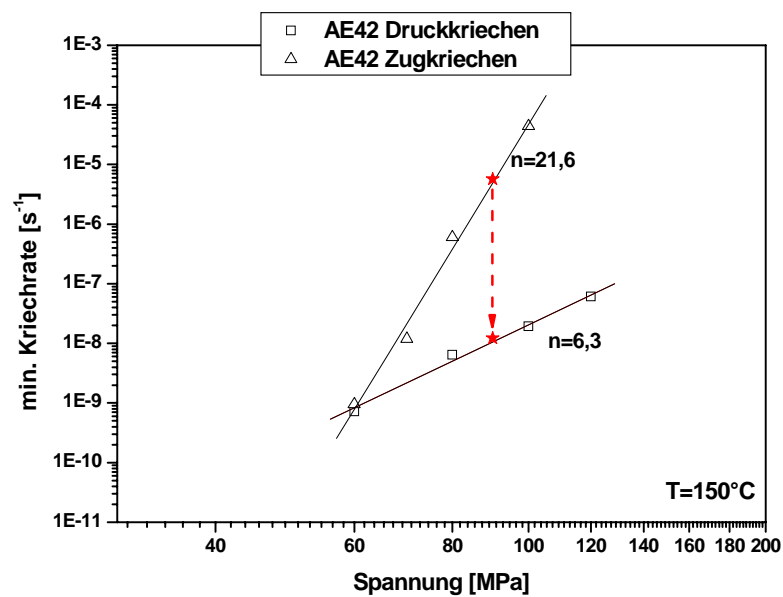
Nach Umformen erhält man daraus

$$\dot{\epsilon}_s^D = \frac{\dot{\epsilon}_s^Z}{10^{(a^Z - a^D + n^Z \log \sigma - n^D \log \sigma)}} \quad \text{Gleichung 56}$$

In Tabelle 13 sind die Ordinatenabschnitte und Steigungen der Geraden aller Temperaturen beider Werkstoffe im Zug- und Druckkriechversuch wiedergegeben. Zur Verdeutlichung wird im Folgenden ein Beispiel für die Berechnung der minimalen Kriechrate der Matrixlegierung AE42 im Druckkriechversuch aus der minimalen Kriechrate im Zugkriechversuch angeführt. Bei 150 °C und 90 MPa sei $\dot{\epsilon}_s^Z = 5,70 \cdot 10^{-6} \text{s}^{-1}$ ermittelt worden. Für die Berechnung von $\dot{\epsilon}_s^D$ mittels Gleichung 56 können die entsprechenden Parameter Tabelle 13 entnommen werden. Es ergibt sich ein Wert von $\dot{\epsilon}_s^D = 1,22 \cdot 10^{-8} \text{s}^{-1}$. Dieses Beispiel ist in Abbildung 64 dargestellt.

Tabelle 13: Konstanten a und n der Geradengleichungen

T [°C]	AE42				AE42+Saffil			
	$a^{D,AE42}$	$n^{D,AE42}$	$a^{Z,AE42}$	$n^{Z,AE42}$	$a^{D,MMC}$	$n^{D,MMC}$	$a^{Z,MMC}$	$n^{Z,MMC}$
150	-20,25	6,28	-47,50	21,59	-	-	-	-
175	-20,48	6,69	-40,00	18,36	-25,53	8,00	-30,00	11,00
200	-20,20	6,90	-32,70	14,40	-18,50	5,06	-19,30	5,92
240	-21,30	8,20	-37,40	18,20	-22,60	7,46	-23,08	8,60
270	-	-	-	-	-28,20	10,60	-30,40	12,6
300	-	-	-	-	-32,00	13,00	-23,88	9,36

Abbildung 64: Berechnung der Kriechrate im Druckkriechversuch aus der Kriechrate im Zugkriechversuch bei Versuchen bei 150°C

Neben der Transformation der minimalen Kriechraten eines Werkstoffs vom Zug- in den Druckkriechversuch ist es darüber hinaus möglich, den umgekehrten Weg zu gehen und die minimale Kriechrate des Zugkriechversuchs aus der des

Druckkriechversuchs zu berechnen. Durch Umformen von Gleichung 55 erhält man:

$$\dot{\epsilon}_s^Z = \dot{\epsilon}_s^D \cdot 10^{(a^Z - a^D + n^Z \log \sigma - n^D \log \sigma)} \quad \text{Gleichung 57}$$

Für Zug- und Druckkriechversuche bei 175 °C, 200 °C und 240 °C liegen Werte für a^D , a^Z , n^D und n^Z sowohl für die unverstärkte Legierung AE42 als auch für den Verbundwerkstoff vor. Daher ist es in diesen Fällen auch möglich, eine Korrelation der Kriechraten zwischen den beiden Werkstoffen durchzuführen. Es kann beispielsweise durch Wahl der geeigneten Koeffizienten aus der minimalen Kriechrate im Druckkriechversuch der unverstärkten Legierung die minimale Kriechrate des Verbundwerkstoffs bei gleichen Bedingungen abgeleitet werden. An einem Beispiel von Versuchen bei 200 °C sei dies in Abbildung 65 verdeutlicht.

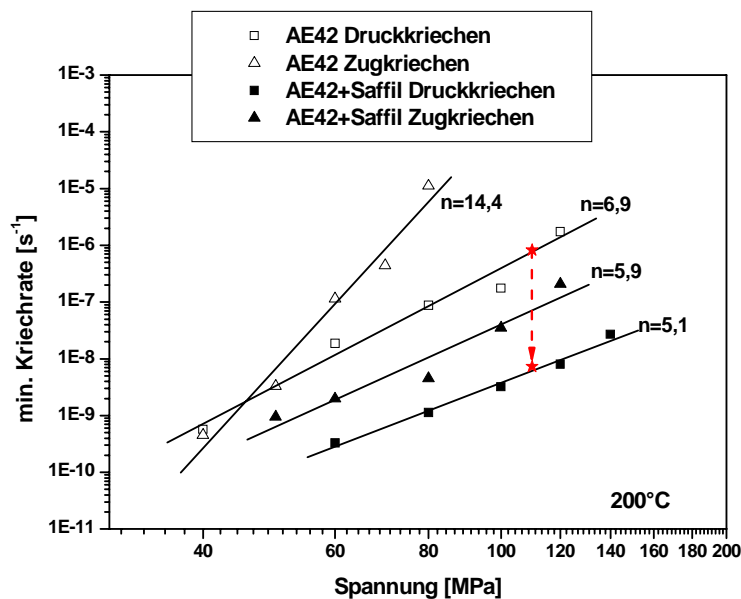


Abbildung 65: Berechnung der minimalen Druckkriechrate des Verbundwerkstoffs aus der minimalen Druckkriechrate der Matrixlegierung AE42 bei Versuchen bei 200 °C

Die minimale Kriechrate bei einem Druckkriechversuch an der unverstärkten Legierung AE42 sei $\dot{\epsilon}_s^{D,AE42} = 8,2 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$. Der Versuch sei bei einer Temperatur von 200 °C und einer angelegten Spannung von 110 MPa durchgeführt worden.

Gleichung 55 beschreibt den Zusammenhang zwischen minimaler Druck- und Zugkriechrate bei einem Werkstoff, es kann jedoch auch eine Erweiterung auf

unterschiedliche Werkstoffe unter gleichen Versuchsbedingungen gemacht werden. Gleichung 58 beschreibt die Abhängigkeit der minimalen Kriechraten im Druckkriechversuch zwischen der Matrixlegierung und dem Verbundwerkstoff und Gleichung 59 die gleiche Abhängigkeit bei Zugkriechversuchen. Für die minimale Kriechrate des Druckkriechversuchs am Verbundwerkstoff bei 200 °C und 110 MPa erhält man damit $\dot{\epsilon}_s^{D,MMC} = 7,31 \cdot 10^{-9} \text{s}^{-1}$. Diese minimale Kriechrate ist in Abbildung 65 als resultierender Wert eingezeichnet.

$$\dot{\epsilon}_s^{D,MMC} = \frac{\dot{\epsilon}_s^{D,AE42}}{10^{(a^{D,AE42} - a^{D,MMC} + n^{D,AE42} \log \sigma - n^{D,MMC} \log \sigma)}} \quad \text{Gleichung 58}$$

$$\dot{\epsilon}_s^{Z,MMC} = \frac{\dot{\epsilon}_s^{Z,AE42}}{10^{(a^{Z,AE42} - a^{Z,MMC} + n^{Z,AE42} \log \sigma - n^{Z,MMC} \log \sigma)}} \quad \text{Gleichung 59}$$

Die Entwicklung eines Satzes an Gleichungen, die die Zusammenhänge der minimalen Kriechraten auf der einen Seite zwischen minimaler Zug- und Druckkriechrate bei einem der Werkstoffe beschreiben und auf der anderen Seite die Zusammenhänge der minimalen Kriechraten im Druck- oder Zugkriechversuch zwischen beiden Werkstoffen ist in dieser Form für Magnesiumbasierte Werkstoffe neu und kann als Grundlage angesehen werden, um weitere Legierungen und/oder Verbundwerkstoffkombinationen auf ihre Zug-Druckkriechanisotropie zu untersuchen.

6 Zusammenfassung und Ausblick

Magnesiumlegierungen weisen ein hohes Potential als Konstruktionswerkstoff für automobiler Anwendungen auf. Ihre geringe Dichte und gute spezifische Festigkeit erfüllen die Anforderungen, die moderne Anwender an die Werkstoffe stellen, die sie verarbeiten. Nachteilig wirken sich jedoch eingeschränkte Hochtemperatureigenschaften aus, die insbesondere für Anwendungen im Bereich des Antriebsstranges eine Weiterentwicklung der magnesiumbasierten Werkstoffe erforderlich macht. Diese Begrenzung des Eigenschaftsprofils drückt sich insbesondere in der mit steigender Temperatur rasch abnehmenden Festigkeit und der abnehmenden Kriechbeständigkeit aus. Kurzfaserverstärkte Magnesiummatrix-Verbundwerkstoffe erweitern das Eigenschaftsprofil magnesiumbasierter Werkstoffe hin zu höherer Kriechbeständigkeit und Festigkeit bei Temperaturen, bei denen unverstärkte Magnesiumlegierungen nicht mehr zum Einsatz kommen können.

Für die Charakterisierung der Kriecheigenschaften spielt die minimale Kriechrate die entscheidende Rolle. Bei Vergleichen dieser minimalen Kriechrate von Magnesiumlegierungen, die Kriechbelastungen unter Druck- und unter Zugspannung ausgesetzt waren fanden Agnew et al. eine anisotrope Verteilung. Die Raten im Zugkriechversuch waren stets größer, als die im Druckkriechversuch [AGN01, AGN02]. Dieses Verhalten wurde mit unterschiedlichem dynamischem Ausscheidungsverhalten während des Kriechens begründet.

Durch Ermittlung der minimalen Kriechraten aus Zug- und Druckkriechversuchen in Spannungs- und Temperaturbereichen, die für automobiler Anwendungen relevant sind, konnte die Anisotropie der Kriecheigenschaften am Beispiel der Legierung AE42 aufgezeigt werden. Diese Magnesiumlegierung ist die kriechbeständigste konventionelle Druckgusslegierung und kann damit im Automobilbau Anwendung finden. Neben der unverstärkten Legierung wurde der mit 20 Vol.-% Saffilfasern verstärkte AE42-basierte Verbundwerkstoff auf seine Kriecheigenschaften in Druck- und Zugkriechversuch untersucht.

Es hat sich dabei gezeigt, dass der verstärkte Werkstoff – wie erwartet – bei gleichen Versuchsbedingungen die deutlich höhere Kriechbeständigkeit im Vergleich zur Matrixlegierung aufweist. Bei beiden Werkstoffen konnte darüber

hinaus eine Anisotropie im Zug- Druckkriechverhalten ermittelt werden. Bei der Matrixlegierung sind die minimalen Kriechraten der Zugkriechversuche stets größer, als die der Druckkriechversuche bei gleichen Versuchsbedingungen. Die Differenz nimmt mit abnehmender angelegter Spannung ab und in einem Bereich von etwa 40 MPa gleichen sich die Kriechraten an. Lichtoptische metallographische Untersuchungen zeigten, dass Zwillingsbildung einen entscheidenden Beitrag zum Deformationsverhalten während des Kriechens leistet. Dabei kommt es während der Druckkriechversuche zu primärer Zwillingsbildung, aber während der Zugkriechversuche auch verstärkt zu sekundärer Zwillingsbildung. Im Bereich der niedrigen angelegten Spannung, in dem sich die Kriechraten zwischen Druck- und Zugkriechversuchen annähern, ist keine Zwillingsbildung festzustellen. Der Grund für die höheren minimalen Kriechraten während der Zugkriechversuche ist in den für die Versetzungsbewegung günstigeren Bedingungen innerhalb der umgeklappten Zwillinge zu sehen. Die nur während der Zugkriechversuche auftretenden sekundären Zwillinge schaffen Bereiche, in denen aufgrund der Winkel zwischen angelegter Spannung und umgeklappter basaler Ebene die Mindestspannung reduziert ist, die zur Versetzungsbewegung nötig ist. Gleiches gilt für den Verbundwerkstoff, wobei die eingebrachten Fasern die grundsätzliche Beweglichkeit der Versetzungen reduzieren.

Es ist bekannt, dass die Ermittlung des vorherrschenden Deformationsmechanismus mit Hilfe der doppeltlogarithmischen Auftragung von minimaler Kriechrate über der angelegten Spannung erfolgen kann. Der Spannungsexponent, der der Steigung der sich ergebenden Gerade entspricht, ist bei Verbundwerkstoffen oder bei teilchen- oder ausscheidungsgehärteten Werkstoffen häufig so hoch, dass keine direkten Aussagen über die vorherrschenden Deformationsmechanismen möglich sind. Mit dem Konzept der Schwellenspannung existiert ein für Verbundwerkstoffe bereits häufig beschrittener Weg, bei dem die im Kriechversuch angelegte Spannung um eine Schwellenspannung reduziert wird. Diese Schwellenspannung lässt sich mit einem Verfahren ermitteln, das von Li und Langdon [LI01] beschrieben wurde und häufig für teilchen- oder partikelverstärkte Werkstoffe Anwendung fand. Es wurde in dieser Arbeit für den Verbundwerkstoff und erstmalig auch für die Matrixlegierung angewendet und es zeigte sich, dass sich die Deformationsmechanismen aus den sich ergebenden wahren Spannungs-

exponenten erhalten lassen. Bei der Matrixlegierung AE42 ergibt sich mit steigender Temperatur im Druckkriechversuch ein Übergang vom Versetzungsgleiten hin zum Versetzungsklettern, während die Zugkriechproben bei allen untersuchten Temperaturen sich vorwiegend durch Versetzungsklettern deformieren. Beim Verbundwerkstoff zeigt sich sowohl im Druck- als auch im Zugkriechversuch ein mit der Temperatur zunehmender Übergang vom Versetzungsgleiten hin zum Klettern von Versetzungen als geschwindigkeitsbestimmender Deformationsmechanismus.

Ein Ziel dieser Arbeit war es, aus den ermittelten Daten, die die temperatur- und lastabhängigen minimalen Kriechraten im Druck- und Zugkriechversuch widerspiegeln, einen mathematischen Formalismus zu entwickeln, der die Anisotropie der Kriecheigenschaften der Werkstoffe im Vergleich Zugkriechen – Druckkriechen, aber auch im Vergleich zwischen den Werkstoffen unter gleichen Bedingungen beschreibt. Ersteres ist mit Gleichung 56 und Gleichung 57 gelungen. Es ist möglich, für diese beiden Werkstoffe im Gusszustand die minimalen Kriechraten von Druckkriechversuchen abzuschätzen, wenn nur die minimalen Kriechraten aus dem Zugkriechversuch ermittelt wurden und umgekehrt. Die Berechnung der Kriechraten zwischen den beiden Werkstoffen unter gleichen Versuchsbedingungen ist mit Gleichung 58 und Gleichung 59 möglich. Hat man eine minimale Kriechrate im Druckkriechversuch bei der Matrixlegierung ermittelt, so lässt sich diese für den Verbundwerkstoff daraus berechnen. Gleiches gilt mit Gleichung 59 auch für minimale Zugkriechraten.

In weiteren Untersuchungen wird zu zeigen sein, ob die Anisotropie der Druck- und Zugkriecheigenschaften und die damit einhergehenden unterschiedlichen Tendenzen bei der Zwillingsbildung quantifiziert werden können. Für diese Untersuchungen werden hochauflösende Elektronenmikroskope sowie Neutronen- oder Synchrotronstreuexperimente durchgeführt werden müssen, die hier nicht zum Einsatz gekommen sind.

Bezüglich der in dieser Arbeit entwickelten Transformationgleichungen für minimale Druck- und Zugkriechraten einer Matrixlegierung und eines Verbundwerkstoffs ist von Interesse, ob sich diese Gleichungen auf andere Magnesiumlegierungen und –verbundwerkstoffe übertragen lassen und ob Modifikationen nötig sind, die auf Gefüge-Eigenschafts-Korrelationen hindeuten können. Hier eröffnet sich ein weites Feld für vergleichende Untersuchungen des

Zug- und Druckkriechverhaltens anderer Werkstoffe.

7 LITERATUR

- [AGN01] S.R. Agnew, K.C. Liu, E.A. Kenik S. Viswanathan; Magnesium Technology 2000, Eds.: H.I. Kaplan, J. Hryn, B. Clow (2000) 285.
- [AGN02] S.R. Agnew, S. Viswamathan, E.A. Payzant, K.C. Liu; Proc. of Thermec 2000, Las Vegas, (2000) CD Elsevier Science 0-08-044026-6.
- [AND01] E.N. Andrade, C. Da; Proc. Roy. Soc. A **84** (1910) 1.
- [AND02] E.N. Andrade; Proc. Roy. Soc. A **90** (1914) 329.
- [ARD01] A.J. Ardell, S.S. Lee; Acta Metall. **34** (1986) 2411.
- [ARZ01] E. Arzt, M.F. Ashby; Scr. Metall. **16** (1982) 1285.
- [ARZ02] E. Arzt, D.S. Wilkinson; Acta Metall. **34** (1986) 1893.
- [ARZ03] E. Arzt, J. Rösler; Acta Metall. **36** (1988) 1053.
- [ASM01] ASM Handbook; Volume 21 "Composites" (2000) 38.
- [BAK01] P. W. Bakarin, C.H. Mathewson; Trans. AIME **152** (1943) 226.
- [BAR01] C.R. Barret, W.D. Nix; Acta Metall. **13** (1965) 1247.
- [BAR02] E. Baril, P. Labelle, M. Pekguleryuz; JOM Nov. (2003) 34.
- [BAR03] E. Baril, P. Labelle, A. Fischersworing-Bunk; SAE Technical Paper Series 2004-01-0659 (2004) 1.
- [BIR01] J.D. Birchall; in "Concise encyclopedia of composite material" A. Kelly (Hrsg.) Pergamon Press plc. Oxford (1989) 213.
- [BLA01] J.A. Black ; Adv. Mat. Proc. **133** (1988) 51.
- [BLU01] W. Blum et al.; Z. Metallkd **88** 8 (1997) 636.
- [BLU02] W. Blum, B. Watzinger, P. Zhang; Adv. Engin. Mater. **2** 6 (2000) 349.
- [BLU03] W. Blum et al.; Proc. of the 1st Israeli Int. Conf. on Magnesium Science and Technology (1997) 151.
- [BLU04] W. Blum et al.; Mat. Sc. Eng. **A319-321** (2001) 735.
- [BÖH01] E. Böhm; „Herstellung von kohlenstoffaserverstärkten Magnesiumlegierungen durch das Squeeze-Cast-Verfahren und deren Festigkeitseigenschaften“ Dissertation an der TU Clausthal, ISBN 3-931986-78-0 (1996).

-
- [CHA01] G.A. Chadwick; Magnesium Technology, Proc. London Conf., 3-4.11.1986, The Institute of Metals (1987) 75.
- [CHA02] G.A. Chadwick; Mat. Sci. Eng. **A135** (1991) 23.
- [COB01] R.L. Coble; J. Appl. Phys. **34** (1963) 1679.
- [COM01] J. Combronde, G. Brebec; Acta Met. **19** (1971) 1393.
- [CON01] H. Conrad; J. Metals **July** (1964) 582.
- [COX01] H.L. Cox; Brit. J. Appl. Phys. **3** (1952) 72.
- [CRO01] I.G. Crossland und R.B. Jones; Mat. Sc. J. **6** (1972) 162.
- [DAR01] M.S. Dargusch, G.L. Dunlop, K. Petterson; Magnesium alloys and their application; B.L. Mordike, K.U. Kainer (Hrsg.), Frankfurt, Werkstoff-Informationsgesellschaft; (1998) 277.
- [DEG01] H.P. Degischer; in „Metallische Verbundwerkstoffe“ K.U. Kainer (Hrsg.) DGM Informationsgesellschaft Oberursel (1994) 139.
- [DES01] S.P. Deshmukh, R.S. Mishra, K.L. Kendig; Mat. Sci. Eng. **A381** (2004) 381.
- [ELM01] E. El-Magd, Y. Ysmail und J. Dünwald; Aluminium **73** 9 (1997) 633.
- [ESH01] J.D. Eshelby; Proc. Roy. Soc. **A241** (1957) 376.
- [ESH02] J.D. Eshelby; Proc. Roy. Soc. **A252** (1959) 561.
- [FAS01] Y. Fasoyino, M. Sahoo, C. J. Bettles, G. Prior; Proc. of the 1st Internat. Light Metals Technology Conference, A. Dahl (Hrsg.) (2003) 137.
- [FIR01] Firmenprospekt Elektroschmelzwerk Kempten, München (D).
- [FIR02] Firmenprospekt H.C. Starck, Goslar (D).
- [FIR03] Firmenprospekt Fine Ceramic Powder, Norton AS, Lillesand (SWE).
- [FRI01] C.M. Friend; J. Mat. Sc. **22** (1987) 3005.
- [FRI02] C. Fritze; „Infiltration keramischer Faserformkörper mit Hilfe des Verfahrens des selbstgenerierenden Vakuums (SGV)“ Dissertation an der TU Clausthal (1997).
- [FRO01] H.J. Frost und M.F. Ashby; Deformation-Mechanism Maps, Pergamon Press Oxford (1982) 43.

- [GAR01] F. Garofalo; Trans. Met. Soc. **227** (1963) 351.
- [HAN01] B.Q. Han, D.C. Dunand; Mat. Sci. Eng. **A300** (2001) 235.
- [HAR01] J. Harper, J.E. Dorn; Acta Metall. **5** (1957) 654.
- [HAR02] J.E. Harris, R.B. Jones; J. Nucl. Mat. **10** 4 (1963) 360.
- [HEG01] H. Hegeler, R. Buschmann, I. Elstner; in „Metallische Verbundwerkstoffe“ K.U. Kainer (Hrsg.) DGM Informationsgesellschaft Oberursel (1994) 101.
- [HER01] C. Herring; J. Appl. Phys. **21** (1950) 437.
- [HOL01] A.F. Hollemann, E. Wiberg; „Lehrbuch der anorganischen Chemie“ Walter de Gruyter Verlag Berlin ISBN 3-11-007511-3 (1985).
- [HOR01] N. Hort et al.; „Magnesium Matrix Composites“, in : Magnesium Technology, H.E. Friedrich und B.L. Mordike (Hrsg.) ISBN 3-540-20599-3 Springer Verlag (2005) 315.
- [JAF01] N. Jaffe, J.E. Dorn; Trans. AIME **224** (1962) 1167.
- [HYD01] Datenblatt HYDRO Magnesium, (2001).
- [JAN01] A.M. Jansen und D.C. Dunand; Acta Mater. **45** 11 (1997) 4583.
- [JOH01] D.D. Johnson und H.G. Sowman; „Engineered Materials Handbook“ Vol.1 ASM International, Metals Park (1987) 60.
- [KAI01] R. Kaibyshev, F. Musin, E. Avtokratova, Y. Motohashi; Mat. Sci. Eng. accepted, in press.
- [KAI02] K.U.Kainer, B.L. Mordike; Metall **44** (1990) 438.
- [KAI03] K.U. Kainer; Proc. of Int. Conf. on Cast Composites, Zakopane, Polen (1995) 21.
- [KAI04] K.U. Kainer; in: „Haftung bei Verbundwerkstoffen und Werkstoffverbunden“ W. Brockmann (Hrsg.) DGM Informationsgesellschaft Oberursel (1990) 131.
- [KAI05] K.U. Kainer, B.L. Mordike; Proc. Verbundwerk Wiesbaden, Kochendörfer (Hrsg.) (1990) 17.1.
- [KAI06] K.U. Kainer, J. Schröder; Proc. of the Int. Conf. on Powder Metallurgy PM90, Vol. 2, The Institute of Metals, London (1990) 398.

- [KAI07] K.U. Kainer; in: Proc. of the 12th Risø Intern. Symposium on Materials Science, N. Hansen (Hrsg.) (1991) 429.
- [KAK01] K. Kakehi; Scr. Mat. **41** 5 (1999) 461.
- [KAU01] G. Kausträter; Fortschritt-Berichte VDI, VDI-Verlag Reihe 5 Nr. 663 (2002)
- [KEL01] A. Kelly, K.N. Street; Proc. Roy. Soc. Lond. **A328** (1972) 283.
- [KEL02] A. Kelly, G.J. Davies; Met. Rev. **10** (1965) 1.
- [KIE01] J. Kiehn; „Thermische Spannungen in kurzfaserverstärkten Magnesiummatrix-Verbundwerkstoffen“ Dissertation an der TU Clausthal ISBN 3-89720-401-0 (2000).
- [KOC01] U.F. Kocks; Phil. Mag. **13** (1966) 541.
- [KRÜ01] G. Krüger, K.U. Kainer; Proc. ICCM-9, Vol. 2, A. Miravete (Hrsg.) University of Zaragoza and Woodhead Publishing Ltd (1993) 15.
- [LAG01] R. Lagneborg; Int. Met. Reviews No. 165 (1972).
- [LAN01] Landolt-Börnstein, New Series III, 26, Self-diffusion in Aluminum group metals.
- [LAN02] T.G. Langdon; Met. Mat. Trans. **33A** (2002) 249.
- [LI01] Y. Li, T.G. Langdon; Scr. Mater. **36** 12 (1997) 1457.
- [LI02] Y. Li, T.G. Langdon; Met. Mat. Trans. **29A** (1998) 2523.
- [LI03] Y. Li, T.G. Langdon; Acta Mater. **46** 4 (1998) 1143.
- [LI04] Y. Li, T.G. Langdon; Acta Mater. **45** 11 (1997) 4797.
- [LI05] Y. Li, T.G. Langdon; Met. Mat. Trans. **30A** (1999) 2059.
- [LOM01] W.M. Lomer; Phil. Mag. **42** (1951) 1327.
- [LUO01] A. Luo, M. Pekguleryuz; J. Mat. Sc. **29** (1994) 5259.
- [NAB01] F.R.N. Nabarro; The Physical Soc., London; (1948) 75.
- [MA01] Y. Ma, T.G. Langdon; Mat. Sci. Eng. **A230** (1997) 183.
- [MCD01] D.L. McDanel, R.W. Jech, J.W. Weeton; Trans. AIME **233** (1965) 636.
- [MCL01] D. McLean; Rep. on Progress in Phys. **29** (1966) 1.

-
- [MCT01] W.J. McTegart; Acta Met. **9** (1961) 614.
- [MER01] Datenblatt Meridian; www.meridian-mag.com/magnesium/datasheet.pdf
- [MIL01] K. Milicka, J. Cadek und P. Rys; Acta Met. **18** (1970) 1071.
- [MIL02] W.K. Miller; Met. Trans. **22A** (1991) 873-877.
- [MOH01] F.A. Mohamed, K.T. Park, E.J. Lavernia; Mat. Sc. Engin. **A150** (1992) 21.
- [MOH02] F.A. Mohamed, T.J. Langdon; Acta Metall. **22** (1974) 779.
- [MOL01] F. Moll; "Untersuchungen zu den Eigenschaften SiC-partikelverstärkter Magnesiummatrix-Verbundwerkstoffe unter Einfluß erhöhter Temperatur und Spannung" Dissertation an der TU Clausthal ISBN 3-89720-399-5 (2000).
- [OLI01] W.C. Oliver, W.D. Nix; Acta Metall. **30** (1982) 1335.
- [ORO01] E. Orowan: in M.Cohen (ed.) Dislocation in metals AIME, New York (1954) 131.
- [ÖTT01] O. Öttinger, R.F. Singer; Z. Metallkd. **84** 12 (1993) 827.
- [PAH01] M. Pahutova, V. Sklenicka, K. Kucharova, M. Svoboda; Int. J. of Materials & Product Techn. **18** (2003) 116.
- [PAN01] A.B. Pandey, R.S. Mishra und Y.R. Mahajan; Scr. Met. Mat. **24** (1990) 1565.
- [POI01] J.P. Poirier: Creep of crystals, high temperature deformation processes in metals, ceramics and minerals (1985) ISBN 0 521 27851 1, Cambridge University Press 201.
- [POW01] B.R. Powell, V. Rezhets, M.P. Balogh R.A. Waldo; JOM **54** 8 (2002) 34.
- [QUE01] D.J. Quesnel; Scr. Met. **20** (1986) 1591.
- [RAJ01] R. Raj, M.F. Ashby ; Met. Trans. **2** 4 (1971) 1113.
- [REG01] M. Regev, E. Aghion, A. Rosen; Mat. Sc. Eng. **A234-236** (1997) 123.
- [REG02] M. Regev, E. Aghion, A. Rosen, M. Bamberger; Mat. Sc. Eng. **A252** (1998) 6.
- [ROB01] S.L. Robinson, O.D. Sherby; Acta Met. **17** (1969) 109.

- [RÖS01] J. Rösler, G. Bao, A.G. Evans; Acta Met. Mat. **39** 11 (1991) 2733.
- [SAF01] Datenblatt Saffilfasern, ICI (2000)
- [SAF02] Internet: www.saffil.com
- [SCH01] E. Schmid; Z. Elektrochem. **37** (1931) 447.
- [SCH02] J. Schlichting, G. Elssner, K.M. Grünthaler; Verbundwerkstoffe, Grundlagen und Anwendung, Expert-Verlag, Renningen (1978).
- [SHE01] O.D. Sherby, P.M. Burke; Progress in Mater. Sc. **13** (1968) 325.
- [SHE02] O:D: Sherby et al.; Metall. Trans. **A8** (1977) 843.
- [SHE03] P.G. Shewmon, F.N. Rhines; Trans. AIME **200** (1954) 1021.
- [SKL01] V. Sklenicka, M. Pahutova, K. Kucharova, M. Svoboda, T.G. Langdon; Key Engin. Mater. **171-174** (2000) 593.
- [SOM01] B. Sommer; "Untersuchungen zum Kriechverhalten der kohlenstoffaserverstärkten Magnesiumlegierung AS41" Dissertation an der TU Clausthal ISBN 3-89720-441-X (2000).
- [SOM02] B. Sommer, K.U. Kainer, H. Bereck; Proceedings of the ICCM-11, Gold Coast, Australia (1997) 221.
- [SPI01] S. Spigarelli et al.; Mat. Sci. Eng. **A289** (2000) 172.
- [SQU01] R.L. Squires, R.T Weiner; J. Nucl. Mat. **8** 1 (1963) 77.
- [SUZ01] M. Suzuki et al.; Mat. Sci. Eng. **A319-321** (2001) 751.
- [TAY01] M. Taya, R.J. Arsenault; Scr. Met. **21** (1987) 349.
- [TJO01] S.C. Tjong, Z.Y. Ma; Comp. Sci. Techn. **57** (1997) 697.
- [TRO01] T.A. Trozera et al.; Transactions of the ASM **53** (1961) 123.
- [TRO02] A. Troost, E. El-Magd, E. Mokhtar; Z. Metallkd. **68** (1977) 705.
- [VAG01] S.S. Vagarali und T.J. Langdon; Acta Met. **29** (1981) 1969.
- [WAK01] K. Wakashima, T. Moriyama und T. Mori; Acta Mater. **48** (200) 891.
- [WEE01] J. Weertman; J. Appl. Phys. **26** 10 (1955) 1213.
- [WEE02] J. Weertman; J. Appl. Phys. **28** 3 (1957) 362.

- [WEE03] J. Weertman; J. Appl. Phys. **28** 4 (1957) 1185.
- [WES01] H. Westengen, D.L. Albright, A. Nygard; SAE Techn. Paper 900534 (1990).
- [WHI01] J.D. Whittenberger, M.V. Nathal und D.J. Gaydosh; Intermetallics **2** (1994) 193.
- [ZHA01] P. Zhang; Scr. Mater. **52** (2005) 277.

8 APPENDIX

8.1 Zeichen und Abkürzungen

	Parallel
⊥	Senkrecht
o	Zustand zur Zeit $t = 0$ (Index)
ΔA	Aktivierungsfläche
A, A', A'', A'''	Materialabhängige Konstanten
A	Feldeigenschaft
a_0	Gitterkonstante
a	Ordinatenabschnitt der Geradengleichung
α	Zahl der Atome in einer Elementarzelle
α	Materialabhängige Konstante
α	Linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient
b	Burgersvektor
β	Materialabhängige Konstante
B	Konstante (0,2)
C	Empirischer Faserverteilungskoeffizient
C_L	Leerstellenkonzentration
D	Diffusionskoeffizient
D_0	Diffusionskoeffizient der Selbstdiffusion
D_{GD}	Diffusionskoeffizient der Gitterdiffusion
D_{KD}	Diffusionskoeffizient der Korngrenzendiffusion
DTA	Differenz-Thermo-Analyse

d	Durchmesser
d_F	Faserdurchmesser
\vec{d}	Vektor
Δ	Differenz
δ	Korngrenzendicke
E	Elastizitätsmodul
ε	Dehnung
ε_{EI}	Elastische Dehnung
ε_{Ges}	Gesamtdehnung
ε_p	Primäre Kriechdehnung
ε_s	Sekundäre Kriechdehnung
ε_t	Tertiäre Kriechdehnung
η	Gleitfaktor
F_A	Auftriebskraft
f	Faservolumengehalt
F	Faser (Index)
G	Schubmodul
g	Schwerebeschleunigung
$\dot{\gamma}_z$	Schergeschwindigkeit
h	Verfestigungskoeffizient
h	Amplitude
j_i	Materialfluss
k	Boltzmannkonstante
λ	Wellenlänge

λ	Mittlere Entfernung zwischen Sprüngen in Schraubenversetzungen
l	Faserlänge
l_c	Kritische Faserlänge
M	Matrix (Index)
MMC	Verbundwerkstoff (Index)
m	Masse
N	Anzahl der Versetzungsquellen
n	Spannungsexponent
n_t	wahrer Spannungsexponent
P	Porosität
p	Korngrößenexponent
Q_c	Aktivierungsenergie beim Kriechen
Q_s	Aktivierungsenergie für die Selbstdiffusion
r	Radius
r	Erholungsrate
R	Allgemeine Gaskonstante (= 8,3143 [J/molK])
RT	Raumtemperatur (= 20 °C)
ρ	Dichte
s	Standardabweichung
σ	Spannung
σ_{dB}	Druckfestigkeit
$\sigma_{dF0,2}$	0,2%-Stauchgrenze
σ_e	Effektive Spannung
σ_0	Schwellenspannung

T	Temperatur
T_m	Schmelztemperatur
t	Zeit
τ	Schubspannung
Θ_F	Faservolumengehalt
\dot{u}	Verschiebungsgeschwindigkeit
U_L	Bildungsenergie für Leerstellen
V	Volumen
\bar{x}	Mittelwert
x, y, z	Ortskoordinaten

8.2 Druckversuche

8.2.1 Spannungs-Stauchungs-Kurven der Legierung AE42 bei 150°C

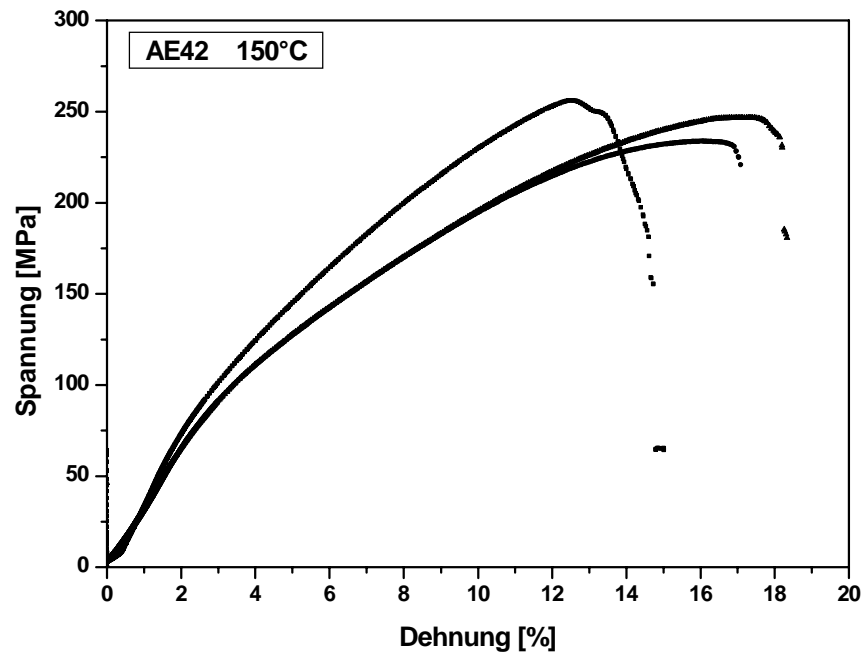


Abbildung 66: Spannungs-Stauchungs-Kurven der Legierung AE42 bei 150 °C

Tabelle 14: $\sigma_{dF0,2}$ und σ_{dB} der drei Versuche bei 150 °C mit Mittelwert und Standardabweichung

	V1	V2	V3	\bar{x}	s
$\sigma_{dF0,2}$ [MPa]	88,6	88,4	88,1	88,4	0,24
σ_{dB} [MPa]	256,2	246,7	233,7	245,5	11,2

8.2.2 Spannungs-Stauchungs-Kurven der Legierung AE42 bei 175°C

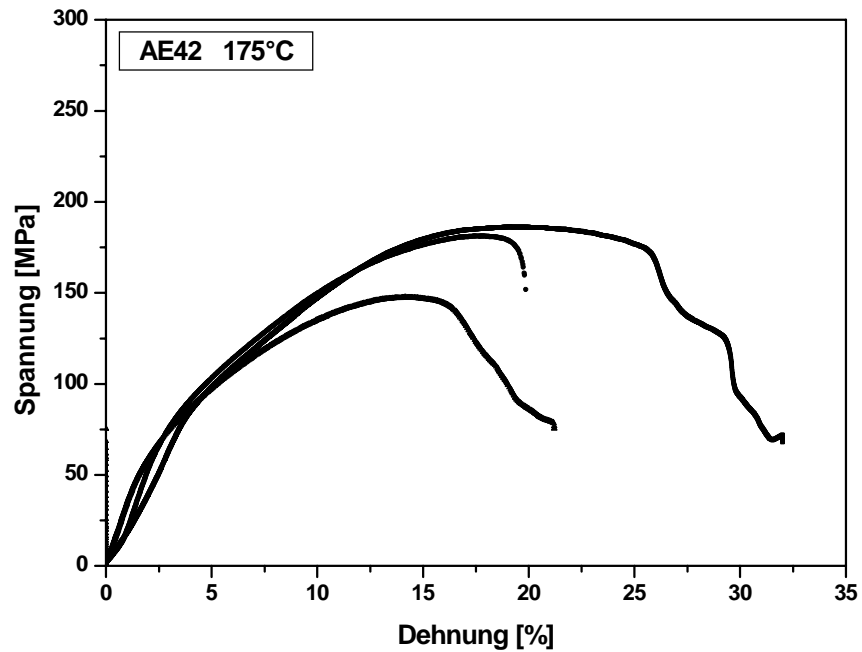


Abbildung 67: Spannungs-Stauchungs-Kurven der Legierung AE42 bei 175 °C

Tabelle 15: $\sigma_{dF0,2}$ und R_m der drei Versuche bei 175 °C mit Mittelwert und Standardabweichung

	V1	V2	V3	\bar{x}	s
$\sigma_{dF0,2}$ [MPa]	87,9	77,3	73,9	79,7	0,36
σ_{dB} [MPa]	186,2	181,2	147,5	171,6	21,1

8.2.3 Spannungs-Stauchungs-Kurven der Legierung AE42 bei 200°C

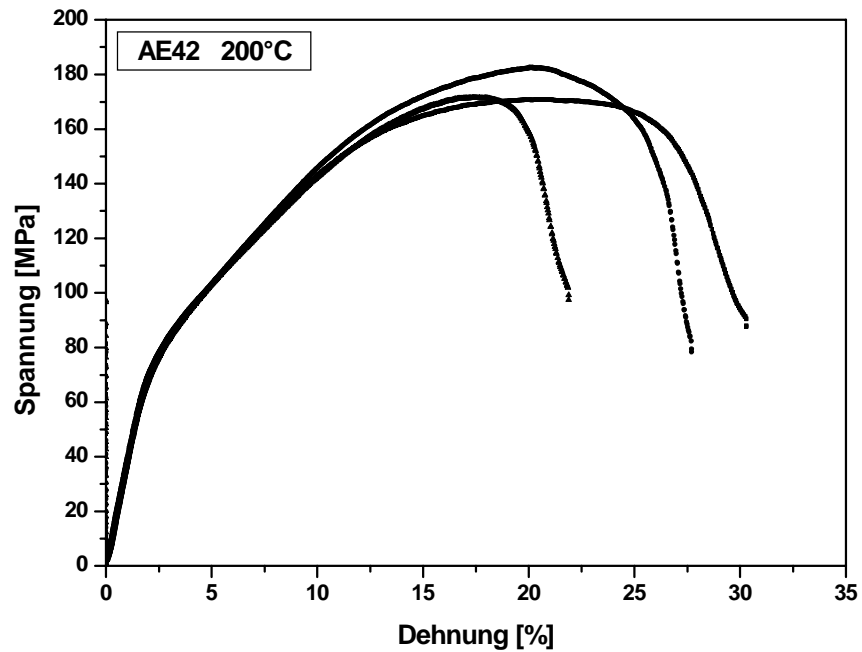


Abbildung 68: Spannungs-Stauchungs-Kurven der Legierung AE42 bei 200 °C

Tabelle 16: $\sigma_{dF0,2}$ und R_m der drei Versuche bei 200 °C mit Mittelwert und Standardabweichung

	V1	V2	V3	\bar{x}	s
$\sigma_{dF0,2}$ [MPa]	70,1	68,6	72,2	70,3	1,8
σ_{dB} [MPa]	170,9	182,5	171,5	174,9	6,5

8.2.4 Spannungs-Stauchungs-Kurven der Legierung AE42 bei 240°C

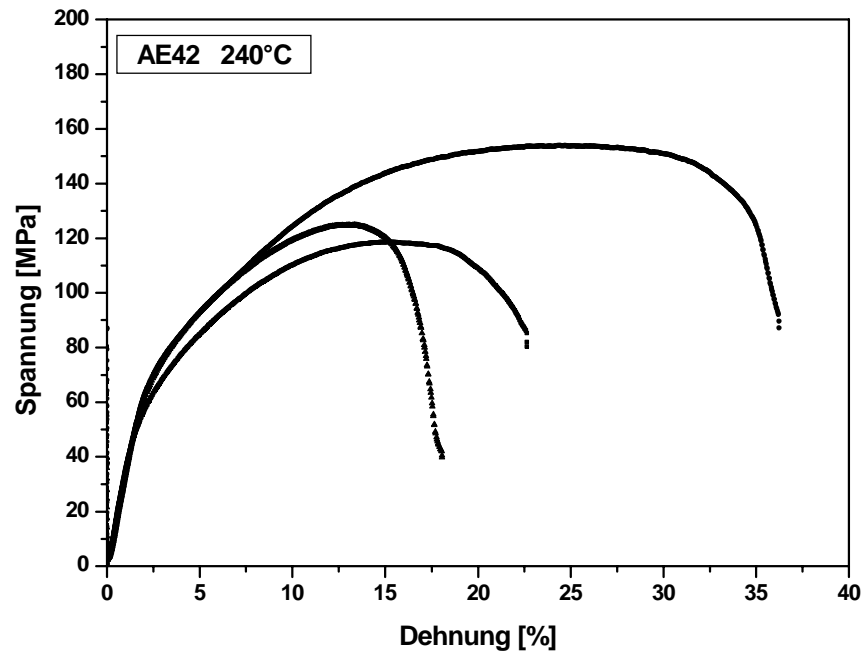


Abbildung 69: Spannungs-Stauchungs-Kurven der Legierung AE42 bei 240 °C

Tabelle 17: $\sigma_{dF0,2}$ und R_m der drei Versuche bei 240 °C mit Mittelwert und Standardabweichung

	V1	V2	V3	\bar{x}	s
$\sigma_{dF0,2}$ [MPa]	56,1	61,7	65,5	61,1	4,7
σ_{dB} [MPa]	118,6	124,8	153,8	132,4	18,8

8.2.5 Spannungs-Stauchungs-Kurven des Verbundwerkstoffs bei 150°C

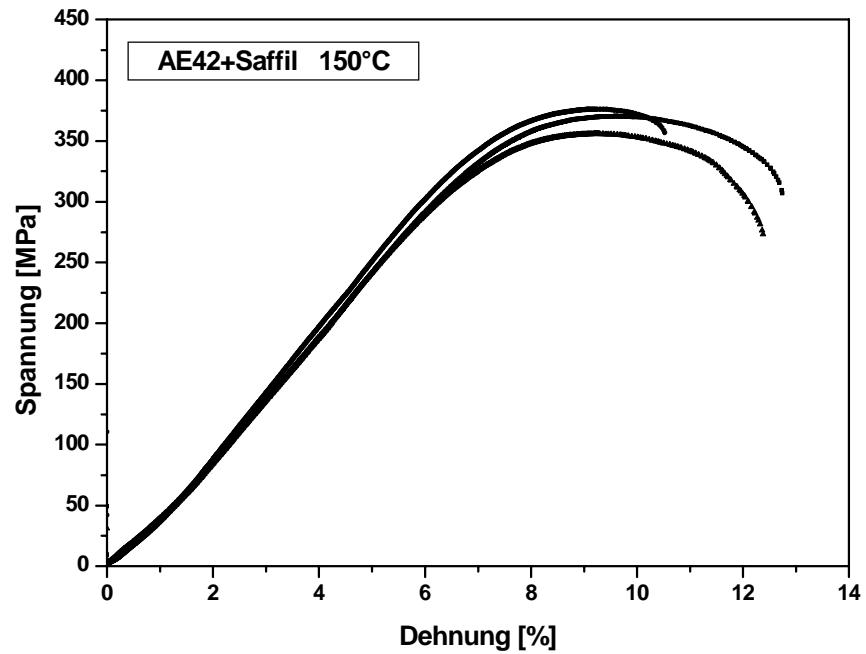


Abbildung 70: Spannungs-Stauchungs-Kurven des Verbundwerkstoffs bei 150 °C

Tabelle 18: $\sigma_{dF0,2}$ und R_m der drei Versuche bei 150 °C mit Mittelwert und Standardabweichung

	V1	V2	V3	\bar{x}	s
$\sigma_{dF0,2}$ [MPa]	328,0	327,1	316,6	323,9	6,4
σ_{dB} [MPa]	370,4	376,1	355,8	367,4	10,4

8.2.6 Spannungs-Stauchungs-Kurven des Verbundwerkstoffs bei 175°C

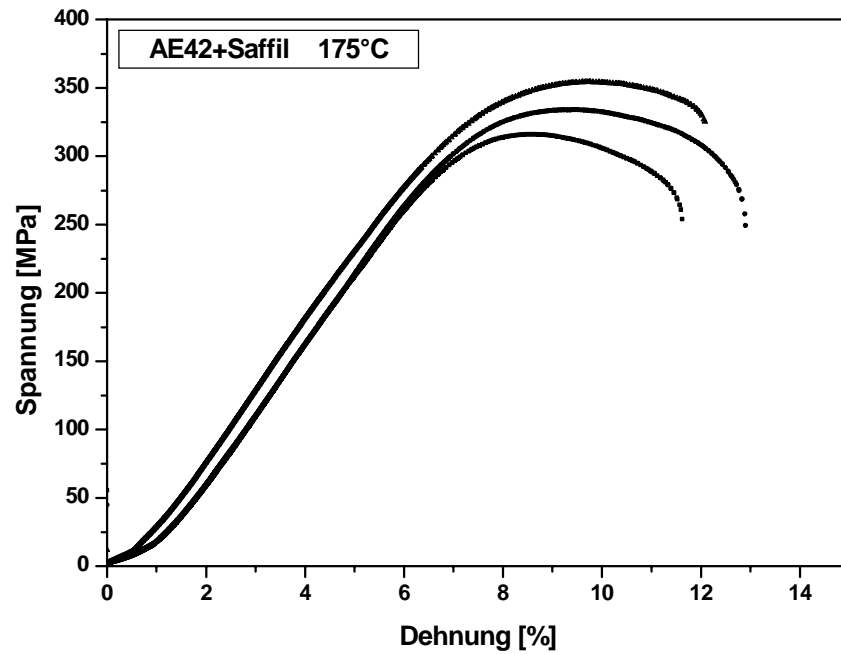


Abbildung 71: Spannungs-Stauchungs-Kurven des Verbundwerkstoffs bei 175 °C

Tabelle 19: $\sigma_{dF0,2}$ und R_m der drei Versuche bei 175 °C mit Mittelwert und Standardabweichung

	V1	V2	V3	\bar{x}	s
$\sigma_{dF0,2}$ [MPa]	276,9	294,4	284,1	285,2	8,8
σ_{dB} [MPa]	315,9	333,9	354,4	334,7	19,2

8.2.7 Spannungs-Stauchungs-Kurven des Verbundwerkstoffs bei 200°C

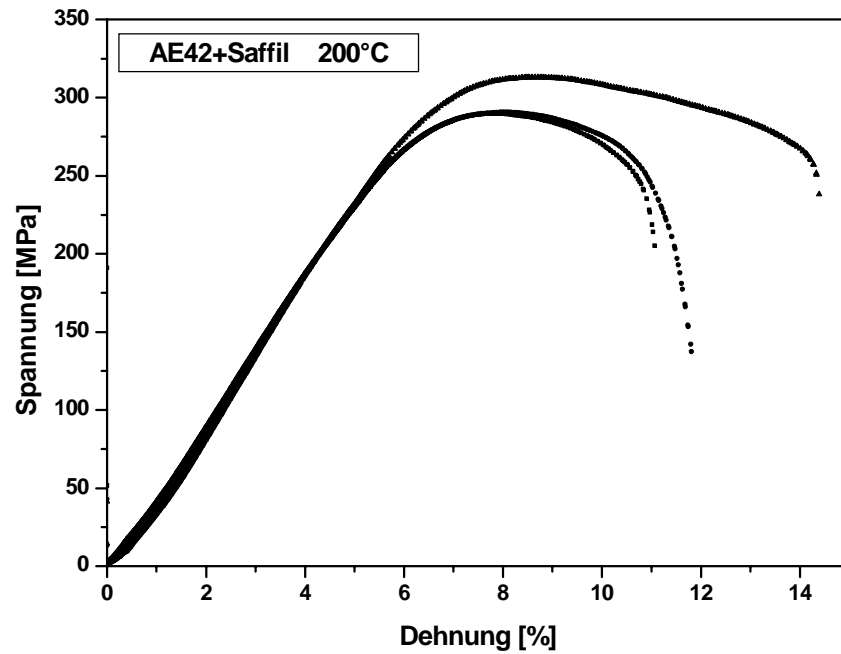


Abbildung 72: Spannungs-Stauchungs-Kurven des Verbundwerkstoffs bei 200 °C

Tabelle 20: $\sigma_{dF0,2}$ und R_m der drei Versuche bei 200 °C mit Mittelwert und Standardabweichung

	V1	V2	V3	\bar{x}	s
$\sigma_{dF0,2}$ [MPa]	235,8	251,6	245,8	244,4	8,0
σ_{dB} [MPa]	289,8	313,1	290,6	287,8	13,2

8.2.8 Spannungs-Stauchungs-Kurven des Verbundwerkstoffs bei 240°C

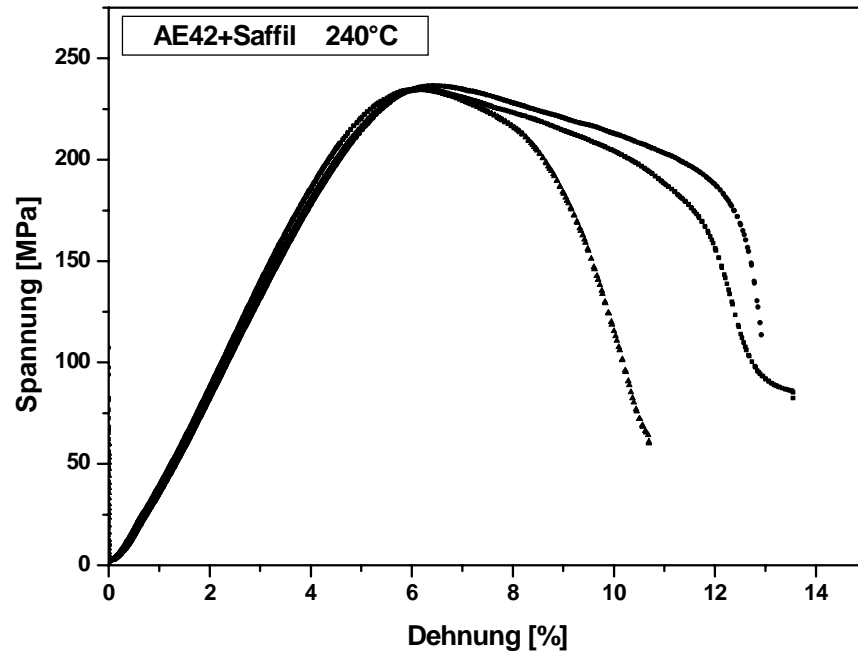


Abbildung 73: Spannungs-Stauchungs-Kurven des Verbundwerkstoffs bei 240 °C

Tabelle 21: $\sigma_{dF0,2}$ und R_m der drei Versuche bei 240 °C mit Mittelwert und Standardabweichung

	V1	V2	V3	\bar{x}	s
$\sigma_{dF0,2}$ [MPa]	202,5	204,7	203,2	203,5	1,1
σ_{dB} [MPa]	234,8	234,5	236,3	235,2	1,0

8.2.9 Spannungs-Stauchungs-Kurven des Verbundwerkstoffs bei 270°C

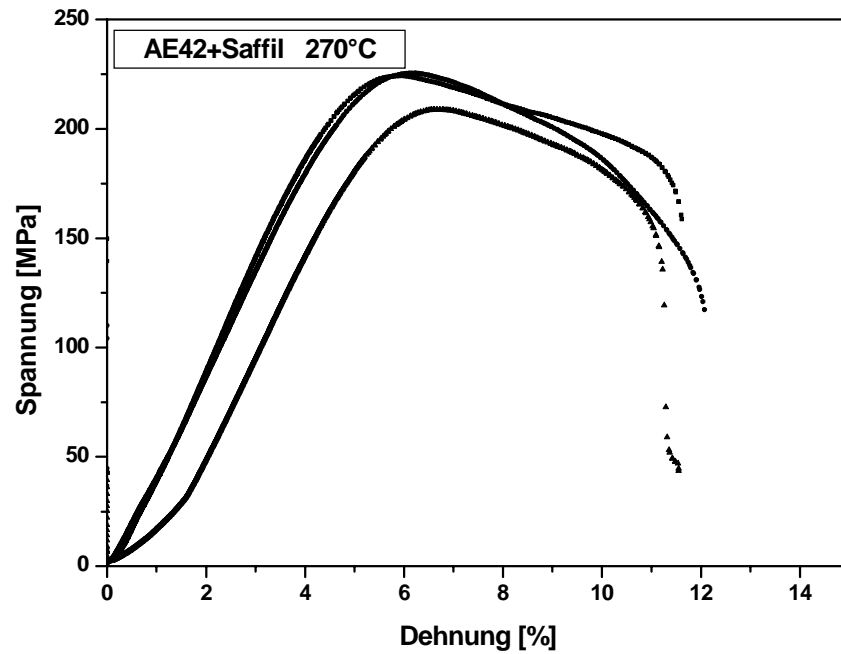


Abbildung 74: Spannungs-Stauchungs-Kurven des Verbundwerkstoffs bei 270 °C

Tabelle 22: $\sigma_{dF0,2}$ und R_m der drei Versuche bei 270 °C mit Mittelwert und Standardabweichung

	V1	V2	V3	\bar{x}	s
$\sigma_{dF0,2}$ [MPa]	192,1	182,9	197,1	190,7	7,2
σ_{dB} [MPa]	224,2	208,8	225,5	219,5	9,3

8.2.10 Spannungs-Stauchungs-Kurven des Verbundwerkstoffs bei 300°C

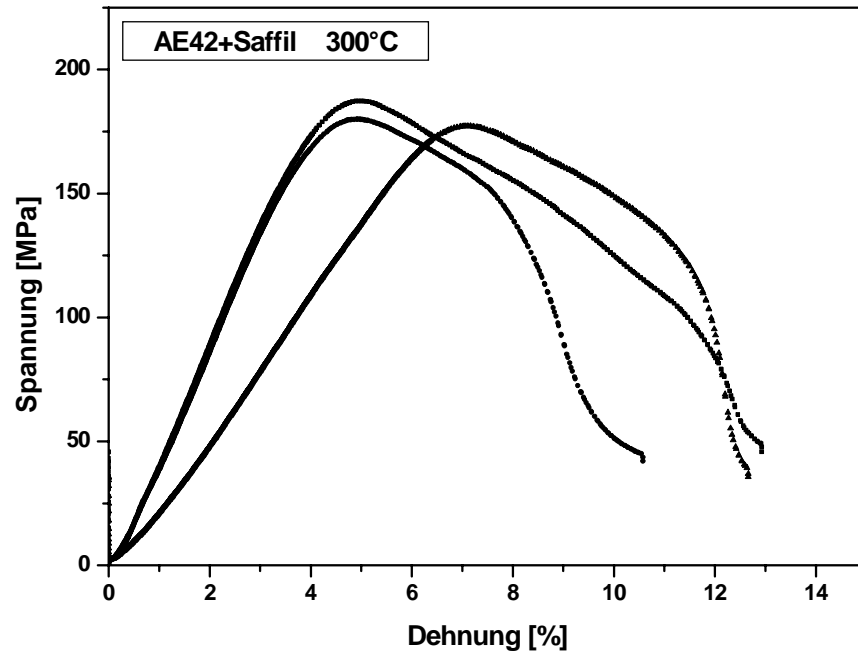


Abbildung 75: Spannungs-Stauchungs-Kurven des Verbundwerkstoffs bei 300 °C

Tabelle 23: $\sigma_{dF0,2}$ und R_m der drei Versuche bei 300 °C mit Mittelwert und Standardabweichung

	V1	V2	V3	\bar{x}	s
$\sigma_{dF0,2}$ [MPa]	170,3	169,5	165,3	168,4	2,7
σ_{dB} [MPa]	187,3	177,2	179,9	181,5	5,2

8.3 Kriechkurven

8.3.1 Kriechkurven AE42 im Zugversuch

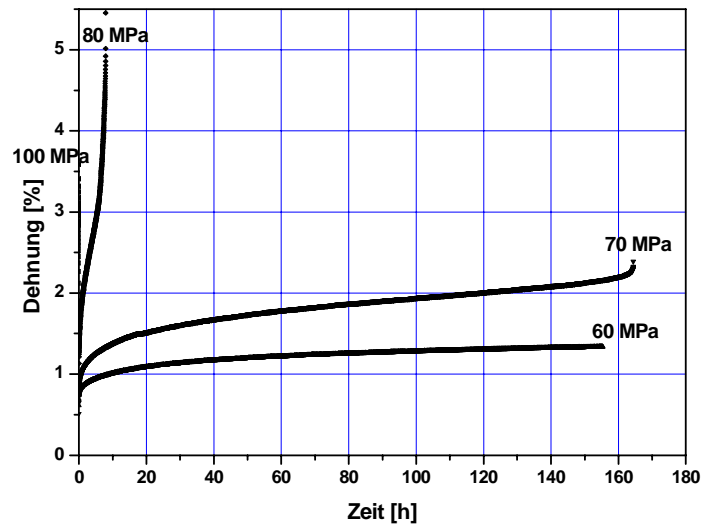


Abbildung 76: Kriechkurven der Legierung AE42 im Zugversuch bei 150 °C

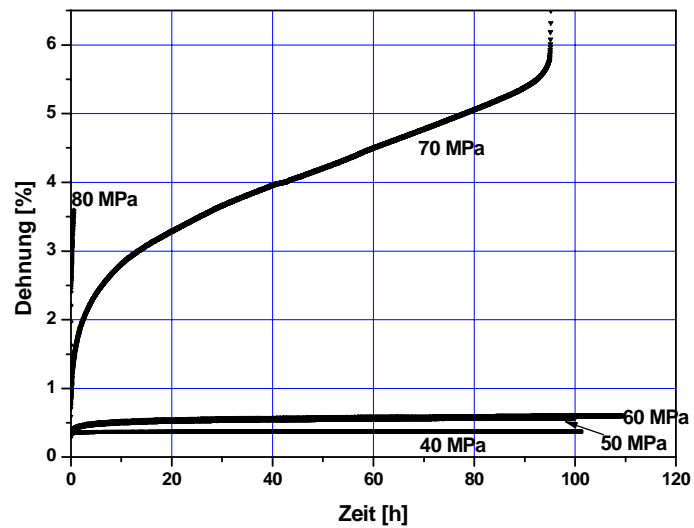


Abbildung 77: Kriechkurven der Legierung AE42 im Zugversuch bei 175 °C

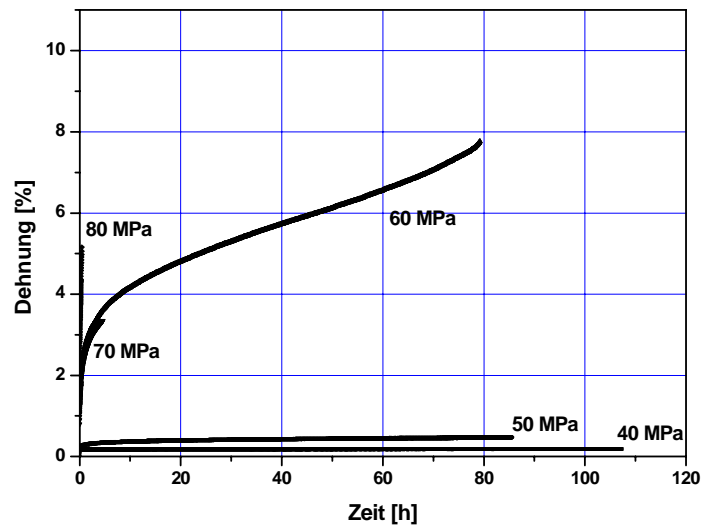


Abbildung 78: Kriechkurven der Legierung AE42 im Zugversuch bei 200 °C

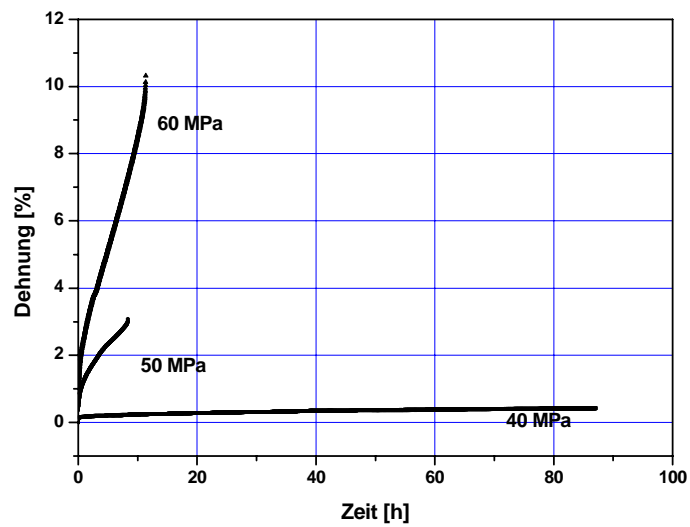


Abbildung 79: Kriechkurven der Legierung AE42 im Zugversuch bei 240 °C

8.3.2 AE42 im Druckversuch

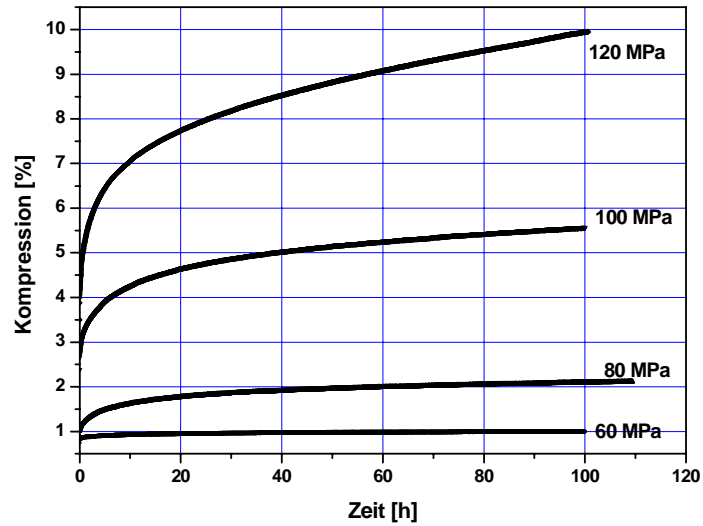


Abbildung 80: Kriechkurven der Legierung AE42 im Druckversuch bei 150 °C

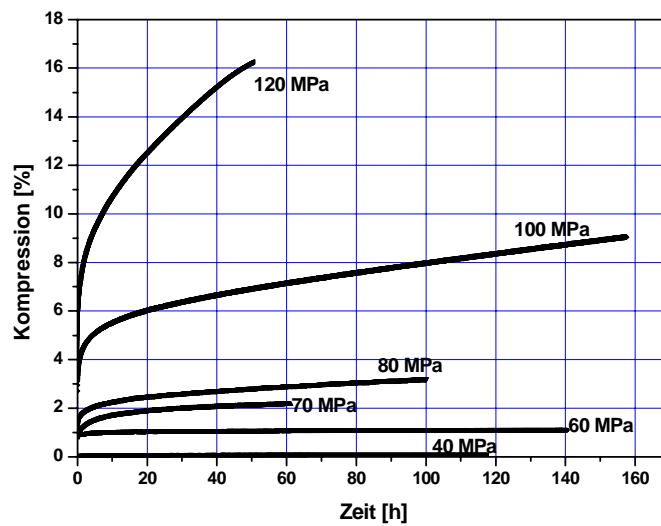


Abbildung 81: Kriechkurven der Legierung AE42 im Druckversuch bei 175 °C

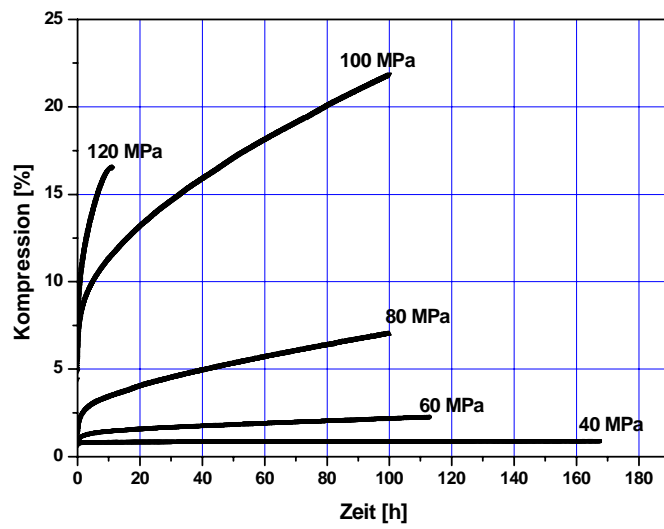


Abbildung 82: Kriechkurven der Legierung AE42 im Druckversuch bei 200 °C

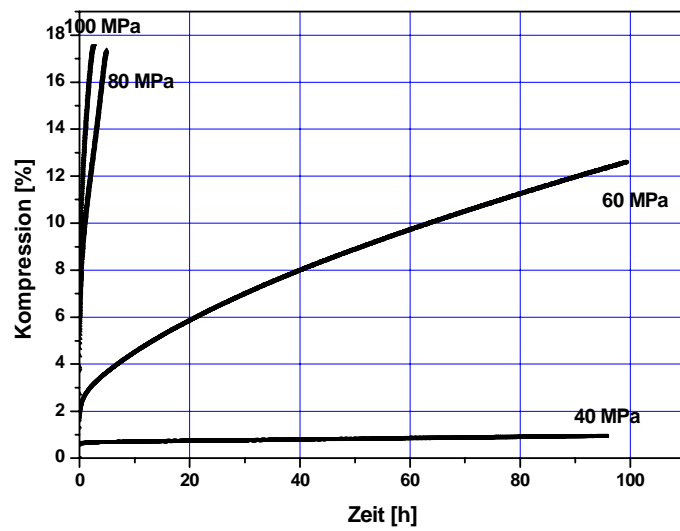


Abbildung 83: Kriechkurven der Legierung AE42 im Druckversuch bei 240 °C

8.3.3 AE42 + 20% Saffil im Zugversuch

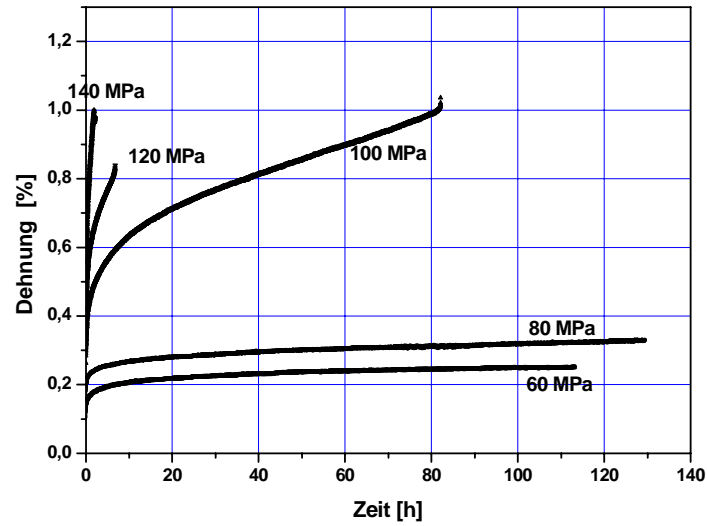


Abbildung 84: Kriechkurven des Verbundwerkstoffs im Zugversuch bei 175 °C

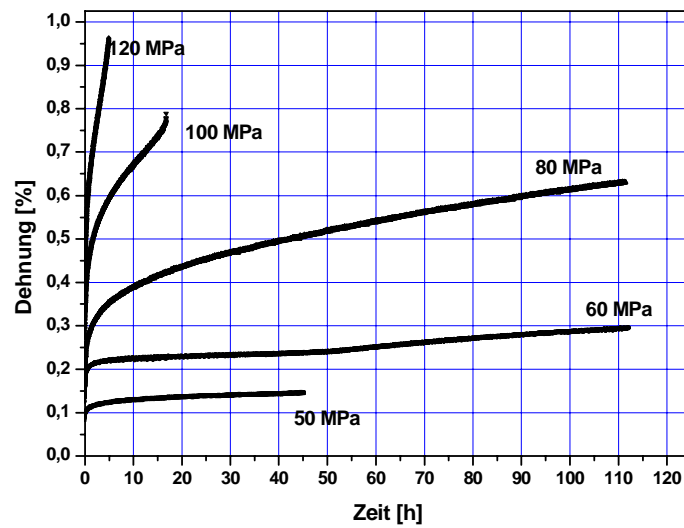


Abbildung 85: Kriechkurven des Verbundwerkstoffs im Zugversuch bei 200 °C

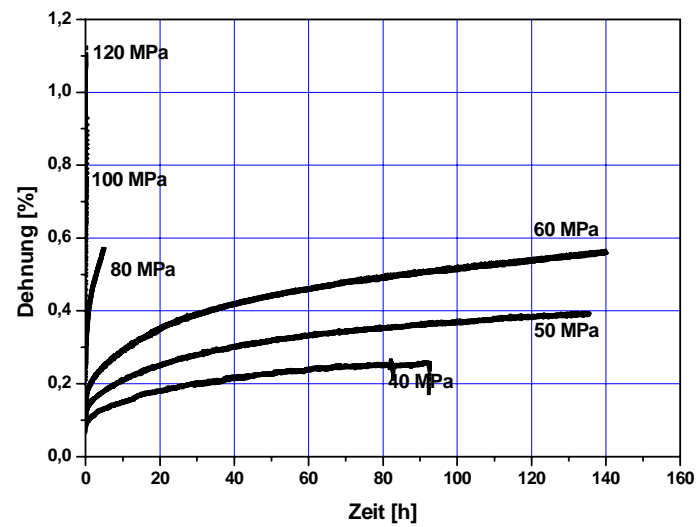


Abbildung 86: Kriechkurven des Verbundwerkstoffs im Zugversuch bei 240 °C

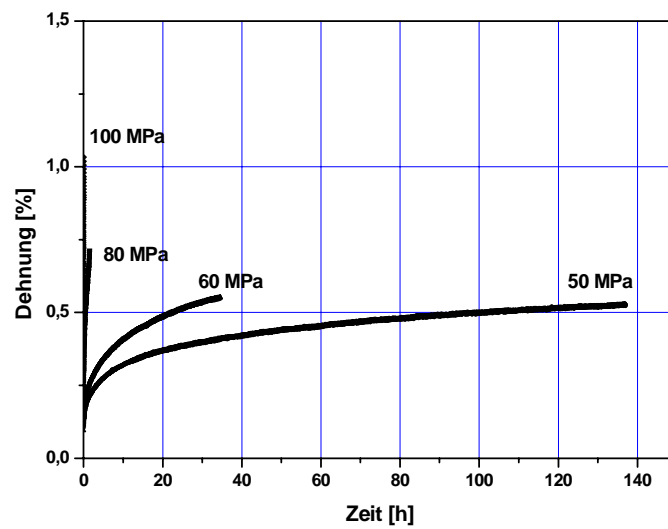


Abbildung 87: Kriechkurven des Verbundwerkstoffs im Zugversuch bei 270 °C

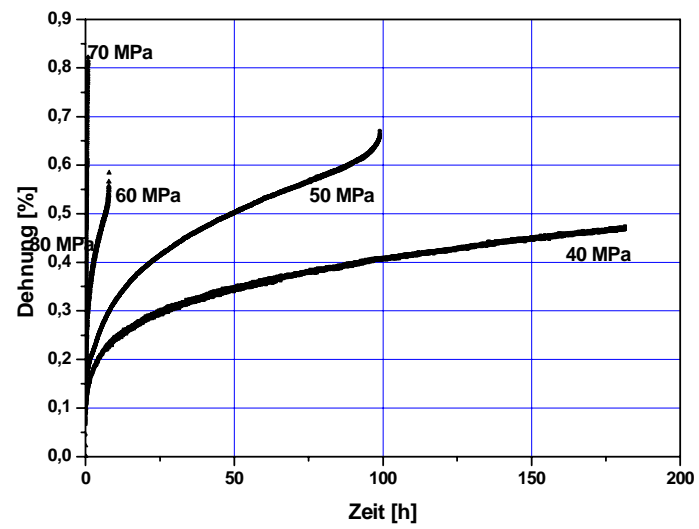


Abbildung 88: Kriechkurven des Verbundwerkstoffs im Zugversuch bei 300 °C

8.3.4 AE42 + 20% Saffil im Druckversuch

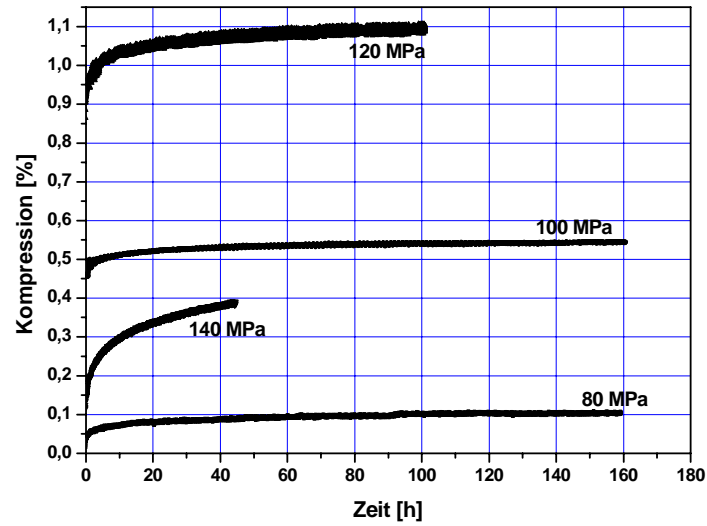


Abbildung 89: Kriechkurven des Verbundwerkstoffs im Druckversuch bei 175 °C

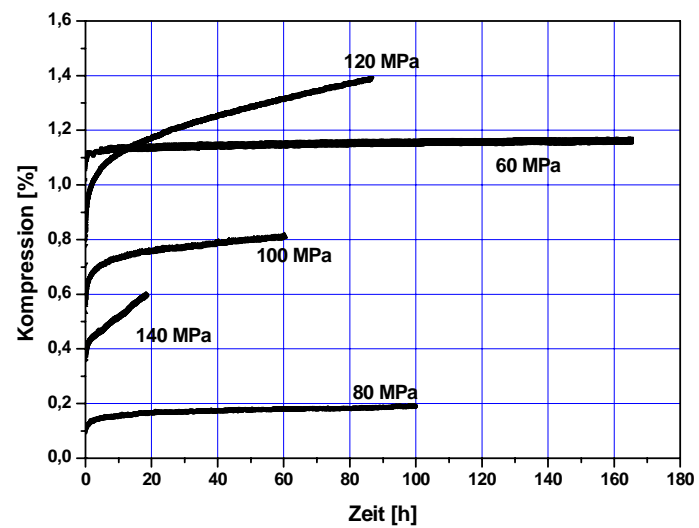


Abbildung 90: Kriechkurven des Verbundwerkstoffs im Druckversuch bei 200 °C

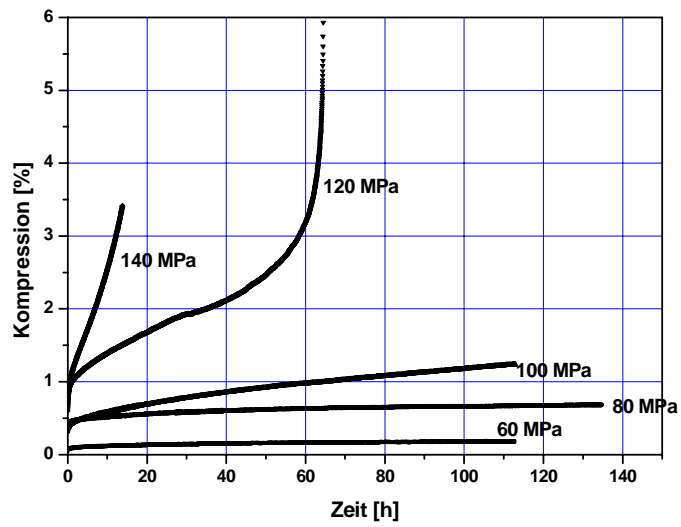


Abbildung 91: Kriechkurven des Verbundwerkstoffs im Druckversuch bei 240 °C

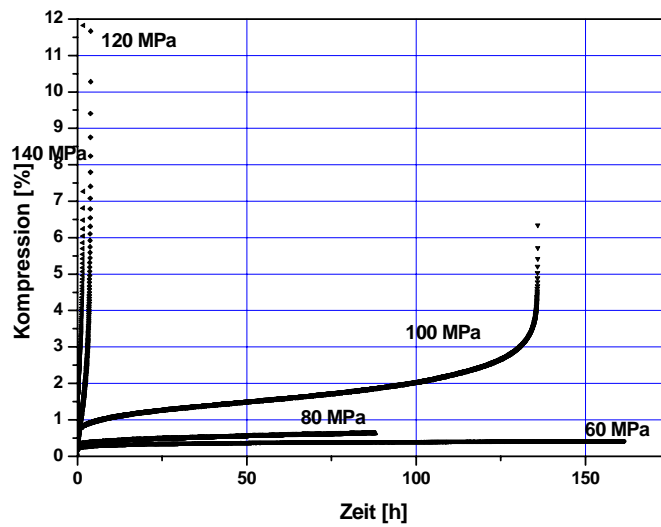


Abbildung 92: Kriechkurven des Verbundwerkstoffs im Druckversuch bei 270 °C

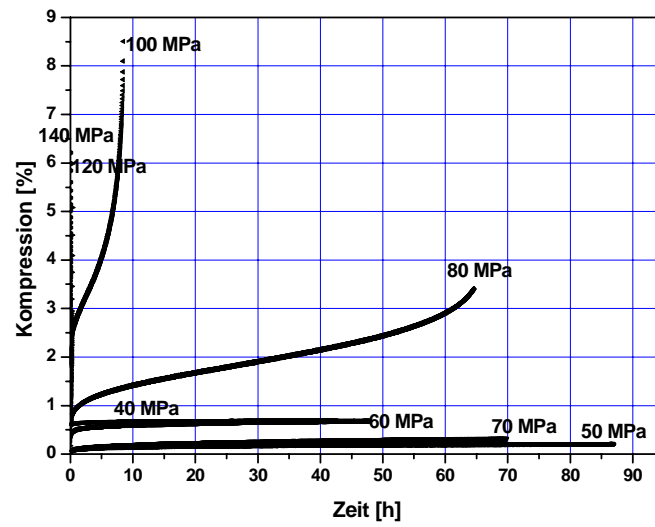


Abbildung 93: Kriechkurven des Verbundwerkstoffs im Druckversuch bei 300 °C

8.3.5 Minimale Kriechraten

Tabelle 24: Minimale Kriechraten der Zugkriechversuche an der Legierung AE42

T [°C]	σ [MPa]	$\dot{\epsilon}_s$ [s ⁻¹]	T [°C]	σ [MPa]	$\dot{\epsilon}_s$ [s ⁻¹]
150	60	$9,52 \cdot 10^{-10}$	200	40	$4,54 \cdot 10^{-10}$
150	70	$1,19 \cdot 10^{-8}$	200	50	$\varnothing = 3,29 \cdot 10^{-9}$
150	80	$6,01 \cdot 10^{-7}$	200	60	$1,14 \cdot 10^{-7}$
150	100	$4,38 \cdot 10^{-5}$	200	70	$4,4 \cdot 10^{-7}$
175	50	$1,14 \cdot 10^{-9}$	200	80	$1,12 \cdot 10^{-5}$
175	60	$6,17 \cdot 10^{-8}$	240	40	$4,58 \cdot 10^{-9}$
175	70	$7,93 \cdot 10^{-7}$	240	50	$4,77 \cdot 10^{-7}$
175	80	$6,67 \cdot 10^{-6}$	240	60	$7,07 \cdot 10^{-6}$

Tabelle 25: Minimale Kriechraten der Druckkriechversuche an der Legierung AE42

T [°C]	σ [MPa]	$\dot{\epsilon}_s$ [s ⁻¹]	T [°C]	σ [MPa]	$\dot{\epsilon}_s$ [s ⁻¹]
150	60	$7,25 \cdot 10^{-10}$	200	40	$5,67 \cdot 10^{-10}$
150	80	$6,45 \cdot 10^{-9}$	200	60	$1,88 \cdot 10^{-8}$
150	100	$1,94 \cdot 10^{-8}$	200	80	$8,83 \cdot 10^{-8}$
150	120	$6,05 \cdot 10^{-8}$	200	100	$\varnothing = 1,75 \cdot 10^{-7}$
175	40	$2,36 \cdot 10^{-10}$	200	120	$1,74 \cdot 10^{-6}$
175	60	$1,11 \cdot 10^{-9}$	240	40	$7,48 \cdot 10^{-9}$
175	70	$1,41 \cdot 10^{-8}$	240	60	$1,98 \cdot 10^{-7}$
175	80	$1,95 \cdot 10^{-8}$	240	80	$5,26 \cdot 10^{-6}$
175	100	$5,17 \cdot 10^{-8}$	240	100	$9,43 \cdot 10^{-6}$
175	120	$3,87 \cdot 10^{-7}$			

Tabelle 26: Minimale Kriechraten der Zugkriechversuche am Verbundwerkstoff

T [°C]	σ [MPa]	$\dot{\epsilon}_s$ [s ⁻¹]	T [°C]	σ [MPa]	$\dot{\epsilon}_s$ [s ⁻¹]
175	80	1,01*10 ⁻⁹	270	50	2,05*10 ⁻⁹
175	100	1,21*10 ⁻⁸	270	60	9,87*10 ⁻⁹
175	120	Ø=1,11*10 ⁻⁷	270	80	5,01*10 ⁻⁷
175	140	4,53*10 ⁻⁷	270	100	1,17*10 ⁻⁵
200	50	9,48*10 ⁻¹⁰	300	40	1,87*10 ⁻⁹
200	60	1,97*10 ⁻⁹	300	50	6,74*10 ⁻⁹
200	80	4,51*10 ⁻⁹	300	60	5,90*10 ⁻⁸
200	100	3,52*10 ⁻⁸	300	70	1,85*10 ⁻⁷
200	120	2,09*10 ⁻⁷	300	80	1,25*10 ⁻⁶
240	40	8,52*10 ⁻¹⁰			
240	50	1,82*10 ⁻⁹			
240	60	2,87*10 ⁻⁸			
240	80	9,71*10 ⁻⁸			
240	100	2,22*10 ⁻⁶			
240	120	7,61*10 ⁻⁶			

Tabelle 27: Minimale Kriechraten der Druckkriechversuche am Verbundwerkstoff

T [°C]	σ [MPa]	$\dot{\epsilon}_s$ [s ⁻¹]	T [°C]	σ [MPa]	$\dot{\epsilon}_s$ [s ⁻¹]
175	100	$3,33 \cdot 10^{-10}$	270	60	$9,98 \cdot 10^{-10}$
175	120	$1,43 \cdot 10^{-9}$	270	80	$5,82 \cdot 10^{-9}$
175	140	$4,96 \cdot 10^{-9}$	270	100	$\emptyset = 2,35 \cdot 10^{-8}$
200	60	$3,29 \cdot 10^{-10}$	270	120	$1,92 \cdot 10^{-6}$
200	80	$1,13 \cdot 10^{-9}$	270	140	$4,84 \cdot 10^{-6}$
200	100	$3,21 \cdot 10^{-9}$	300	60	$3,42 \cdot 10^{-9}$
200	120	$8,04 \cdot 10^{-9}$	300	70	$3,89 \cdot 10^{-9}$
200	140	$2,70 \cdot 10^{-8}$	300	80	$6,37 \cdot 10^{-8}$
240	60	$8,60 \cdot 10^{-10}$	300	100	$8,11 \cdot 10^{-7}$
240	80	$1,60 \cdot 10^{-9}$	300	120	$2,24 \cdot 10^{-5}$
240	100	$1,36 \cdot 10^{-8}$	300	140	$8,17 \cdot 10^{-5}$
240	120	$7,67 \cdot 10^{-8}$			
240	140	$3,95 \cdot 10^{-7}$			