



Christopher Sebastian Weiss, BSc

**Herstellung von funktionellen Oberflächen  
mittels Friction Stir Processing**

**MASTERARBEIT**

zur Erlangung des akademischen Grades

Diplom-Ingenieur

Masterstudium Maschinenbau

eingereicht an der

**Technischen Universität Graz**

Betreuer

Assoc.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Norbert Enzinger

Institut für Werkstoffkunde, Fügetechnik und Umformtechnik

Graz, Februar 2017

---

## Eidstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen/Hilfsmittel nicht benutzt, und die den benutzten Quellen wörtlich und inhaltlich entnommenen Stellen als solche kenntlich gemacht habe. Das in TUGRAZonline hochgeladene Textdokument ist mit der vorliegenden Masterarbeit identisch.

## Statutory Declaration

I declare that I have authored this thesis independently, that I have not used other than the declared sources/resources, and that I have explicitly indicated all material which has been quoted either literally or by content from the sources used. The text document uploaded to TUGRAZonline is identical to the present master`s thesis.

*19.02.2018*

Datum

*Christoph S. Weiskopf*

Unterschrift

---

## Vorwort

Im Laufe dieser Arbeit wurde ich von mehreren Personen und Institutionen unterstützt, denen ich mit diesen Worten meinen Dank ausspreche.

Zunächst möchte ich mich beim Institut für Werkstoffkunde, Fügetechnik und Umformtechnik bedanken. Ein besonderer Dank gilt dabei meinem Betreuer, Assoc.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Norbert Enzinger, der mich während der gesamten Projektlaufzeit begleitet und ausgezeichnet unterstützt hat.

Bei den Durchführungen im Labor wurde mir beispielhaft vom Amtsdirektor Ing. Kurt Kerschbaumer, von den Herren Leander Herbitschek, Thomas Friedl, Ing. Herbert Penker, und vom Amtsrat Gernot Stöfan geholfen, bei welchen ich mich diesbezüglich ebenfalls bedanken möchte.

Ergänzend danke ich allen Mitgliedern des Institutes für die große Hilfsbereitschaft und das kollegiale und freundliche Umfeld. Besonders bedanken möchte ich mich bei Dipl.-Ing. Maximilian Stummer, der mich im Rahmen dieser Arbeit exzellent unterstützte.

Ein großes Dankeschön gebührt der Stirtec GmbH für das Bereitstellen der Thematik, die eingebrachten Ideen und die vortreffliche Betreuung durch Dr. Thomas Weinberger.

Abschließend möchte ich mich bei meiner Familie, meinen Freunden und meiner Freundin bedanken, die mir während meines Studiums immer einen Rückhalt gaben und mich unterstützten.

---

## Kurzfassung

Ziel dieser vorliegenden Arbeit war es, eine geeignete Methode für die Pulvereinbringung von Titandioxid ( $\text{TiO}_2$ ) in eine Aluminiumlegierung (EN AW-7075-T651) mittels Friction Stir Processing (FSP) zu finden und dadurch die Härte des Substrates zu steigern. Um die Pulververteilung zu optimieren ist zusätzlich der Einfluss von verschiedenen Parametern untersucht worden. Aus diesem Grund ist für die erste Versuchsreihe ein Versuchsplan mit sechs Pulvereinbringungsvarianten entwickelt und anschließend anhand der durchgeführten Versuche evaluiert worden. Mit geeigneten Varianten von der ersten Versuchsreihe wurde in der zweiten Versuchsreihe der Einfluss von verschiedenen Parametern untersucht, um die Pulververteilung in der Matrix zu optimieren. Um die Partikelverteilung verifizieren zu können, sind metallographische Untersuchungen, sowie Härteprüfungen, durchgeführt worden. Für diese Untersuchungen wurden Quer- und Längsschliffe von den einzelnen Versuchen hergestellt und mit dem Licht- und Rasterelektronenmikroskop untersucht. Mit Hilfe der Software AxioVision wurden die Aufnahmen ausgewertet, um dadurch genaue Rückschlüsse über die Partikelverteilung in der erzeugten Matrixverbundschicht zu erhalten. Durch diese Analyse war es auch möglich, eine Bewertung der Pulvereinbringungsvarianten durchzuführen. Die Auswertung der durchgeführten Versuche hat ergeben, dass die Sekundärpartikel erfolgreich eingerührt werden konnte. Durch die Parameterstudie wurde die Pulververteilung weiter optimiert. Eine Härtesteigerung durch den Friction Stir Prozess konnte allerdings nicht festgestellt werden.

## Abstract

The aim of this thesis was to find a suitable method for incorporation of titanium dioxide ( $\text{TiO}_2$ ) into an aluminium alloy EN-AW-7075-T651 to increase the substrate's hardness by using the Friction Stir Process (FSP). In addition the influence of multiple various parameters has been analyzed with the aim to optimize powder distribution. For the first series an experimental schedule consisting of six variations of powder incorporations has been developed and evaluated by performing corresponding tests. The second trial series, for which the suitable variants of the first series has been used, was to examine the influence of various parameters to optimize the distribution of the powder into the matrix. To verify the indicated distribution of the particles metallographic analyses as well as hardness tests have been performed, for which transverse and longitudinal grindings of the individual trials have been used, which have been analyzed by using the scanning electron microscope and light microscope. The images have been evaluated by using the software AxioVision, to analyse the distribution of the powder in the substrate. Based on this investigation the varieties of the powder incorporation have been evaluated and it was discovered that mixing in the secondary particles has been successful. The distribution of the powder has been further optimized by parameter optimization. An increase of the Matrix hardness could not be determined by using the Friction Stir Process.

---

# INHALTSVERZEICHNIS

<b>1</b>	<b><u>EINLEITUNG</u></b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b><u>LITERATURRECHERCHE</u></b>	<b>2</b>
2.1	<b>Friction Stir Processing</b>	<b>2</b>
2.1.1	Der Materialfluss beim FSP	4
2.1.2	Parameter beim FSP	6
2.1.3	Fehler und Defekte beim Friction Stir Processing	13
2.2	<b>Möglichkeiten der Pulvereinbringung mittels FSP</b>	<b>14</b>
2.2.1	Befüllen einer Nut (Groove Filling)	15
2.2.2	Unterschiedliche Nuten (Three Gradient Groove)	16
2.2.3	Verschlossene Nuten (Groove Filling and Closing)	17
2.2.4	Lochbefüllung (Hole Filling)	19
2.2.5	Verschlossene Löcher (Hole Filling and Closing)	19
2.2.6	Direktes Friction Stir Processing	20
2.2.7	Oberflächenbeschichtung (Surface Coating)	20
2.2.8	Sandwich-FSP	21
2.3	<b>Analyse der Partikelverteilung</b>	<b>22</b>
2.4	<b>Werkstoffe</b>	<b>25</b>
2.4.1	Substrat	25
2.4.2	Sekundärpartikel	29
2.5	<b>Atmosphärisches Plasmaspritzen</b>	<b>30</b>
<b>3</b>	<b><u>VERSUCHSAUFBAU UND VERSUCHSVORBEREITUNG</u></b>	<b>34</b>
3.1	<b>FSP-Anlage</b>	<b>34</b>
3.2	<b>Versuchsaufbau</b>	<b>34</b>
3.2.1	Nutenplatte	36
3.2.2	Plasmaplatte	37
3.3	<b>Werkzeug</b>	<b>39</b>
<b>4</b>	<b><u>VERSUCHSDURCHFÜHRUNG</u></b>	<b>41</b>
4.1	<b>Versuchsplan</b>	<b>41</b>
4.2	<b>Bezeichnungen</b>	<b>41</b>
4.2.1	Versuchsbezeichnung	41
4.2.2	Probenbezeichnung	42
4.3	<b>Probenherstellung</b>	<b>42</b>
4.4	<b>Erste Versuchsreihe</b>	<b>43</b>

---

4.4.1	Vorversuche	43
4.4.2	Schließen mit FSP (V1)	43
4.4.3	Schließen mit Abdeckplatte (V2)	45
4.4.4	Nuten von der Unterseite (V3)	46
4.4.5	Nutenbeschichtung (V4)	47
4.4.6	Oberflächenbeschichtung - FSP mit Pin (V5)	47
4.4.7	Oberflächenbeschichtung - FSP ohne Pin (V6)	49
4.4.8	Ergebnisse der ersten Versuchsreihe	51
<b>4.5</b>	<b>Zweite Versuchsreihe</b>	<b>53</b>
4.5.1	Einfluss des mehrmaligen Friction Stir Processes – V1	53
4.5.2	Einfluss der Nutengeometrie – V1, V7, V8	55
4.5.3	Einfluss der Vorschubrichtung – V1, V8	56
4.5.4	Einfluss des Versatzes bei mehrmaligen FSP – V3	58
4.5.5	Einfluss der Pinlänge – V3	58
4.5.6	Einfluss des Versatzes bei mehrmaligen FSP – V5	59
4.5.7	Einfluss der Drehrichtung bei mehrmaligen FSP – V5	59
4.5.8	Ergebnisse der zweiten Versuchsreihe	60
<b>5</b>	<b>ANALYSE</b>	<b>61</b>
<b>5.1</b>	<b>Härteprüfung</b>	<b>61</b>
5.1.1	Grundwerkstoff	61
5.1.2	APS-Schicht	61
5.1.3	Verrühren ohne Partikel – Testlauf_6	62
5.1.4	Verrühren ohne Partikel – Testlauf_8	62
5.1.5	Härteprüfung an Variante „Schließen mit FSP“ (V1)	63
5.1.6	Härteprüfung an Variante „Nuten von Unterseite“ (V3)	64
5.1.7	Härteprüfung an Variante „Oberflächenbeschichtung FSP mit Pin“ (V5)	64
5.1.8	Ergebnisse der Härteprüfung	65
<b>5.2</b>	<b>REM-Untersuchung</b>	<b>66</b>
5.2.1	Versuch V1	66
5.2.2	Versuch V3	68
5.2.3	Versuch V5	69
5.2.4	Ergebnisse der REM-Untersuchung	70
<b>5.3</b>	<b>Optische Analyse</b>	<b>71</b>
5.3.1	Axio Vision	71
5.3.2	Ergebnisse der optischen Analyse	73
<b>6</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG</b>	<b>74</b>
<b>7</b>	<b>AUSBLICK</b>	<b>76</b>

---

<b>8</b>	<b>LITERATURLISTE</b>	<b>77</b>
<b>9</b>	<b>ANHANG</b>	<b>80</b>
<b>9.1</b>	<b>Datenblätter</b>	<b>80</b>
9.1.1	EN AW-7075 Allgemein	80
9.1.2	EN AW-7075-T651	81
9.1.3	Titandioxid Pulver 28,57 µm	82
9.1.4	Titandioxid Pulver 10-30 nm	83
<b>9.2</b>	<b>Versuchsplanung</b>	<b>84</b>
9.2.1	Stückliste	84
9.2.2	Übersicht Nutenplatte 1 und 2 (V1-V3)	85
9.2.3	Übersicht Plasmaplatte (V4-V6)	86
9.2.4	Übersicht Nutenplatte 3 (V7-V8)	87
9.2.5	Fertigungszeichnung Nutenplatte 1 und 2	88
9.2.6	Plasmaplatte Fertigungszeichnung Nuten	89
9.2.7	Plasmaplatte Fertigungszeichnung Beschichtung	90
9.2.8	Fertigungszeichnung Block unten	91
9.2.9	Fertigungszeichnung Abdeckplatte oben	92
9.2.10	Fertigungszeichnung Nutenplatte 3	93
<b>9.3</b>	<b>Werkzeuge</b>	<b>94</b>
9.3.1	Zusammenstellung und Stückliste	94
9.3.2	FSP_Werkzeug_1_FSP_Schulter_D22	96
9.3.3	FSP_Werkzeug_2_FSP_Schulter_D22_B12	97
9.3.4	FSP_Werkzeug_3_FSP_Pin_D22_B12_T1,2	98
9.3.5	FSP_Werkzeug_4_FSP_Pin_D22_B12_T2,2	99
9.3.6	FSP_Werkzeug_W3.2	100
9.3.7	FSP_Werkzeug_W3.1	101
<b>9.4</b>	<b>Versuchsanordnung und Probenlokalisierung</b>	<b>102</b>
9.4.1	Versuchsanordnung Nutenplatte 1	102
9.4.2	Probenlokalisierung Nutenplatte 1	102
9.4.1	Versuchsanordnung Nutenplatte 2	103
9.4.2	Probenlokalisierung Nutenplatte 2	103
9.4.3	Versuchsanordnung Nutenplatte 3	104
9.4.4	Probenlokalisierung Nutenplatte 3	104
9.4.5	Versuchsanordnung Plasmaplatte 1	105
9.4.6	Probenlokalisierung Plasmaplatte 1	105
<b>9.5</b>	<b>Versuchsparameter</b>	<b>106</b>
<b>9.6</b>	<b>Härteprüfung</b>	<b>110</b>
9.6.1	Härteprüfung Grundwerkstoff	110

---

9.6.2	Härteprüfung Plasmabeschichtung	110
9.6.3	Härteprüfung T6	110
9.6.4	Härteprüfung V1_1,3_A nach Wärmebehandlung	111
9.6.5	Härteprüfung V3_7_A	111
9.6.6	Härteprüfung V5_5-6_A	111
<b>9.7</b>	<b>Konzentrationsberechnung</b>	<b>112</b>
9.7.1	Flächenmessung	112
9.7.2	Konzentrationsberechnung	112

## 1 EINLEITUNG

Friction Stir Processing (FSP) ist eine Variante des Friction Stir Welding (FSW – Rührreibschweißen), bei der der Prozess zum gezielten Modifizieren des Gefüges eingesetzt wird. Durch den Druck und die Temperatur stellt sich in der modifizierten Zone ein sehr feinkörniges Gefüge ein. Im Rahmen dieser Masterarbeit soll mit Hilfe des Prozesses ein pulverförmiges Titanoxid ( $\text{TiO}_2$ ) in die Oberfläche der hochfesten Aluminiumlegierung EN AW-7075-T651 eingebracht werden, um Werkstoffeigenschaften verändern zu können. Durch das Einrühren der Partikel ergibt sich ein Metallmatrix-Verbund (Metal Matrix Composite, MMC) im Bereich der Oberfläche. Von wesentlicher Bedeutung ist dabei eine möglichst homogene und gleichmäßige Verteilung der eingebrachten Partikel. Eine Verifizierung der Partikelverteilung soll mit Hilfe von Härteprüfungen und metallographischen Untersuchungen erfolgen. Mit dem, im Rahmen dieser Arbeit entwickelten und optimierten, Prozess sollen in Folge industrielle Produkte mit wesentlich verbesserten Oberflächeneigenschaften hergestellt werden.

Die durchgeführte Literaturrecherche fasst die, in der Arbeit behandelten, Thematiken zusammen und sie soll einen Überblick über die gegenwärtig eingesetzten Prozesse geben. Die dabei gewonnenen Erkenntnisse bezüglich Pulvereinbringung und Werkzeugkonzeptionierung sind anschließend in einem Versuchsplan eingearbeitet worden. An der TU Graz wurden die FSP-Versuche mit unterschiedlichen Werkzeugen und Pulvereinbringungsarten durchgeführt. Von wesentlicher Bedeutung war es, eine möglichst homogene und gleichmäßige Verteilung der eingebrachten Partikel zu erzielen. Um die Partikelverteilung charakterisieren zu können, sind diverse Quer- und Längsschliffe erstellt und mit dem Licht- und Rasterelektronenmikroskop analysiert worden. Die mit dem Lichtmikroskop aufgenommenen Bilder wurden zusätzlich mit der Software AxioVision untersucht. Die gewonnenen Erkenntnisse dieser Analyse führten zu einer Bewertung der Partikelverteilung der einzelnen Pulvereinbringungsvarianten.

## 2 LITERATURRECHERCHE

In diesem Abschnitt wird eine kurze Einführung in das Friction Stir Processing gegeben. Außerdem sollen sämtliche Prozesse, welche in dieser Arbeit Anwendung finden, erläutert werden. Die Literaturrecherche soll auch als Grundlage für die Wahl der Werkzeuggeometrie und für die Parameterfindung dienen.

### 2.1 Friction Stir Processing

1991 entwickelte Thomas Wayne am TWI (The Welding Institute) ein Schweißverfahren mit dem Namen Rührreißschweißen (Friction Stir Welding, FSW). FSW ist eine Variante des Reibschweißens, wobei das Material nicht auf- oder angeschmolzen wird. Man spricht daher vom Fügen in fester Phase (Solid-State Process). Bei diesem Verfahren werden zwei Werkstücke fest eingespannt und am

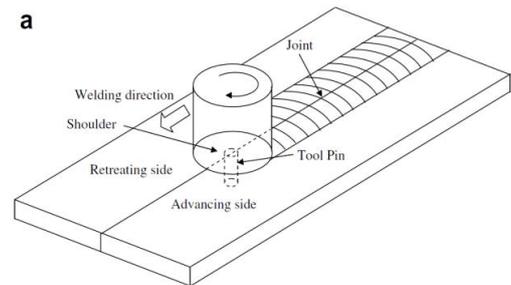


Abbildung 2.1: Friction Stir Welding [2]

Verbindungsstoß der zu schweißenden Halbzeuge durch ein sich drehendes FSW-Werkzeug miteinander verschweißt. Wie in Abbildung 2.1 zu sehen ist, besteht ein FSW-Werkzeug aus einem Pin mit der Aufgabe, den Materialfluss zu fördern, und einer Schulter, die durch Reibung zwischen Schulter und Werkstück die erforderliche Wärme erzeugt. [1, S. 1–3]

Zu den Vorteilen des Friction Stir Welding zählen:

- Hochfeste Aluminium-Legierungen können damit verschweißt werden
- Feine Mikrostruktur mit hervorragenden mechanischen Eigenschaften in der Schweißnaht
- Geringer Verzug [1]
- Verbindung unterschiedlicher Werkstoffe
- Keine Porenbildung
- Flüssigkeits-, gas- und druckdichte Verbindung
- Es werden keine Zusatzwerkstoffe benötigt [3, S. 323]
- Schwach ausgeprägte Wärmeeinflusszone
- Gute Automatisierbarkeit
- Geringe Schweißvorbereitungen notwendig
- Hohe Reproduzierbarkeit [4]

Aus dem Friction Stir Welding entwickelte Rajiv S. Mishra im Jahre 1999 ein neues Verfahren, das Friction Stir Processing (FSP). Ziel dieses Fertigungsverfahrens ist, nicht wie beim FSW das Fügen zweier Bauteile, sondern die Modifizierung der Mikrostruktur oder das Erzeugen von Oberflächenverbundwerkstoffen. Dabei wird durch plastische Verformung an der Oberfläche ein sehr feinkörniges Gefüge erzeugt. Der Hauptvorteil dieses Verfahrens besteht darin, dass - im Gegensatz zu anderen Verfahren - der Grundwerkstoff nur gering beeinflusst wird. Es werden Eigenschaften, wie zum Beispiel Härte oder Verschleißfestigkeit,

an der Oberfläche gezielt verändert. In der einfachsten Form des FSP wird der Vorgang so realisiert, dass mit einem FSP-Werkzeug (ähnlich einem FSW-Werkzeug) ein Rührreibprozess ohne Zusatzwerkstoffe an der Oberfläche des Werkstückes durchgeführt wird. Dadurch wird mittels Kornverfeinerung die Oberfläche des Bauteils positiv beeinflusst. [5]

Will man die Eigenschaften des Grundwerkstoffes noch zusätzlich verändern, besteht die Möglichkeit, ein Sekundärmaterial (z.B. Nanopartikel) dem FSP beizumengen und im Bereich der Oberfläche einen Verbundwerkstoff zu erzeugen.

Beim Friction Stir Processing taucht das Werkzeug vollständig in den Grundwerkstoff ein. Die Schulterfläche des Rührwerkzeugs wird auf die Werkstückoberfläche gedrückt und sorgt so, einerseits für einen gewissen Teil der erforderlichen Reibungswärme und andererseits ebnet sie die vom Pin hervorgerufene Wulst, sodass man eine ebene Nahtausbildung mit geringem Grat erhält. Um den Materialfluss zu optimieren, wird der Pin häufig mit rührflügelähnlichen Gewindegängen ausgeführt. [6, S. 667–669]

Durch die hohen Kräfte und die Drehbewegung wird der Grundwerkstoff beim Friction Stir Welding/Processing erwärmt und in einen teigigen Zustand versetzt. Während des gesamten Prozesses wird der Schmelzpunkt des Grundwerkstoffes nie erreicht. Bei Aluminiumlegierungen liegt die Prozesstemperatur bei rund 400 °C. [1, S. 1–3]

Durch das FSP/FSW entstehen im Werkstück drei Zonen, welche in Abbildung 2.2 gezeigt werden.

- a) Grundwerkstoff der beiden Platten
- b) die Wärmeeinflusszone
- c) die thermomechanisch beeinflusste Zone
- d) die rekristallisierte Kernzone (Nugget).

[6, S. 668–669]

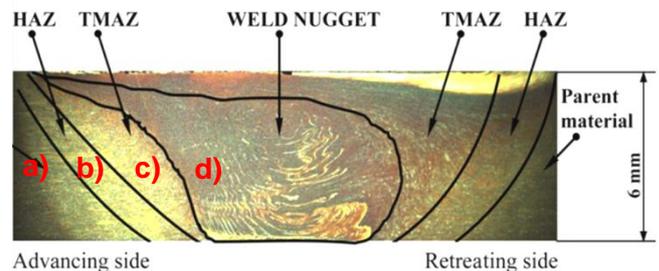


Abbildung 2.2: Gefügezonen beim FSW [7]

Durch das Überlagern einer Drehbewegung und einer translatorischen Vorschubbewegung entsteht, ähnlich wie beim Fräsen, eine Vorlaufseite (Advancing side), auf der sich die Geschwindigkeiten summieren und eine Rücklaufseite (Retreating side), wo sie sich reduzieren. Daraus resultiert eine prozessbedingte Asymmetrie, welche den Materialfluss und den Wärmeeintrag stark beeinflusst. [2]

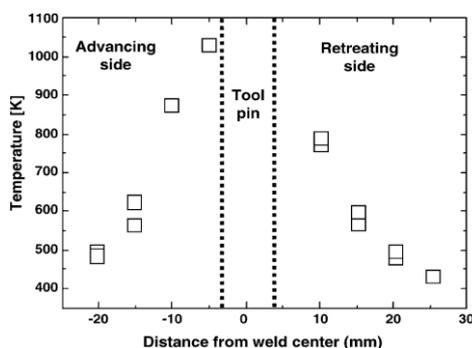


Abbildung 2.3: Temperaturverteilung beim FSW eines 304L Edelstahl [8]

Der Einfluss von Vorlauf- und Rücklaufseite auf die Wärmeeinbringung wird in Abbildung 2.3 dargestellt. Darin sind die gemessenen Temperaturen, welche beim FSW von Edelstahl auftreten, eingetragen. Bei den meisten Materialien ist, wegen höherer Wärmeleitfähigkeit, die Temperaturdifferenz zwischen Vor- und Rücklauf aber deutlich geringer als nebenan dargestellt. [2][8]

### 2.1.1 Der Materialfluss beim FSP

Durch den beim FSP hervorgerufenen teigigen Zustand des Materials und den zusätzlich auftretenden Bewegungen entsteht in Abhängigkeit von Drehzahl, Vorschubgeschwindigkeit, Neigungswinkel, Werkzeuggeometrie und Anpresskraft ein mehr oder weniger stark ausgeprägter Materialfluss. Wie bereits erwähnt, kommt es durch die Überlagerung der beiden Geschwindigkeiten zu einem asymmetrischen Geschwindigkeitsprofil. Diese Asymmetrie ruft auf der Rücklaufseite einen stärker ausgeprägten Materialfluss hervor. Der gesamte Materialfluss lässt sich in drei Arten aufteilen:

- In der Nähe des Werkzeuges fließt Material um das Werkzeug herum. Diese Bewegung wird durch Rotation und Reibung zwischen Werkzeug und Werkstück hervorgerufen.
- Durch das mögliche Gewinde am Pin und der Drehbewegung entsteht im Bereich des Pins ein zusätzlicher Materialfluss, welcher aus Gleichgewichtsgründen an einer entfernteren Stelle zu einem entgegengesetzten Materialfluss führt.
- Es findet eine Relativbewegung zwischen Werkzeug und Werkstück statt. [2]

Durch eine Wechselwirkung zwischen diesen drei Arten ergibt sich eine äußerst komplexe Gesamtbewegung des Materials. Eine Simulation der horizontalen Stromlinien in unterschiedlichen Ebenen parallel zur Oberfläche ist in Abbildung 2.4 dargestellt. Die oberste Abbildung (a) zeigt die Stromlinien 0,35 mm, b) 1,59 mm und c) 2,28 mm unter der Oberfläche. Man kann deutlich eine Abnahme der Rotation mit zunehmender Tiefe erkennen. Die Strömungsumkehr des Materials an der Vorlaufseite ist ebenfalls gut zu erkennen. Kommt es auf dieser Seite zu einem Materialmangel, können sogenannte Wormholedefekte, welche unter Kapitel 2.1.3 genauer beschrieben werden, auftreten. Die höchsten Geschwindigkeiten treten beim FSW an der Schulterkante der Vorlaufseite auf. [2][9]

Tändel [10] beschäftigte sich in seiner Arbeit mit dem Verrühren von schichtweise aufgebauten Verbundwerkstoffen. Abbildung 2.5 zeigt die einzelnen Schichten vor dem Verrühren. In Abbildung 2.6 sind trotz Verrührens die einzelnen Schichten in den jeweiligen Zonen noch gut zu erkennen.

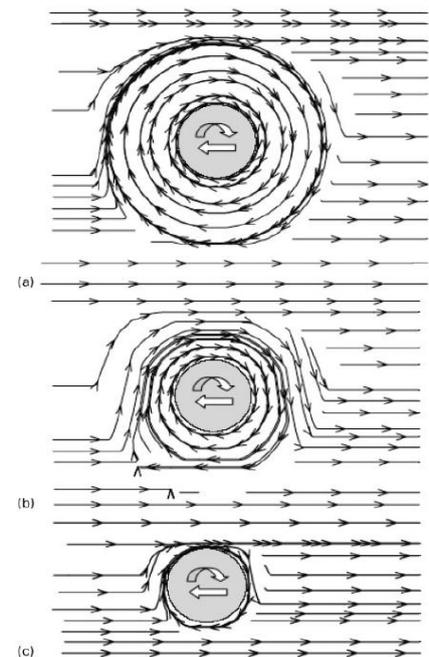


Abbildung 2.4: Simulation des Materialflusses beim FSW [9]

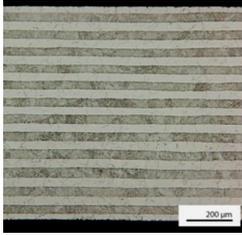


Abbildung 2.5:  
Verbundwerkstoff [10]

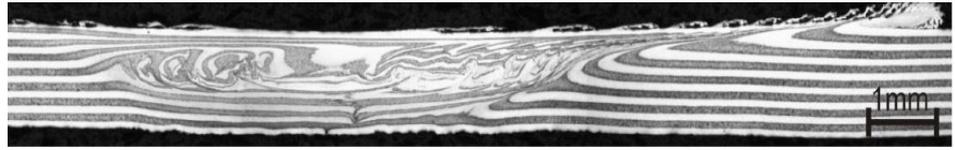


Abbildung 2.6: Verbundwerkstoff nach schlechtem Verrühren [10]

Auch Colligan [11] führte Untersuchungen bezüglich des Materialflusses beim FSW durch. Als Grundmaterial wurde eine Aluminiumlegierung (7075-T6) mit einer Plattendicke von 6,4 mm gewählt. Bei seinen Versuchen wurde jeweils eine Nut in die zu verschweißenden Flächen gefräst. Die Nut wurde anschließend mit kleinen Stahlkugeln (Durchmesser 0,38 mm) gefüllt. Diese Stahlkugeln dienten nach dem Schweißprozess als Tracer-Material und gaben Rückschlüsse auf die Verteilung des Materials. Die Nuttiefe wurde bei den Versuchen variiert, um Rückschlüsse auf die Verteilung in unterschiedlichen Ebenen zu erhalten. In Abbildung 2.7 ist die Verteilung der Partikel in Abhängigkeit der Nutenposition zu sehen. Die Drehrichtung des Werkzeuges ist dabei gegen den Uhrzeigersinn, daraus folgt, dass sich die Vorlaufseite in den Abbildungen immer rechts befindet. In Position 1 bis 3 wurde das Tracermaterial von der Vor- auf die Rücklaufseite gebracht und dabei gut verteilt.

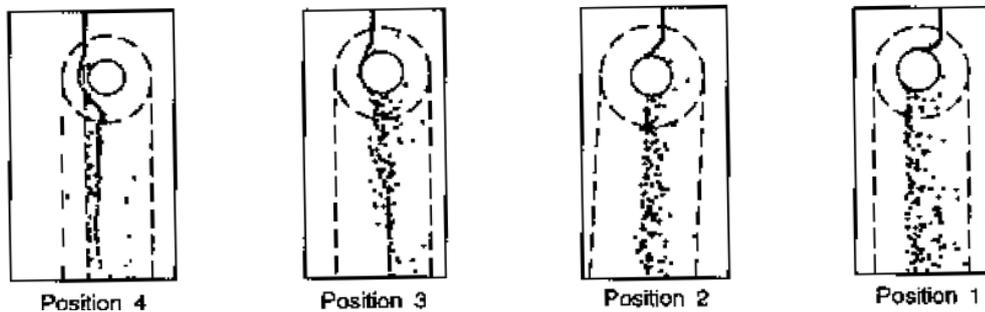


Abbildung 2.7: Partikelverteilung beim FSW [11]

Abbildung 2.8 zeigt die Tiefenverteilung der Partikel in der Seitenansicht. Wie auch schon in Abbildung 2.7 zu sehen ist, unterscheidet sich Position 4 grundlegend von den anderen. Das Tracermaterial wurde dabei von der Schulter hinter den Pin geschoben und nicht verteilt.

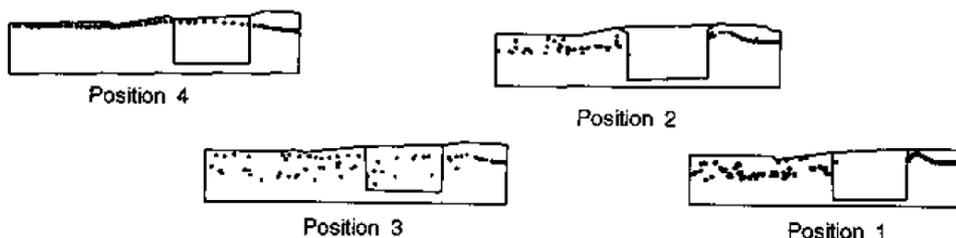


Abbildung 2.8: Seitenansicht der Partikelverteilung [11]

### 2.1.2 Parameter beim FSP

Vorschubgeschwindigkeit, Drehzahl, vertikale Anpresskraft, Neigungswinkel und Werkzeuggeometrie zählen zu den wichtigsten Parametern beim FSP und werden in den nächsten Punkten genauer beschrieben.

#### Werkzeug

Ein FSP-Werkzeug besteht grundsätzlich aus einer Schulter und einem Pin und unterscheidet sich nur sehr gering von einem FSW-Werkzeug. Für den Fall, dass nur eine äußerst dünne Schicht erzeugt werden soll, kann auf den Pin auch vollständig verzichtet werden. Sehr häufig wird ein Pin mit einem Gewinde verwendet, was zusätzlich das Verrühren fördert.

Beim FSP muss das Werkzeug folgende drei Aufgaben erfüllen:

- Kraftübertragung auf das Werkstück
- Wärmeeinbringung durch hohe Kraft in Kombination mit einer Drehbewegung. Der Großteil der Wärme wird dabei durch die Schulter erzeugt.
- Verteilung der Sekundärpartikel mittels Materialfluss [12]

FSW/P-Werkzeuge können in drei unterschiedliche Bauarten unterteilt werden:

- Fixer Pin: Geeignet für konstante Wandstärken (FSW). Bei Verschleißerscheinungen oder Bruch des Pins muss das gesamte Werkzeug erneuert werden.
- Verstellbarer Pin: Schulter und Pin bestehen aus zwei separaten Bauteilen. Die Pinlänge ist variabel einstellbar. Ist der Pin verschlissen oder beschädigt, kann er ausgetauscht werden. Es können auch unterschiedliche Materialien für Schulter und Pin verwendet werden.
- Bobbin-Type Werkzeug: Das Werkzeug besteht aus einem Pin, einer oberen und einer unteren Schulter. Die benötigte Axialkraft wird durch Zusammenspannen der beiden Schultern erzeugt, was signifikante Vorteile bezüglich Konstruktion und Kosten der Anlage mit sich bringt. [13]

Speziell die Form des Pins, das Profil der Schulter und ihr Durchmesser Verhältnis wirken sich erheblich auf den Materialfluss, Wärmeeintrag und auf das zu vermischende Volumen aus. Abbildung 2.9 zeigt die unterschiedlichen Schulterformen. Die Form der Mantelfläche (zylindrisch oder konisch) ist dabei aber eher unbedeutend, da die Schulter nur eine geringe Eintauchtiefe erfährt. Die flache Stirnseite der Schulter ist dabei das einfachste Design mit dem Nachteil, dass sie nicht dazu beiträgt, das fließende Material unter der Schulter zu halten. Die konkave Stirnseite mit einem Schrägungswinkel von 6-10 ° reduziert die seitliche Materialextrusion und erzeugt gute Schweißnähte. Das Volumen direkt unter der Schulter dient auch als Reservoir. Bei dieser Form muss die Werkzeugachse in einem Winkel von 1-3 ° gebracht werden, um das Reservoir von vorne neu füllen zu können und um eine höhere Anpresskraft an der hinteren Kante zu erreichen. Generell bewirkt eine konkave Stirnfläche

höhere Kräfte im Werkstück. Konvexe Stirnflächen kommen speziell bei sehr dünnen Wandstärken (<1 mm) zum Einsatz, haben aber den Nachteil, dass der Materialfluss vom Pin wegführt. Zusätzlich kann die Stirnfläche noch spezielle Features enthalten, die den Materialfluss verbessern, zum Beispiel kann durch eine Spirale der Fluss zum Pin optimiert werden. [13]

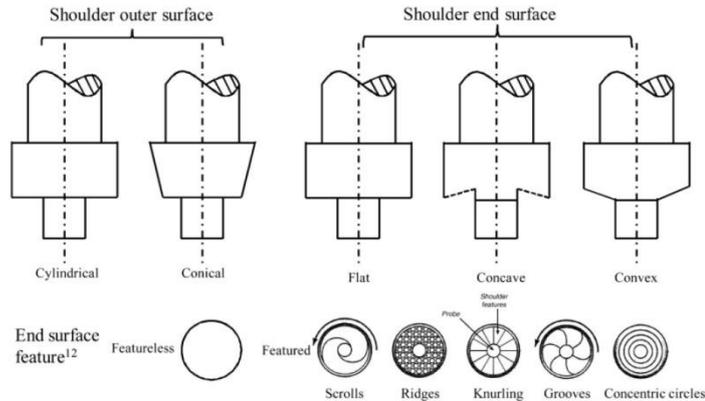


Abbildung 2.9: Darstellung von unterschiedlichen Schulterformen [13]

In Abbildung 2.10 werden unterschiedliche Pinformen und Dimensionierungen gezeigt, welche speziell auf die homogene Verteilung beim FSP von Mahmoud et al. [12] untersucht wurden.

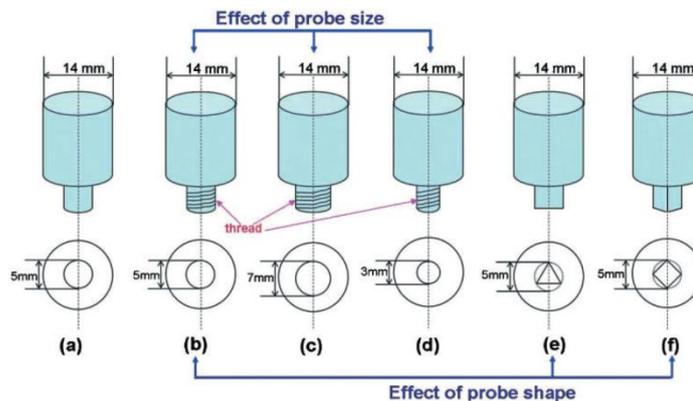


Abbildung 2.10: Unterschiedliche FSP-Werkzeuge [12]

Aus den Untersuchungen geht hervor, dass die Pingröße einen starken Einfluss auf die Kernzone (Nugget) hat. Ein großer Pin erzeugt eine große Kernzone. Allerdings wird der gesamte verrührte Bereich, in dem die Partikel verteilt werden, kleiner.

In Abbildung 2.11 werden die Schliffbilder der FSP-Zone, welche mit den unterschiedlichen Pins erzeugt wurden, gegenübergestellt. Der Versuch wurde mit einer Drehzahl von 1500 U/min durchgeführt. Das Schliffbild wurde nach dem ersten Durchlauf erzeugt. Auch bei den weiteren Durchläufen war die Verteilung beim quadratischen Pin-Querschnitt besser. Durch den quadratischen Pin stiegen allerdings auch die Kräfte und der Verschleiß.

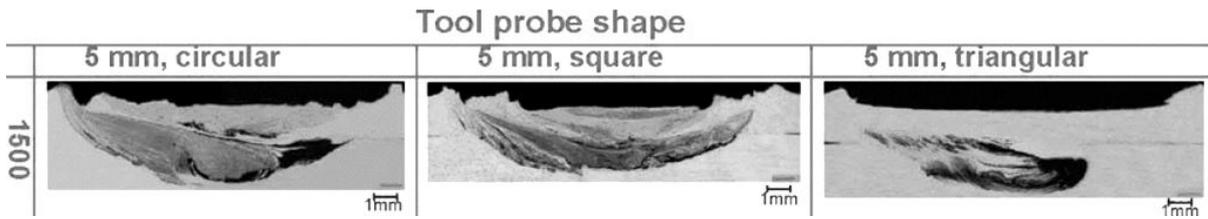


Abbildung 2.11: Einfluss der Pinform auf das Schlibbild [12]

Der gleichmäßige Härteverlauf des quadratischen Querschnittes quer zur FSP-Richtung, welcher in Abbildung 2.12 blau dargestellt ist, deutet auf eine homogenere Verteilung des Sekundärpulvers hin, als bei der runden und dreieckigen Pinform. [12]

Auch aus den Untersuchungen von Elangovan und Balasubramanian [14] geht hervor, dass eine quadratischer Pin die homogensten Ergebnisse ermöglicht. In Abbildung 2.13 werden die Ergebnisse daraus dargestellt, wobei der Versuch mit folgenden Pinformen durchgeführt wurde: SC (Straight Cylindrical) zylindrischer Pin, TC (Tapered Cylindrical) konischer Pin, TH (Threaded Cylindrical) zylindrischer Pin mit Gewinde, SQ (Square) quadratischer Pin und TR (Triangle) dreieckiger Pin.

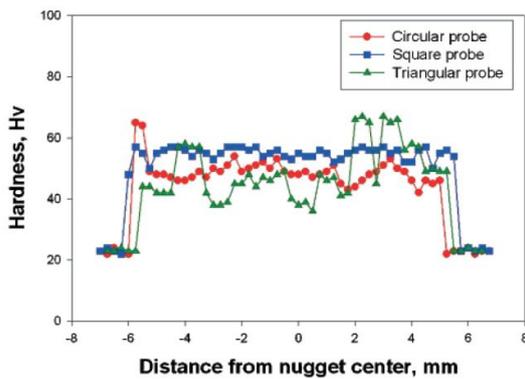


Abbildung 2.12: Einfluss der Pinform auf den Härteverlauf [12]

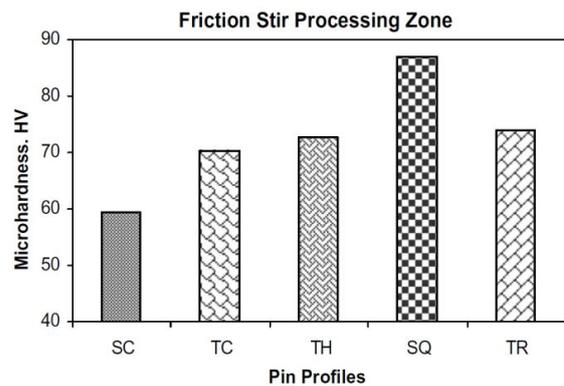


Abbildung 2.13: Vergleich der Pinformen [14]

Abbildung 2.14 zeigt die, in der Praxis üblichen, Zusammenhänge zwischen Werkstückdicke, Schulter- und Pindurchmesser, wobei diese nur grobe Richtwerte sind, welche in jedem spezifischen Fall noch optimiert und angepasst werden müssen.

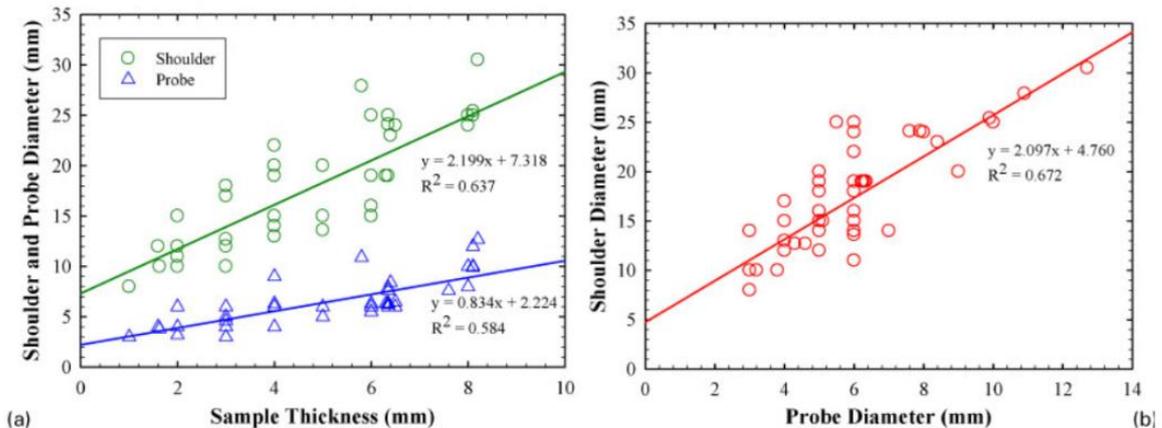


Abbildung 2.14: Verhältnis der Werkzeugdurchmesser [13]

Durch eine Auswertung der in dieser Arbeit vorkommenden Literatur wurde ein ähnliches Diagramm erstellt, welches in Abbildung 2.15 gezeigt wird. Darin wurden nur Substrate aus einer Al-Legierung berücksichtigt. Die Aluminiumlegierung 7075 wurde dabei noch zusätzlich mit roten Kreuzen hervorgehoben. Auch hier ist eine ähnliche Tendenz, wie in Abbildung 2.14, zu erkennen.

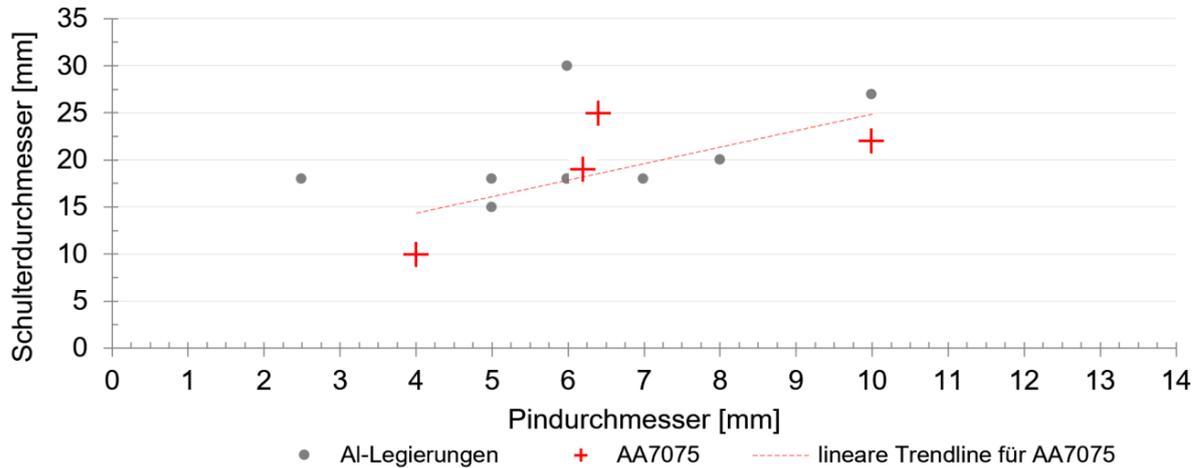


Abbildung 2.15: Verhältnis der Werkzeugdurchmesser von Al-Legierungen

### Eintauchtiefe/Anpresskraft

Die Regelung eines Rührreibprozesses kann auf zwei Arten erfolgen:

- Kraftregelung: Dabei wird die Anpresskraft vorgegeben. Abhängig von Werkstoff und Parameter stellt sich eine bestimmte Eintauchtiefe im Material ein. [15]  
Aus dem Diagramm in Abbildung 2.16 geht hervor, dass mit steigender Anpresskraft das Auftreten von Fehlern reduziert werden kann.

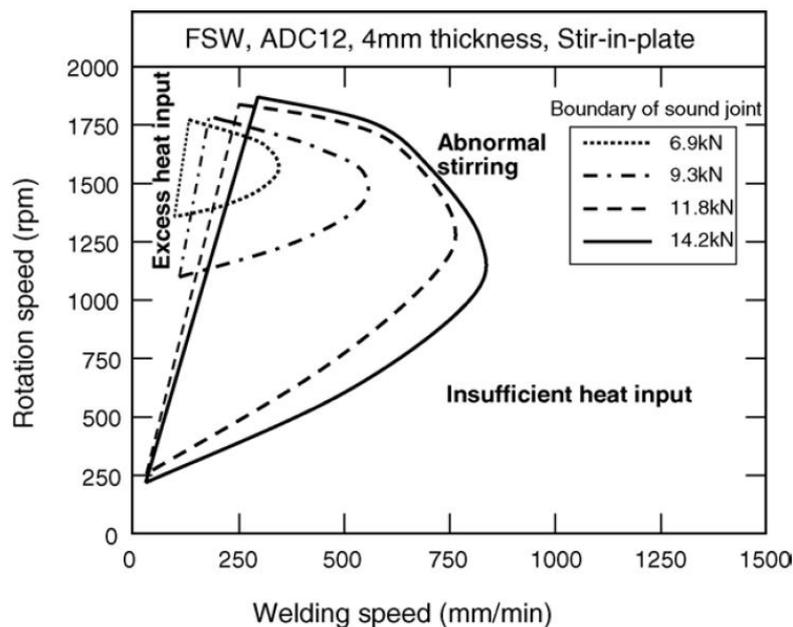


Abbildung 2.16: Idealer FSW-Bereich [16]

- Positionsregelung: Bei dieser Regelart wird die Eintauchtiefe des Werkzeuges vorgegeben und konstant gehalten. [15]

Die Eintauchtiefe ist unter anderem von der Pinlänge abhängig. Ist die Eindringtiefe zu gering, kommt es zu einer unvollständigen Berührung der Schulter mit der Werkzeugoberfläche. Dadurch wird das Material nur unzureichend von der Vorderseite zur Rückseite transportiert, wodurch Hohlräume oder eine raue Oberfläche erzeugt werden. Ist die Eindringtiefe zu groß, entsteht ein großer Grat. Außerdem weist der verrührte Bereich bei zu großer Eindringtiefe eine konkave Form auf. [17]

### Schweißwinkel

Einen weiteren Einfluss hat der eingeschlossene Winkel zwischen Werkzeugachse und Werkstückoberfläche (Anstell- oder Schweißwinkel). Eine Neigung des Werkzeuges nach hinten sorgt dafür, dass das Material unter dem Werkzeug festgehalten wird und zudem wird die Förderwirkung des Materials zum Pin unterstützt. Bei Aluminiumlegierungen hat sich ein Winkel von  $2^\circ$  etabliert. [17][15]

### Geschwindigkeiten

Beim FSP gibt es zwei Geschwindigkeiten, die Einfluss auf den Prozess haben: die Winkelgeschwindigkeit (Drehzahl) und die Vorschubgeschwindigkeit. Die rotatorische Bewegung sorgt dafür, dass das Material um den Pin bewegt wird. Die translatorische Bewegung sorgt dafür, dass das Material von der Vorderseite des Werkzeuges nach hinten befördert wird. Hohe Drehzahl und geringer Vorschub erzeugen höhere Temperaturen im Grundmaterial. [17]

Beide Parameter haben Einfluss auf die Partikelverteilung. In Abbildung 2.17 ist diese Verteilung in Abhängigkeit von der Drehzahl zu sehen. Daraus geht hervor, dass die Verteilung bei geringer Drehzahl (1750 U/min) deutlich besser ist, als bei höheren Werten (2000 U/min oder 2250 U/min). Allerdings ist bei zu geringer Drehzahl darauf zu achten, dass keine unvermischten Bereiche in der Kernzone übrigbleiben (Abbildung 2.18). Zu erwähnen sind noch der dabei verwendete Schulterdurchmesser von nur 14 mm, der Pindurchmesser von 3 mm und der konstante Vorschub von 100 mm/min.

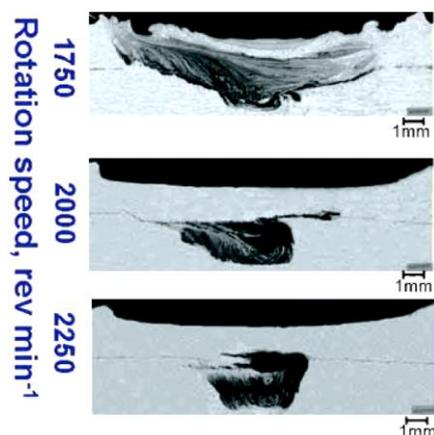


Abbildung 2.17: Vermischung bei 1750, 2000 und 2250 U/min [12]

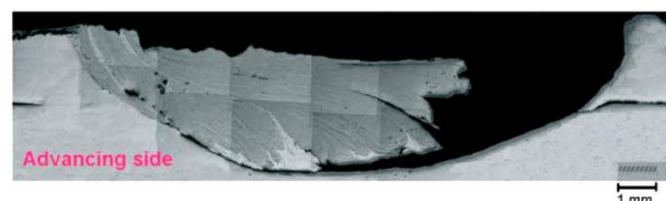


Abbildung 2.18: Unvermischter Bereich wegen zu geringer Drehzahl 1500 U/min [12]

In den Untersuchungen von Marzoli et al. [18], die sich mit dem FSP von AA6061 und Sekundärpartikel aus Aluminiumoxid beschäftigten, wurde ein Geschwindigkeitskennfeld erstellt (Abbildung 2.19). Dabei wurde auf der Ordinate die Drehzahl und auf der Abszisse die Vorschubgeschwindigkeit aufgetragen. Die Kreise kennzeichnen die fehlerfreien Versuche. Die Dreiecke stehen für die Versuche, die einen Defekt hervorriefen, und die Quadrate für die maximalen Parameter der verwendeten FSW-Anlage.

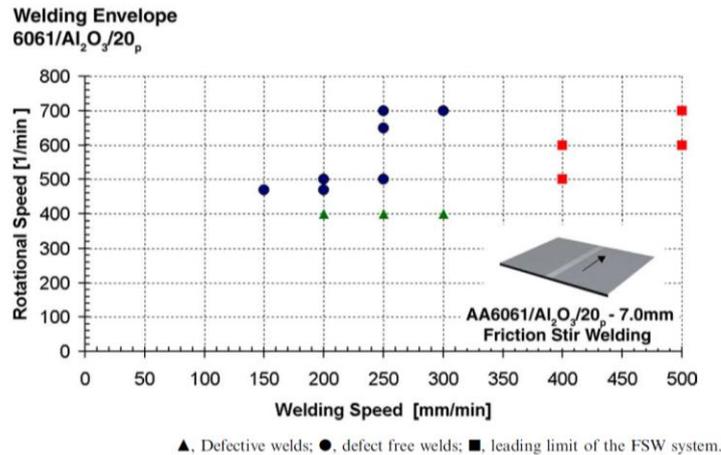


Abbildung 2.19: Geschwindigkeitskennfeld AA6061 [18]

Aus den, in dieser Arbeit referenzierten, Literaturquellen wurde ein Diagramm mit Drehzahl über Vorschub erstellt (Abbildung 2.20). Die Ziffern bei jedem Versuch stehen für den Schulterdurchmesser in Millimetern. Zusätzlich wurden die Versuche mit der Legierung AA7075 hervorgehoben. Auch die in dieser Arbeit verwendeten Parameter wurden eingetragen.

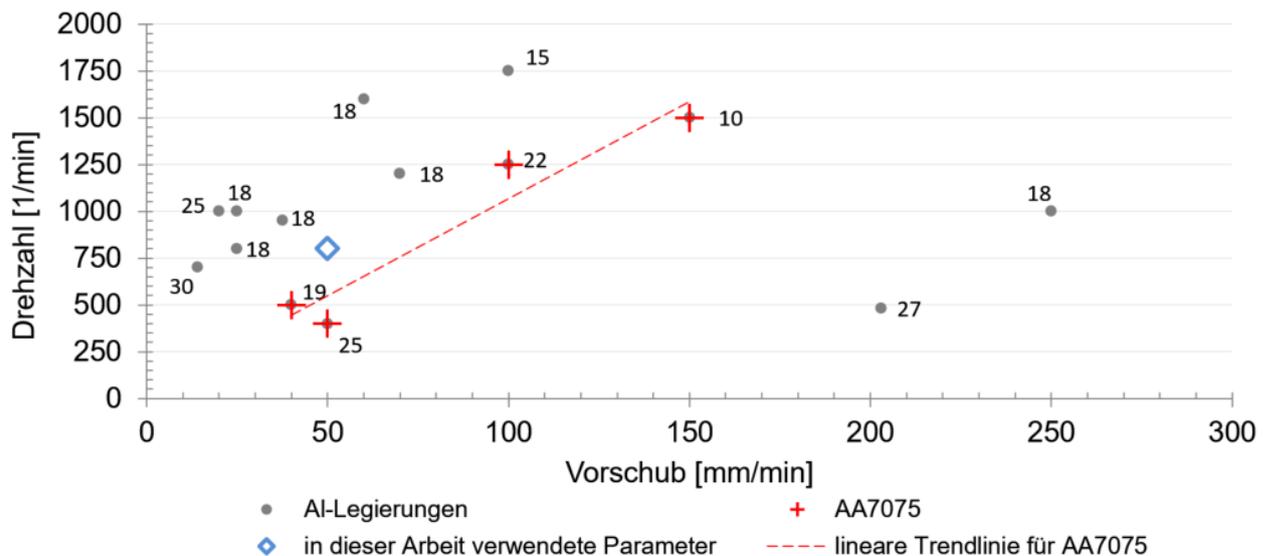


Abbildung 2.20: Geschwindigkeitskennfeld für Al-Legierungen

## Partikelgröße

Narayana Yuvaraj [4] führte Untersuchungen hinsichtlich der Partikelgröße durch. Als Grundwerkstoff wählte er dabei einen AW-5083. Die Sekundärpartikel wurden mit der Groove Filling Methode (siehe Kapitel 2.2.1) beigemischt. Bei den Sekundärpartikeln handelte es sich um Borcarbit ( $B_4C$ ), welches jeweils in Microgröße ( $20\ \mu m$ ) und Nanogröße ( $30-60\ nm$ ) hinzugefügt wurde. Abbildung 2.21 zeigt den Einfluss der Partikelgröße, aber auch der Wiederholvorgänge, auf den Härteverlauf.

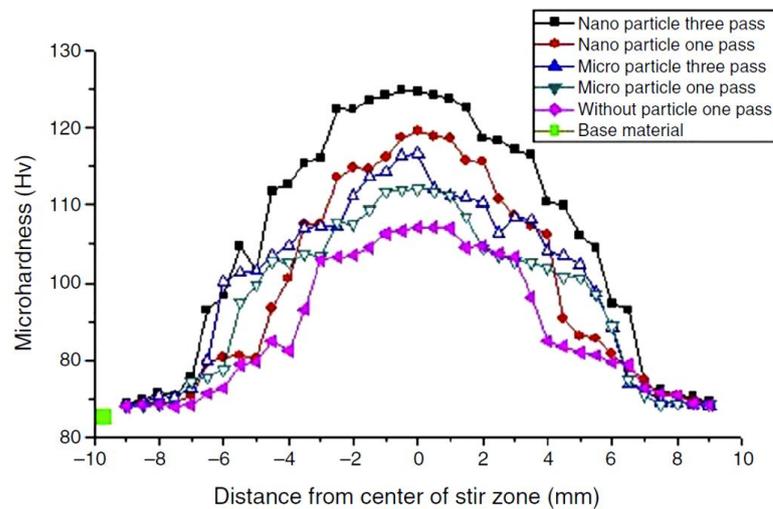


Abbildung 2.21: Einfluss von Partikelgröße und Wiederholvorgänge auf AW-5083/  $B_4C$  [4]

Untersuchungen mit Partikeln im Mikrometerbereich von Gandra [19] zeigten, dass unter Verwendung von gleichbleibenden Prozessparametern kleinere Partikel ( $12,3\ \mu m$ ) zu einem homogeneren Ergebnis führten als große Partikel ( $118,8\ \mu m$ ). Abbildung 2.22 zeigt dabei in A eine gute Verteilung der Partikel mit einer Größe von  $12,3\ \mu m$ . In B ist das Ergebnis mit den  $37,4\ \mu m$  großen Partikeln zu sehen. Dabei ist schon eine deutlich unregelmäßige Verteilung zu erkennen. In C wurden Partikel mit einer Größe von  $118,8\ \mu m$  eingerieben. Es sind erhebliche Unregelmäßigkeiten zu erkennen.

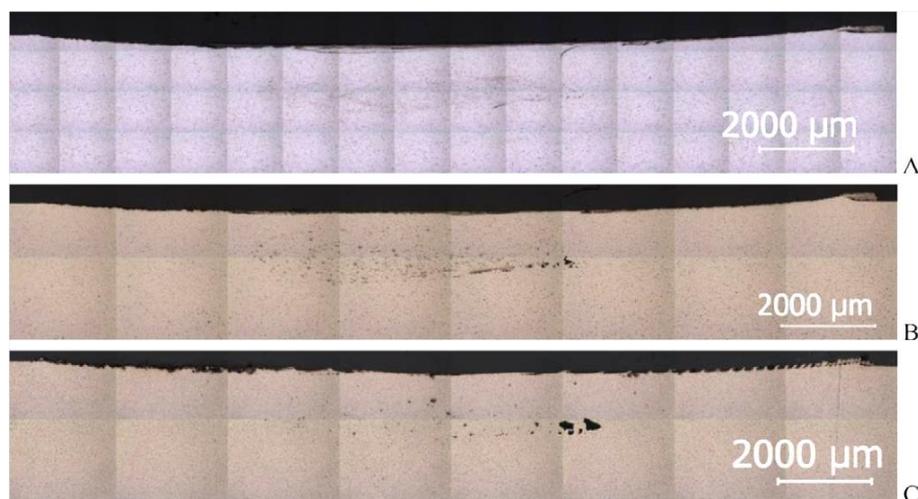


Abbildung 2.22: Schliffbilder mit unterschiedlichen Partikelgrößen [19]

## Anzahl der Überfahrten

Wie bereits aus der Abbildung 2.21 von Narayana Yuvaraj [4] hervorgeht, hat auch die Anzahl der FSP-Überfahrten großen Einfluss auf die Verteilung und die Härte. Eine Erhöhung der Überfahrten führte zu einer homogeneren Verteilung der Sekundärpartikel und somit zu einer Erhöhung der Härte. Dies ist auch in Abbildung 2.30 ersichtlich. Der Zusammenhang zwischen FSP-Überfahrten und Korngrößen wird in Tabelle 2.1 dargestellt.

Tabelle 2.1: Einfluss der Friction Stir Prozesse auf die Korngröße [20]

Sample	Grain Size ( $\mu\text{m}$ )
BM	45
one pass without powder	18.5
TiO <sub>2</sub> particle- one Pass	13.7
TiO <sub>2</sub> particle- two Pass	10.3
TiO <sub>2</sub> particle- four Pass	8.5

Die Reduktion der Korngröße wird dadurch bedingt, dass mit steigenden Wiederholvorgängen die Agglomerate der Partikel reduziert werden und sich diese homogen in die Matrix des Grundwerkstoffes verteilen. Durch die Feinverteilung der Partikel wird das Kornwachstum behindert, wodurch kleinere Körner entstehen. Auch hier ist noch einmal anzumerken, dass kleinere Partikel dabei einen größeren Einfluss haben. [20]

### 2.1.3 Fehler und Defekte beim Friction Stir Processing

Übliche Defekte beim FSW bzw. FSP beinhalten Porositäten und Oberflächenfehler. Ein Großteil der Wärme wird, wie bereits zuvor beschrieben, über die Stirnfläche des Werkzeugs eingebracht. Durch Überhitzen der Oberfläche kann es zu entsprechenden Fehlern in diesem Bereich kommen. Die Neigung zur Entstehung von Rissen und Hohlräumen steigt mit zunehmender Vorschubgeschwindigkeit. Dabei ist aber noch zu beachten, dass Risse und Hohlräume auch stark von den Legierungsbestandteilen abhängen. [2]

Wie schon unter 2.1.1 erwähnt, können sogenannte Schlauchporen auftreten. Grund dafür ist eine zu große Vorschubgeschwindigkeit. [21]

Kim et al. [16] beschreibt in seiner Untersuchung drei grundsätzlich verschiedene Fehlerarten, die beim FSW von Aluminium-Legierungen (ADC12) entstehen können:

- Entstehung eines hohen Grates wegen zu hoher Wärme. Diese Fehler entstehen bei zu hoher Drehzahl und zu geringem Vorschub.
- Entstehung von Hohlräumen wegen geringem Wärmeeintrag. Grund für diesen Fehler ist eine zu geringer Drehzahl bei zu hohem Vorschub.
- Entstehung eines Hohlraums durch fehlerhaftes Verrühren. Diese Hohlräume treten bei großen Drehzahlen und hohen Vorschubgeschwindigkeiten auf. Es wird davon ausgegangen, dass dieser Fehler aufgrund von unterschiedlichen Temperaturen zwischen Oberfläche und tieferliegenden Bereichen entsteht.

## 2.2 Möglichkeiten der Pulvereinbringung mittels FSP

Durch Zugabe von speziellen Zusatzwerkstoffen wie zum Beispiel SiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiC oder TiO<sub>2</sub> können die Eigenschaften des Grundwerkstoffes zusätzlich beeinflusst werden. Der Zusatzwerkstoff wird meist pulverförmig eingebracht. Die Verteilung der Partikel soll durch das FSP möglichst homogen erfolgen und es soll eine gute Verbindung zwischen der erzeugten Schicht und dem Grundwerkstoff entstehen. Die Verteilung des Zusatzwerkstoffes beeinflusst stark die Eigenschaften der neu erzeugten Verbundschicht. Aus diesem Grund entstanden viele unterschiedliche Verfahren zur Einbringung und Verteilung dieser Sekundärpartikel. Tabelle 2.2 gibt einen Überblick für die typischen Anwendungen der verschiedenen Verfahren. Auf den folgenden Seiten wird auf jedes der einzelnen Verfahren genauer eingegangen und die Vor- beziehungsweise Nachteile aufgezählt.

Tabelle 2.2: Anwendung der einzelnen Verfahren [22]

Material system	Secondary phase	Method of secondary phase incorporation	Composite layer thickness (mm)	Reference
Aluminum/its alloys	SiC	Groove filling	2	Wang et al. (2009)
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Groove filling and closing	4	Shafiei-Zarghani et al. (2009)
	MWCNTs	Groove filling	2.2	Lim et al. (2009)
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Holes filling	3	Yang et al. (2010)
	SiC and MoS <sub>2</sub>	Groove filling	3.5	Alidokht et al. (2011)
	Ni particles	Groove filling	0.15	Devinder and Bauri (2011)
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Groove filling and closing	3.8	Sharifitabar et al. (2011)
	TiC, B <sub>4</sub> C	Groove filling	6	Maxwell Rejil et al. (2012)
	Graphite, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , and SiC	Groove filling	3.5	Anvari et al. (2013)
	SiC and Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Surface coating and FSP	0.204	Miranda et al. (2013)
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Surface coating and FSP	0.1	Mazaheri et al. (2014)
	Magnesium/its alloys	SiO <sub>2</sub>	Groove filling and closing	3–3.5
CNTs		Groove filling	2	Morisada et al. (2006)
SiC		Groove filling and closing	2.5	Asadi et al. (2011)
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		Groove filling	5–6	Azizieh et al. (2011)
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		Groove filling	2–2.5	Faraji et al. (2011)
Carbon fibers		Sandwich method	2.7	Mertens et al. (2012)
SiC and B <sub>4</sub> C		Holes filling and closing	3	Madhusudan Reddy et al. (2013)
SiC		Direct friction stir processing tool	0.15	Huang et al. (2014)
Hydroxyapatite		Groove filling	2	Ratna Sunil et al. (2014b)
Copper/its alloys		SiC	Groove filling	2
	Graphite	Groove filling and closing	Not reported	Sarmadi et al. (2013)
	B <sub>4</sub> C	Groove filling and closing	5	Sathiskumar et al. (2013b)
	TiC	Holes filling and closing	Not reported	Sabbaghian et al. (2014)
	SiC	Holes filling	Not reported	Akramifard et al. (2014)
Titanium/its alloys	Hydroxyapatite	(i) Groove filling (ii) Surface coating	0.16	Farnoush et al. (2013)
	Hydroxyapatite	Holes filling	0.16	Farnoush et al. (2013)
Steels	TiC	(ii) Groove filling (iv) Surface coating	1.5–2	Ghasemi-Kahrizsang and Kashani-Bozorg (2012)

### 2.2.1 Befüllen einer Nut (Groove Filling)

Bei dieser Methode wird eine Nut auf der Werkstückoberfläche erzeugt, welche anschließend mit den Sekundärpartikeln gefüllt wird. Nachfolgend werden die Partikel mit Hilfe eines FSP-Werkzeuges verrührt. In Abbildung 2.23 ist zu erkennen, dass bei dieser Variante meist ein FSP-Werkzeug mit Pin verwendet wird. Diese Methode ist grundsätzlich für Schichtdicken im Millimeterbereich zu bevorzugen. Wie aus Tabelle 2.2 hervorgeht, können damit Schichtdicken bis zu 6 mm erzeugt werden.

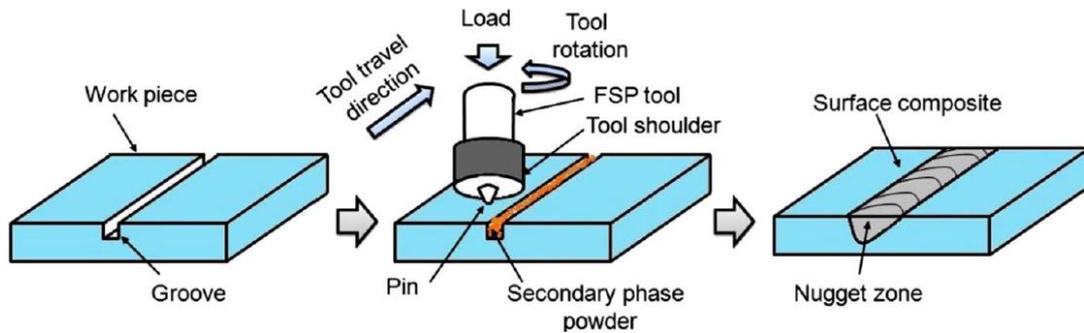


Abbildung 2.23: Groove Filling Methode [22]

Gandra et al. [19] untersuchte die sogenannte Groove Filling Methode und ging dabei, wie in Abbildung 2.24 ersichtlich, speziell auf die Lage der Nut genauer ein. Er stellte fest, dass es am effektivsten ist, wenn man die Nut auf der Vorlaufseite (Advancing side, AS) positioniert. Wird die Nut auf der Rücklaufseite (Retreating side, RS) platziert (C), erhält man wegen der geringen Relativgeschwindigkeit eine ungünstige Verteilung der Sekundärpartikel. Die besten Ergebnisse erzielte man, wenn man die Nut zentral unter dem Pin platziert (B). Zusätzlich geht aus seiner Arbeit hervor, dass es von Vorteil ist, wenn man die Partikel in der Nut verdichtet.

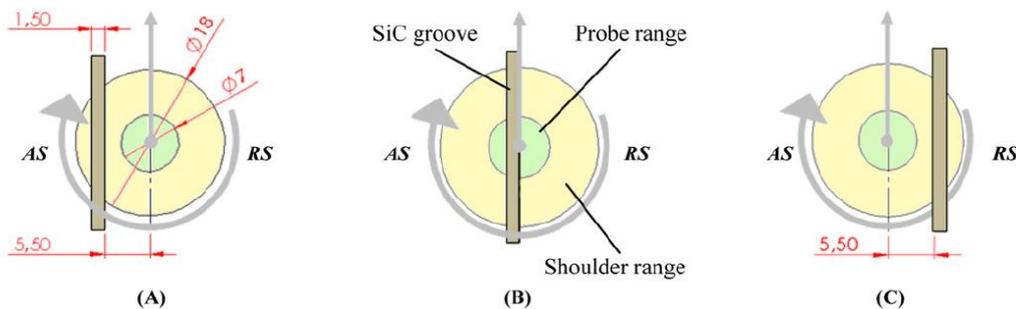


Abbildung 2.24: Werkzeugposition [19]

In Abbildung 2.25 ist die Verteilung der Sekundärpartikel mit einer Nut ersichtlich. Problematisch ist die höhere Konzentration an der Vorlaufseite. Auch durch ein Wiederholen des Verrührvorganges kann diese Verteilung nicht merklich verändert werden. Die Probe (a) wurde einem viermaligen Friction Stir Prozess unterzogen, die Probe (b) einer achtmaligen. [23]

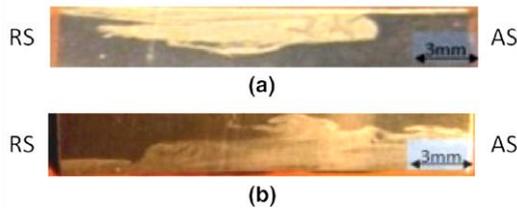


Abbildung 2.25: Partikelverteilung, welche mit Groove Filling Methode erreicht wird [23]



Abbildung 2.26: Wechselnde AS/RS [22]

Abhilfe für dieses Problem liefert ein ständiges Abwechseln der Advancing/Retreating side. Dies wird durch eine, mit jedem Wiederholvorgang wechselnde, Drehrichtung erzeugt. Das Ergebnis ist in Abbildung 2.26 ersichtlich. Die Verteilung ist deutlich besser, als in den in Abbildung 2.25 dargestellten Schliffen.

## 2.2.2 Unterschiedliche Nuten (Three Gradient Groove)

Bei dieser Methode werden mehrere Nuten in das Werkstück gefräst. Diese Variante wurde von Heydarian et al. [23] untersucht. Als Grundwerkstoff verwendete er die Aluminiumlegierung 7075-O. Als Sekundärpartikel wurden SiC mit 80 nm verwendet. Wegen der Asymmetrie beim FSP soll nun durch mehrere Nuten eine bessere Verteilung der Sekundärpartikel ermöglicht werden. Wie in Abbildung 2.27 zu sehen ist, sinkt die Tiefe der Nuten zur Vorlaufseite, da auf der Rücklaufseite die Geschwindigkeiten geringer sind und dort meist ein Mangel an Sekundärpartikel vorliegt.

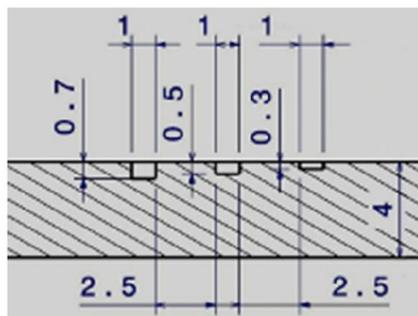


Abbildung 2.27: Three Gradient Groove Methode [23]

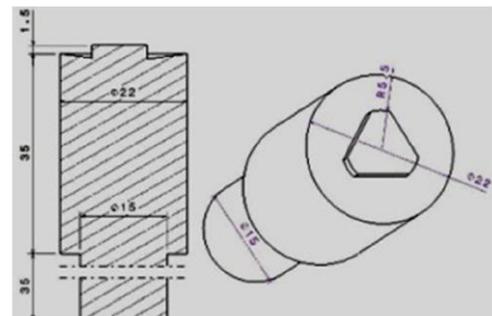


Abbildung 2.28: FSP-Werkzeug [23]

In Abbildung 2.29 ist das Ergebnis ersichtlich, welche mit den drei Nuten erzielt wurde. Dieses ist deutlich gleichmäßiger, als in den in Abbildung 2.25. Zusätzlich erhält man durch diese Technik eine viel breitere Verbundzone, als mit nur einer Nut.



Abbildung 2.29: Verteilung mit der Three Gradient Groove Methode [23]

Der Härteverlauf, der bei dieser Variante entstanden ist, wird in Abbildung 2.30 gezeigt. Dabei ist die höchste Härte und der gleichmäßigste Verlauf mit den drei Nuten erzielt worden. Mit alternierender Vor- und Rücklaufseite und nur einer Nut (AS & RS) wurde ein

geringerer Härteverlauf erreicht. Die geringste Härte wurde mit nur einer Nut und mit gleichbleibender Vor- und Rücklaufseite erzielt. Auch mit steigender Anzahl an Überfahrten wird eine höhere Härte erzielt.

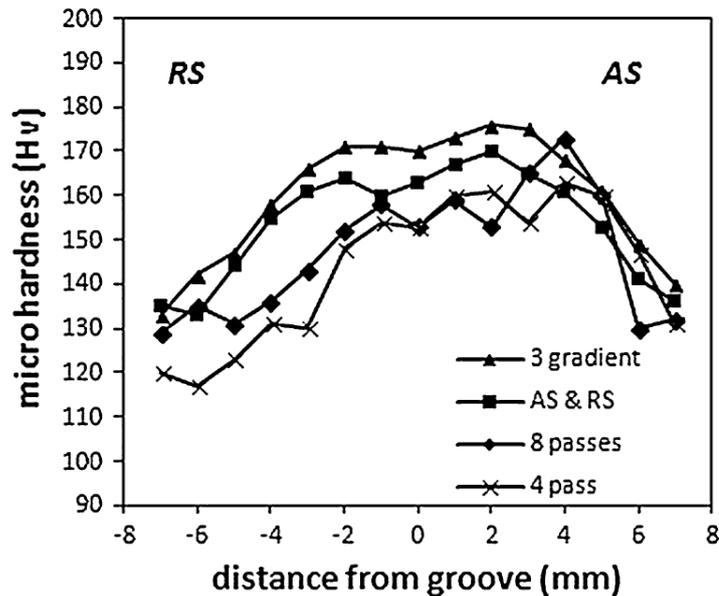


Abbildung 2.30: Härteverlauf der Three Gradient Groove Methode [23]

### 2.2.3 Verschlussene Nuten (Groove Filling and Closing)

Die Nut kann auch, nachdem sie mit Pulver befüllt wurde, geschlossen werden. Dadurch wird verhindert, dass die Partikel vorzeitig entweichen und somit nicht in die Verbundschicht eingearbeitet werden. Der Anteil der, in das Grundmaterial eingearbeiteten, Partikel wird durch diese Methode deutlich erhöht. [22]

#### Schließen mit FSP

Dabei wird ein pinloses FSP-Werkzeug, welches in Abbildung 2.31 gezeigt wird, verwendet, um die Oberfläche zu verreiben und somit die Nut zu schließen. Anschließend wird mit einem pinbehafteten FSP-Werkzeug eine Überfahrt vollzogen, um die Verbundschicht herzustellen. [24]

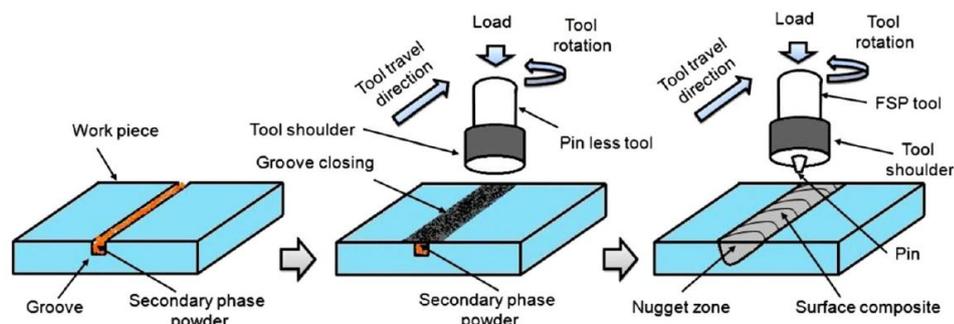


Abbildung 2.31: Befüllte Nut mit pinlosem Werkzeug verschließen [22]

Refat et al. [25] wendete diese Art der Pulvereinbringung an und führte mit dem Grundwerkstoff EN AW-7075 Untersuchungen bezüglich FSP durch. Als Sekundärpartikel wählte er Aluminiumoxid ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) mit einer durchschnittlichen Größe von 40 nm. Drehzahl, Vorschub und Neigungswinkel wurden mit 500 U/min, 40 mm/min, und  $3^\circ$  gewählt. Die Drehrichtung änderte sich mit jedem Wiederholvorgang, was ein Alternieren der Vor- und Rücklaufseite zur Folge hat. In Summe wurden vier Überfahrten vollzogen. Nuttiefe und Nutbreite wurden mit 4,5 mm und 3 mm gewählt. Die Nut wurde mit einem pinlosen Werkzeug mit 19 mm Schulterdurchmesser geschlossen. Der Friction Stir Prozess wurde mit einem Werkzeug aus Werkzeugstahl (H13) mit einem Pindurchmesser von 6,2 mm und einer Pinlänge von 5,3 mm durchgeführt. Der Schulterdurchmesser betrug dabei 19 mm.

Der Grundwerkstoff EN AW-7075 besaß den Anlieferungszustand T6 mit einer Härte von 177 HV. Nach einer Wärmebehandlung wurde die Härte auf 64,3 HV reduziert. Nach dem FSP wurde eine Wärmebehandlung, ähnlich wie in Kapitel 2.4.1 beschrieben, gewählt, um so wieder einen T6-Zustand zu erhalten. Dazu wurde das Material für 90 min auf eine Temperatur von  $515^\circ\text{C}$  erwärmt und mit Wasser abgeschreckt. Anschließend wurde das Ausscheidungsglühen bei  $120^\circ$  für jeweils 12, 24 bzw. 36 h durchgeführt.

In Abbildung 2.32 sind die jeweiligen Härteverläufe in Abhängigkeit von der Wärmebehandlung zu sehen: a) wurde nicht wärmebehandelt, b) wurde 12 h, c) 24 h und d) 36 h ausgelagert. Der rote Verlauf wurde dabei jeweils ohne Sekundärpulver, der grüne Verlauf mit Sekundärpulver durchgeführt. Ohne Wärmebehandlung ist eine Härtezunahme mit den Nano-Aluminiumoxid-Partikeln erheblich (Diagramm a)). Mit einer zusätzlichen Wärmebehandlung wird dieser Einfluss geringer (Diagramm b), c), d)). Außerdem ist ersichtlich, dass das Härtemaximum in der Nugget-Zone erreicht wurde.

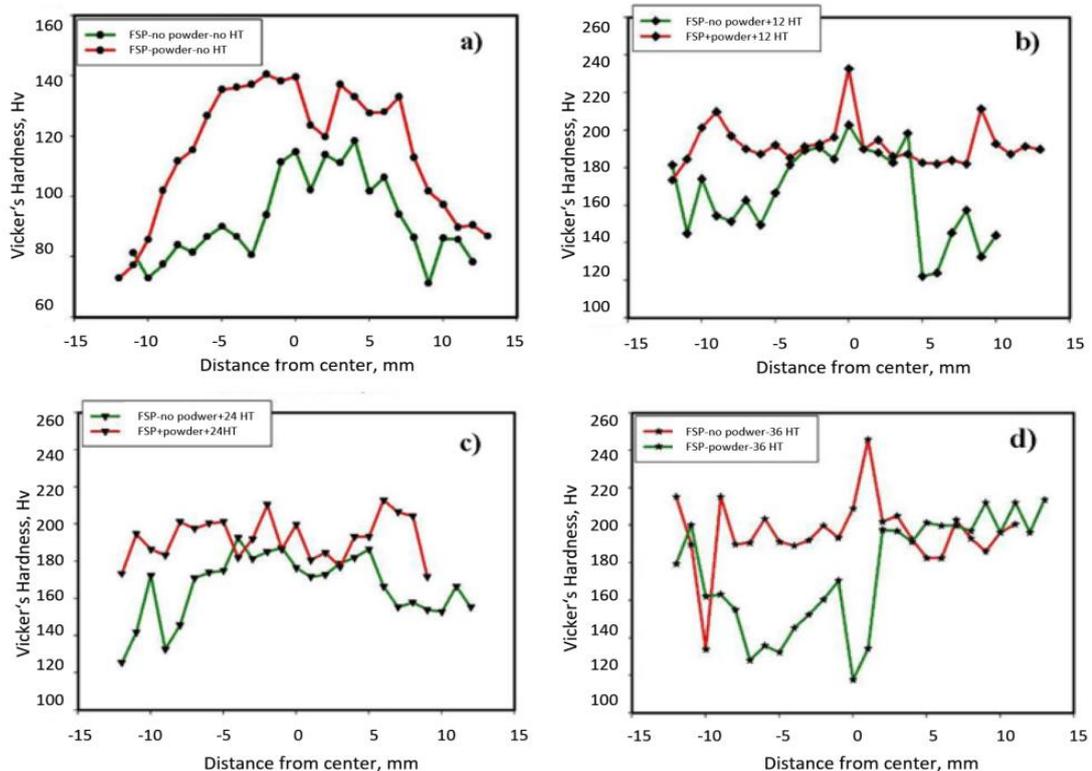


Abbildung 2.32: Härteverlauf bei unterschiedlichen Wärmebehandlungen [25]

### Schließen mit Deckel

Anstatt einer zusätzlichen FSP-Überfahrt kann auch einfach ein Deckel zum Schließen der Nut verwendet werden. Abbildung 2.33 zeigt einen schematischen Aufbau dieser Variante. Die Deckelschicht kann nach dem FSP abgefräst werden.

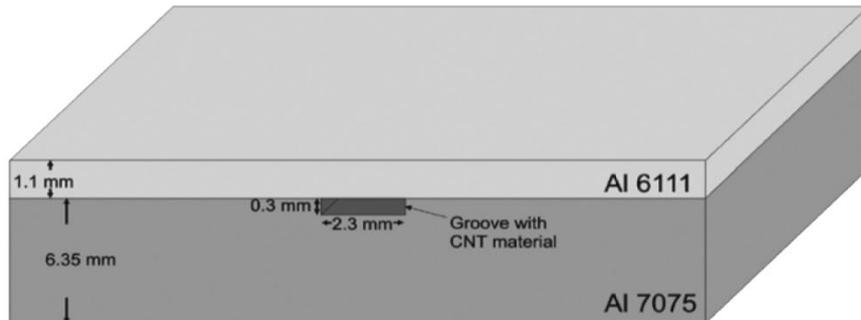


Abbildung 2.33: Groove Filling and Closing mittels Platte [26]

### 2.2.4 Lochbefüllung (Hole Filling)

Bei dieser Methode werden anstatt Nuten einzelne Bohrungen in das Werkstück gemacht. Die Bohrungen werden mit den Sekundärpartikeln gefüllt und anschließend verrührt. [27]

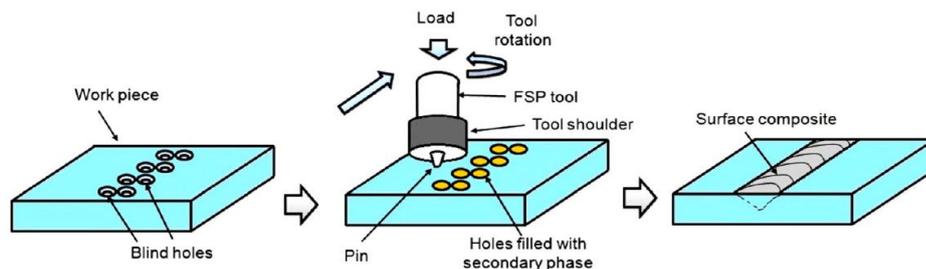


Abbildung 2.34: Hole Filling Methode [22]

### 2.2.5 Verschlussene Löcher (Hole Filling and Closing)

Ähnlich wie beim Groove Filling gibt es auch hier die Möglichkeit, die Partikel vor dem Entweichen zu hindern, indem man die Bohrungen mit einem pinlosen Werkzeug schließt. Abschließend wird mit einem pinbehafteten FSP-Werkzeug verrührt. Durch das Schließen der Bohrungen wird auch hier sichergestellt, dass der Großteil der Sekundärpartikel in den Grundwerkstoff eingearbeitet wird. [22]

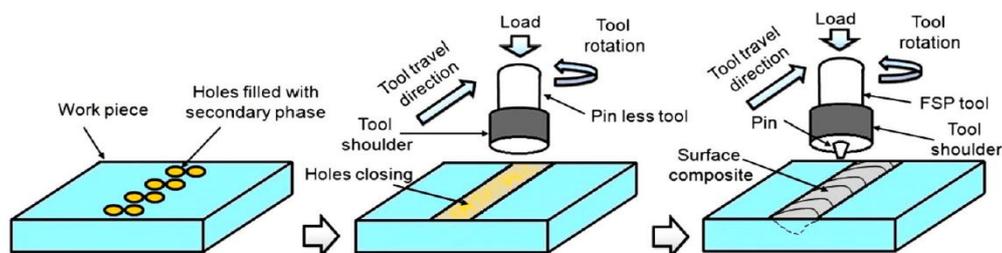


Abbildung 2.35: Hole Filling and Closing Methode [22]

## 2.2.6 Direktes Friction Stir Processing

Das direkte Friction Stir Processing (DFSP) wurde von Huang et al. [28] näher untersucht. Als Grundmaterial wurde dabei AZ31 verwendet. Als Sekundärpartikel diente ein SiC-Pulver mit einem durchschnittlichen Durchmesser von 1  $\mu\text{m}$ . Der Prozess wird in Abbildung 2.36 dargestellt. Das pinlose DFSP-Werkzeug weist eine konkave Schulter mit einer axialen Durchgangsbohrung auf und ist in Abbildung 2.37 dargestellt. Die Bohrung dient dabei als Reservoir des Sekundärpulvers. Eine dünne Schicht aus Aluminium verhindert den vorzeitigen Austritt des Pulvers. Erst bei Berührung mit dem Werkstück wird die dünne Aluminiumschicht abgerieben und der Austritt des Pulvers aus dem Werkzeug ermöglicht. Nach dem direkten Friction Stir Prozess wurde noch eine Überfahrt mit einem FSP-Werkzeug mit denselben Abmessungen durchgeführt. Der Vorteil dieser Variante ist die direkte Einbringung in die Rührzone. Diese Art der Pulvereinbringung ist allerdings nur für dünne Schichten geeignet. Die in dem Versuch erzeugte Schichtdicke betrug 150  $\mu\text{m}$ .

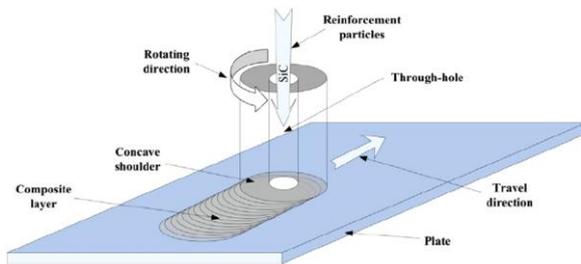


Abbildung 2.36: DFSP-Prozess [28]

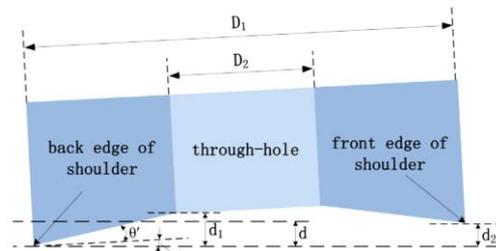


Abbildung 2.37: DFSP-Werkzeug [28]

## 2.2.7 Oberflächenbeschichtung (Surface Coating)

Die Oberfläche wird hier mit den Sekundärpartikeln beschichtet und anschließend verrührt. Mit Surface Coating können allerdings nur sehr geringe Schichtdicken erzeugt werden, da die Querbewegungen im Material nur sehr gering sind. In Tabelle 2.2 wird dieses Verfahren für Aluminium zweimal angeführt. Die Schichtdicken betragen dabei rund 0,1 mm und 0,2 mm.

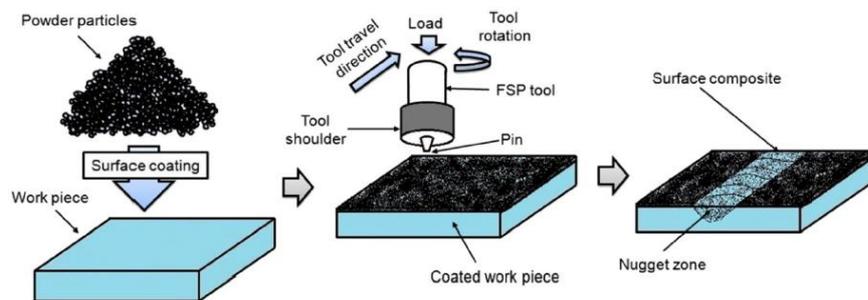


Abbildung 2.38: Surface Coating mit anschließendem FSP [22]

Eine Variante dieses Verfahrens wurde von Adem Kurt et al. [29] analysiert. Dabei wurde ein SiC Pulver (Partikelgröße von 10  $\mu\text{m}$ ) mit Methanol vermischt und auf der Oberfläche einer Al1050 Platte verteilt. Es wurde eine Schichtdicke, welche stark abhängig von der Vorschubgeschwindigkeit war, von 75-150  $\mu\text{m}$  erzeugt. Wegen der geringen Schichtdicke wurde hier ein pinloses Werkzeug mit ebener Schulter verwendet.

Eine weitere Variante wurde von Zahmatkesh und Enayati [30] untersucht. Dabei wurde eine durchschnittliche Schichtdicke von 0,6 mm erreicht. Als Grundwerkstoff wurde ein Al2024 T4 verwendet, welcher mit Al und  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (je 50 nm) beschichtet wurde. Mittels Plasmabeschichtung wurde eine Schichtdicke von 200  $\mu\text{m}$  aufgetragen, welche in Abbildung 2.39 dargestellt ist. Besonders hervorzuheben sind dabei die homogene Gleichverteilung der Sekundärpartikel, die hohe Härte von 230 HV und der konstante Härteverlauf über dem Durchmesser. In dem FSP-Bereich wurde also eine Härtesteigerung von 140 HV erreicht. Abbildung 2.40 zeigt den Härteverlauf mit bereits zwei nebeneinander durchgeführten Rührreibvorgängen.

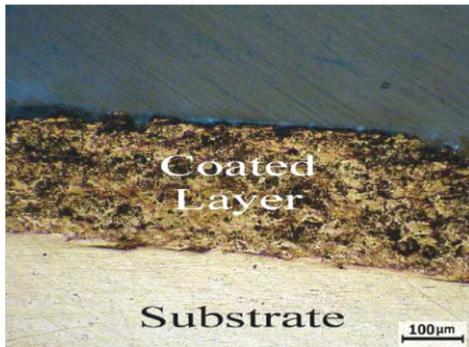


Abbildung 2.39: Plasmabeschichteter Grundwerkstoff [30]

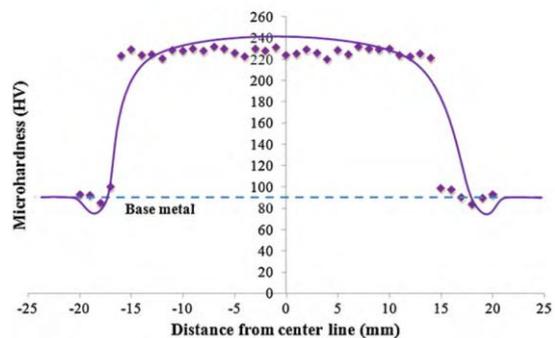


Abbildung 2.40: Härteverlauf nach Surface Coating [30]

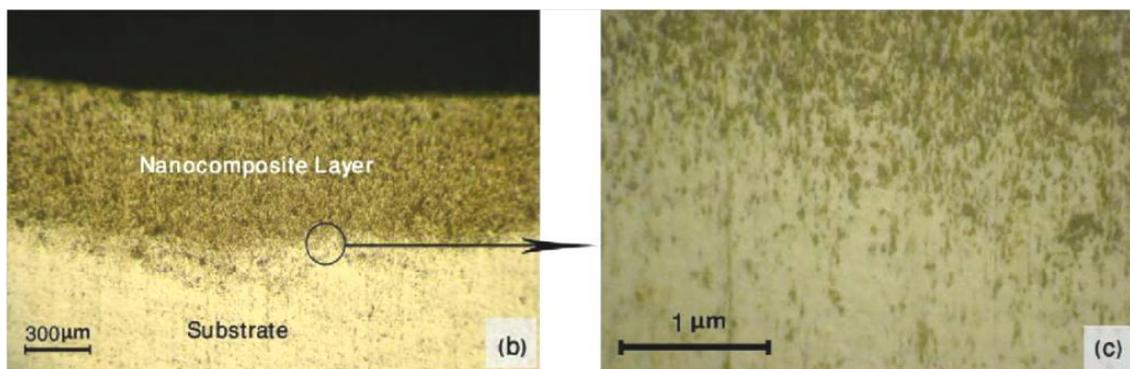


Abbildung 2.41: Mikrostruktur der erzeugten Verbundschicht [30]

In Abbildung 2.41 ist die erzeugte Verbundschicht nach dem Friction Stir Process mit einer durchschnittlichen Dicke von 600  $\mu\text{m}$  dargestellt. Darin ist eine gleichmäßige Verteilung der eingebrachten  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Partikel zu erkennen.

## 2.2.8 Sandwich-FSP

Bei dieser Methode wird die Sekundärphase großflächig zwischen zwei Platten positioniert. In Abbildung 2.42 wird nur eine Schicht zwischen den Platten aufgebracht. Es ist aber auch möglich, die Anzahl der Schichten zu erhöhen und dadurch eine bessere Verteilung zu erhalten. Der große Vorteil dieser Variante liegt darin, dass für das Aufbringen der Sekundärschicht keine zusätzlichen Werkzeuge benötigt werden und der Arbeitsschritt sehr schnell durchführbar ist. Ein Fräsen von Nuten beziehungsweise Bohren von Löchern, sowie das Schließen dieser durch ein zusätzliches FSP-Werkzeug, ist nicht notwendig. [22]

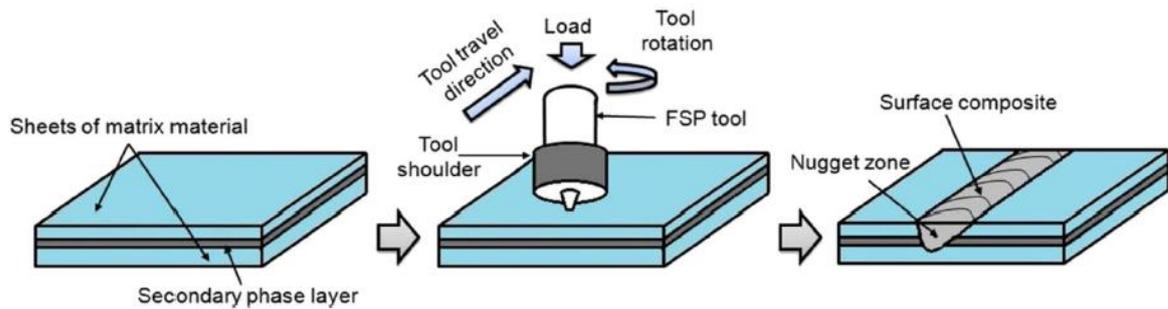


Abbildung 2.42: Sandwich Methode [22]

### 2.3 Analyse der Partikelverteilung

Wie bereits in den vorherigen Kapiteln zu sehen war, liefert ein Härteverlauf erste Rückschlüsse auf die Homogenität der Partikelverteilung. Will man jedoch genauer auf die Homogenität der Partikel in der Aluminiummatrix eingehen, benötigt man andere Verfahren. Die Verteilung der Sekundärpartikel in der Aluminiummatrix kann mit verschiedenen Oberflächenanalysen bestimmt werden. Das Verfahren ist abhängig von der erforderlichen Auflösung. In der Literatur wurden die Partikel häufig mit dem Rasterelektronenmikroskop (REM), mit Transmissionselektronenmikroskop (TEM) und mit Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX – Energiedispersiver Röntgenspektroskopie) untersucht, auf welche folgend näher eingegangen wird.

**Rasterelektronenmikroskop:** Das Funktionsprinzip beruht darauf, dass ein feinfokussierter Elektronenstrahl (Energie  $\sim 20$  keV; Strahldurchmesser  $\sim 5$   $\mu\text{m}$ ) die Oberfläche des Präparates abstrahlt. Dabei entsteht eine Wechselwirkung zwischen den Elektronen und Atomen der Probe. Die Wechselwirkungen sind z.B. Auslösen von Sekundärelektronen oder elastische Rückstreuung von Elektronen. Die dabei entstehenden Signale werden mit Detektoren registriert. [31]

**Transmissionselektronenmikroskop:** Beim TEM hat der Elektronenstrahl eine deutlich höhere Energie (80-1.000 keV). Die Probe muss so vorbereitet werden, dass sie von den Elektronen durchstrahlt werden kann. Dazu muss die Probe eine sehr geringe Dicke ( $<0,1\mu\text{m}$ ) aufweisen. Beim Elektronenmikroskop werden die schnell bewegten Partikel einer Wellenlänge zugeordnet. Dieser Korpuskelstrahl wird anschließend zur Abbildung des Gegenstandes verwendet. [31]

**Energiedispersive Röntgenspektroskopie:** Infolge eines Elektronenbeschusses (durch REM oder TEM) werden charakteristische Röntgenstrahlen emittiert. Anhand dieser Röntgenstrahlen kann eine Elementanalyse durchgeführt werden. Die Ortsauflösung liegt dabei in einem Rahmen von 1  $\mu\text{m}$  beim REM und bei 2 nm beim TEM. Die Energieauflösung beträgt dabei 120 bis 130 eV. [32, S. 60–61]

Gandra [19] untersuchte die Partikelverteilung in seinem Versuch auf Basis von Bildverarbeitungstechniken, die durch ausgewählte Schwellenwerte den Volumenanteil in der Aluminiummatrix ergaben. Dazu wurden viele Formatbilder in der Größenordnung von  $45\ \mu\text{m} \times 60\ \mu\text{m}$  über den Querschnitt verteilt gemacht und mittels Bildverarbeitung eine prozentuelle Aufteilung dieser Bereiche errechnet. Abbildung 2.43 fasst die Ergebnisse aus der Bildverarbeitung in einem Diagramm zusammen.

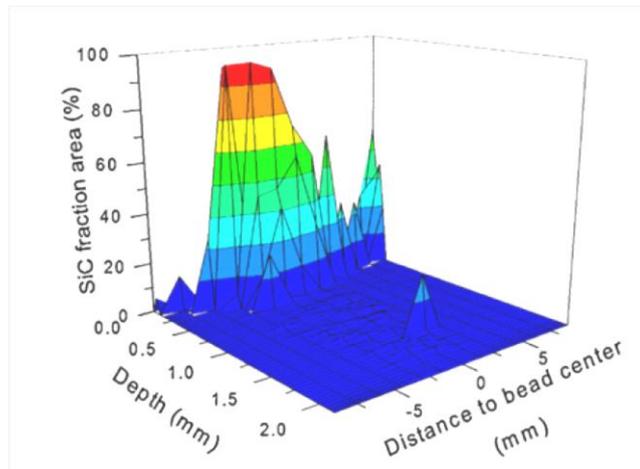


Abbildung 2.43: Prozentuelle Verteilung der Sekundärpartikel [19]

Gandra ging in seiner Untersuchung nur auf die Anteile der Partikel ein und fasste die Anzahl und Größe der Partikel in eine Komponente zusammen. Mahmod [12] hingegen erstellte zur Beschreibung der Partikelverteilung ein Histogramm. Grundlage waren Aufnahmen mit einem Rasterelektronenmikroskop (REM), welche in Abbildung 2.44 oben zu sehen sind. Diese Aufnahmen liegen im Bereich von wenigen Mikrometern. Anhand dieser Aufnahmen erfolgte eine statistische Auswertung durch eine Summation von Partikeln ähnlicher Größe. Die daraus erhaltene Verteilung wird in Abbildung 2.44 gezeigt. Ziel seiner Versuche war die Untersuchung des Einflusses von verschiedenen Pinformen auf die Pulververteilung, welche bereits in Kapitel 2.1.2 im Unterpunkt Werkzeug näher erläutert wurde.

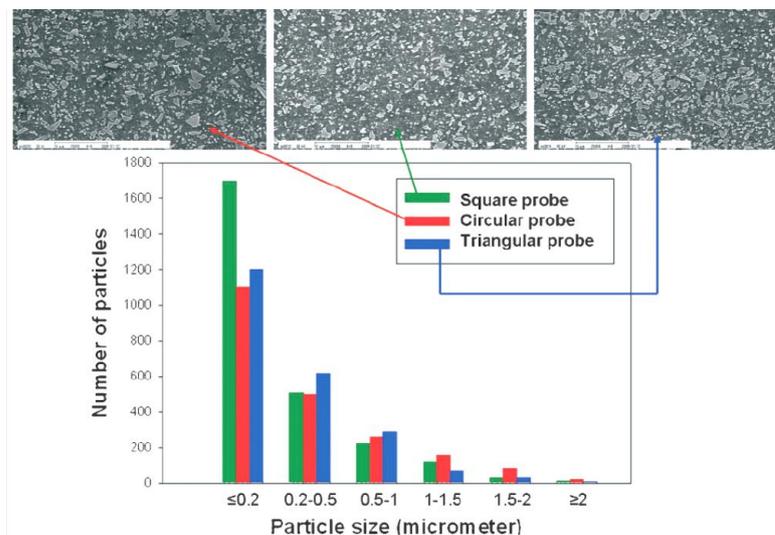


Abbildung 2.44: Histogramm der Partikelverteilung [12]

Xingwang Zhang [33] führte in seiner Arbeit unter anderem Untersuchungen bezüglich der Verteilung von Partikeln im Nanometerbereich durch. Die Thematik seiner Arbeit beschäftigte sich mit der Beschichtung von poröser Aktivkohle mit Titanoxid ( $\text{TiO}_2$ ). Als Grundlage dienten Aufnahmen, welche mit einem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) erzeugt wurden (Abbildung 2.45). Im Vergleich zu den vorher beschriebenen Analysen liegen diese Aufnahmen im Nanometerbereich. Anhand dieser Aufnahmen wurden wieder statistische Auswertungen vollzogen und ein Histogramm, welches in Abbildung 2.46 gezeigt wird, erstellt. Die beiden Kurven zeigen bei diesem Verfahren den Einfluss der Substrattemperatur, wobei a) für eine Substrattemperatur von 373 K und b) für 423 K steht.

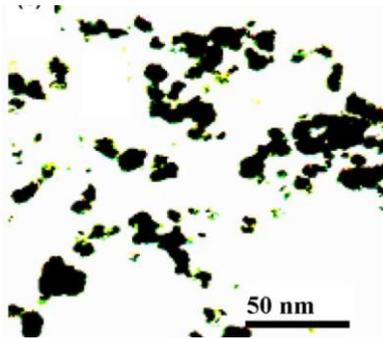


Abbildung 2.45: TEM-Aufnahme [33]

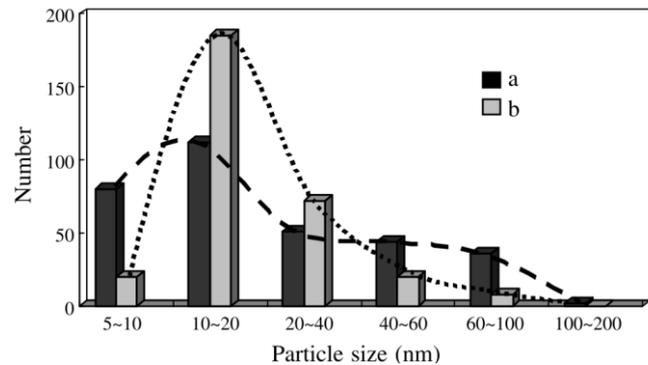


Abbildung 2.46: Histogramm für den Nanometerbereich [33]

Marzoli et al. [18] führte Untersuchungen bezüglich Sekundärpartikel ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) im Grundwerkstoff (AA6061) durch. Allerdings galt sein Interesse nicht der Partikelgröße, sondern der Partikelform. Er untersuchte Schlibfbilder (Abbildung 2.47) mit der Software ImageC und erstellte daraus ein Histogramm (Abbildung 2.48), welches auf der y-Achse die Anzahl und auf der x-Achse den Formfaktor beinhaltet. Der Formfaktor ist dabei eine dimensionslose Zahl von null (beliebige Form) bis eins (perfekter Kreis). Das in Abbildung 2.47 gezeigte Bild wurde aus der Nugget-Zone erstellt. Das Histogramm zeigt, dass die Partikel in dieser Zone deutlich runder, aber auch kleiner sind, als an den übrigen Stellen. Dies ist vermutlich auf die Rotation des Werkzeuges zurückzuführen, was ein Abschleifen der Sekundärpartikel zur Folge hat.

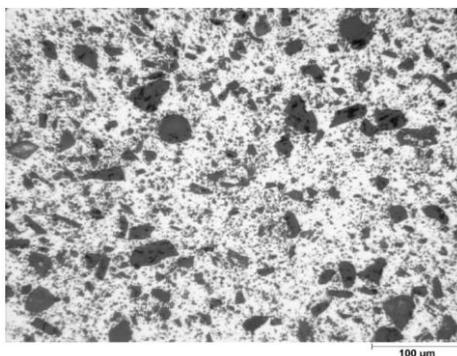


Abbildung 2.47: Schlibfbild aus der Nugget-Zone [18]

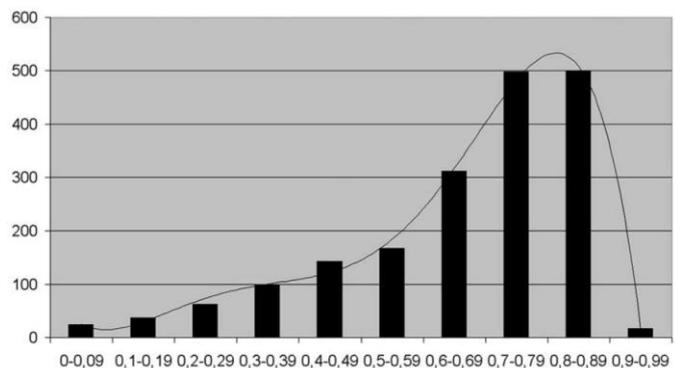


Abbildung 2.48: Histogramm für Formfaktor [18]

## 2.4 Werkstoffe

Wie schon zu Beginn der Arbeit erwähnt, wurde als Substrat eine Aluminiumlegierung des Typs EN AW-7075-T651 und als Sekundärpartikel ein Titanoxidpulver (29µm und 10-30 nm) verwendet. Diese Materialien werden in den folgenden Punkten genauer beschrieben.

### 2.4.1 Substrat

Als Substrat wurde in dieser Arbeit eine aushärtbare Aluminiumlegierung verwendet. Aluminium zählt zu den Leichtmetallen und besitzt ein kubisch flächenzentriertes Raumgitter (kfz). Somit sind die Atome an den Ecken und mittig in der Würfelfläche der Elementarzelle angeordnet.

Aluminiumlegierungen werden einerseits bezüglich ihres Legierungsgehaltes und andererseits bezüglich der Herstellungsart eingeteilt. Bedingt durch die Art der Herstellung lassen sich Knetlegierungen und Gusslegierungen unterscheiden. Erstere werden nach dem Gießprozess noch einem Umformprozess (Walzen, Ziehen, Pressen) unterzogen. Gusslegierungen werden wegen guter Formfüllung und Rissunempfindlichkeit zur Herstellung von Formgussstücken verwendet. Da sich diese Arbeit mit Knetlegierungen befasst, werden nur diese näher beschrieben. [6, S. 189–205]

Die Bezeichnung von Aluminiumlegierungen wird in Tabelle 2.3 näher erklärt:

Tabelle 2.3: Bezeichnung für Aluminiumlegierungen [6, S. 190–191]

<b>EN AW-7075</b>	<b>EN AC-21100</b>
EN...Euronorm	EN...Euronorm
A...Aluminium	A...Aluminium
W...Knetlegierung	C...Gussstücke
XXXX...Legierung, siehe Tabelle 2.4	XXXXX...Legierung

Tabelle 2.4: Aufschlüsselung der Legierungselemente von Knetlegierungen [6, S. 191]

Gruppe	Legierungstyp	Legierungsbeispiel	Aushärtbarkeit
1XXX	Reinaluminium	EN AW-1050A	Nicht aushärtbar
2XXX	AlCu	EN AW-2024	Aushärtbar
3XXX	AlMn	EN AW-3003	Nicht aushärtbar
4XXX	Al Si	EN AW-4046	Nicht aushärtbar
5XXX	Al Mg	EN AW-5182	Nicht aushärtbar
6XXX	Al MgSi	EN AW-6082	Aushärtbar
7XXX	Al ZnMg	EN AW-7020	Aushärtbar
8XXX	Sonstige	EN AW-8011A	Nicht aushärtbar
9XXX	nicht verwendet		

Die vierstellige Zahlenfolge (Bsp. 3003) bei Knetlegierungen gibt Aufschlüsse über die Legierung des Aluminiums. Die erste Zahl kennzeichnet die Hauptlegierungselemente. Die letzten beiden Zahlen charakterisieren die Legierung beziehungsweise stehen für den Reinheitsgrad von unlegiertem Aluminium. Die zweite Zahl steht für einen höheren Reinheitsgrad oder die Modifikation der Legierung. Zusätzlich können zu dieser Bezeichnung noch weitere Anmerkungen hinzugefügt werden, welche den jeweiligen Werkstoffzustand

beschreiben. Für aushärtbare Knetlegierungen wird eine Wärmebehandlung, wie in Tabelle 2.5 beschrieben, gekennzeichnet. [6, S. 191]

Der in dieser Arbeit verwendete Werkstoff EN AW-7075-T651 besitzt als Hauptlegierungselemente Kupfer, Magnesium und Zink. Ein Datenblatt ist im Anhang auf Seite 81 zu finden. Zink weist grundsätzlich eine hohe Löslichkeit im Aluminium auf. Durch den Zusatz von Magnesium wird diese Löslichkeit stark reduziert, wodurch ein Ausscheidungshärten erheblich verbessert werden kann. Kupfer verringert diese Löslichkeit noch zusätzlich und sorgt dazu für eine thermische Stabilität der Ausscheidungsphasen. [6, S. 143]

Tabelle 2.5: Bezeichnung der Wärmebehandlung [6, S. 193]

Bezeichnung	Wärmebehandlung
-T1	abgeschreckt aus der Warmumformung und kalt ausgelagert
-T2	abgeschreckt aus der Warmumformung, kalt umgeformt, kalt ausgelagert
-T3	lösungsgeglüht, abgeschreckt, kalt umgeformt und kalt ausgelagert
-T4	lösungsgeglüht, abgeschreckt und kalt ausgelagert
-T5	abgeschreckt aus der Warmumformung und warm ausgelagert
-T6	lösungsgeglüht, abgeschreckt und warm ausgelagert
-T7	lösungsgeglüht, abgeschreckt warm ausgelagert und überaltert
-T8	lösungsgeglüht, kalt umgeformt und warm ausgelagert
-T9	lösungsgeglüht, warm ausgelagert und kalt umgeformt

Tabelle 2.6: Weitere Wärmebehandlungen [34, S. 22–2]

Bezeichnung	Wärmebehandlung
-T351	lösungsgeglüht, gestreckt, um Spannungen zu reduzieren, kalt ausgelagert. Anwendung: Bleche, Platten, gerollte Stangen und Stäbe
-T3510	ident mit –T351 aber Anwendung für extrudierte Stangen, Stäbe und Rohre
-T3511	gleich wie -T3510 nur zusätzlich leicht begradigt für geringere Toleranzen
-T352	lösungsgeglüht, gestauch, um Spannungen zu reduzieren, kalt ausgelagert
-T651	lösungsgeglüht, gestreckt, um Spannungen zu reduzieren, warm ausgelagert. Anwendung: Bleche, Platten, gerollte Stangen und Stäbe,
-T6510	ident mit –T651 aber Anwendung für extrudierte Stangen, Stäbe und Rohre
-T6511	gleich wie -T6510 nur zusätzlich leicht begradigt für geringere Toleranzen
-T73	lösungsgeglüht, überaltert für bessere Korrosionsbeständigkeit
-T7651	lösungsgeglüht, gestreckt, um Spannungen zu reduzieren, durch Warmauslagern überaltert. Resistenter gegen Schichtkorrosion. Anwendung: Bleche, gerollte Stangen und Stäbe
-T76510	ident mit –T7651 aber Anwendung für extrudierte Stangen, Stäbe und Rohre
-T76511	gleich wie -T76510 nur zusätzlich leicht begradigt für geringere Toleranzen

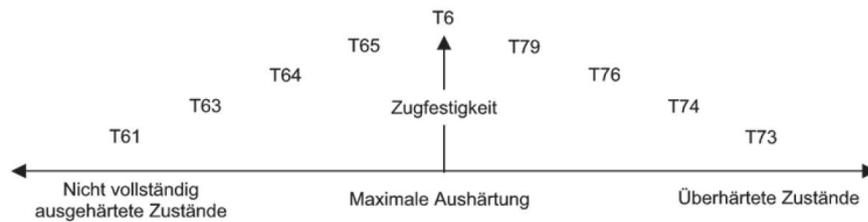


Abbildung 2.49: Einfluss der Wärmebehandlung auf Aushärtezustand [6, S. 194]

In Abbildung 2.49 ist der Einfluss der Wärmebehandlung auf die Festigkeit zu sehen. Die Wärmebehandlung T6 liefert ein Maximum an Zugfestigkeit. Die Wärmebehandlung T7 führt zu einem überhärteten Zustand.

Durch die, bei der Erstarrung bedingte Struktur, kommt es zu Fehlstellen im kristallinen Aufbau. Diese können in nulldimensionale (Leerstellungen), eindimensionale (Versetzungen), zweidimensionale (Stapelfehler) und dreidimensionale (Versetzungszellen) Gitterfehler eingeteilt werden. Außerdem ist noch die Kleinwinkelkorngrenze (Subkorngrenze) als zusätzlicher Gitterfehler zu erwähnen. Diese Fehlstellungen im Kristallgitteraufbau haben großen Einfluss auf die Eigenschaften des Metalls und sind unter anderem für die gezielte Änderung der Eigenschaften zuständig. Festigkeitssteigernde Mechanismen basieren auf der Hinderniswirkung der verschiedenen Gitterfehler.

### Kornverfeinerung

Eine Möglichkeit, die Versetzungsbewegung zu hindern und somit die Festigkeit zu steigern, ist die Kornverfeinerung. Unter einem Korn versteht man einen begrenzten Bereich mit gleicher Gitterstruktur und Orientierung. Übliche Korngrößen von Aluminiumlegierungen treten im Bereich von 0,5  $\mu\text{m}$  bis etwa 255  $\mu\text{m}$  auf und haben, entsprechend der Hall-Petch-Beziehung,

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_{HP} * d_k^{-1/2}$$

Einfluss auf die Fließspannung  $\sigma_y$ . Diese setzt sich aus der Grundspannung  $\sigma_0$ , dem mittleren Durchmesser der Körner  $d_k$  und einer Konstanten  $k_{HP}$  zusammen. Die Grundspannung ist von der inneren Reibung des Materials abhängig. Die Konstante ist ein Maß für die Abhängigkeit der Fließgrenze von der Korngröße. Im Vergleich zu Stahl weist Aluminium mit seinen Legierungen eine deutlich geringere Abhängigkeit auf. Die festigkeitssteigernde Wirkung ist auf die vielen Korngrenzen zurückzuführen, welche eine Behinderung der Versetzungsbewegung bewirken. [6, S. 71–82]

### Kaltverfestigung

Eine weitere Möglichkeit der Festigkeitssteigerung ist die Kaltverfestigung. Darunter versteht man eine Behinderung der Versetzungsbewegung durch eine hohe Versetzungsdichte, was zu einem Anstieg der Härte, Zugfestigkeit und Streckgrenze führt. Speziell für nicht aushärtbare Aluminiumlegierungen wird die Kaltverfestigung als festigkeitssteigende Maßnahme herangezogen [35, S. 221–228]

### Mischkristallverfestigung

Von Mischkristallverfestigung spricht man, wenn sich im Kristallgitter fremdartige Atome mit anderen Eigenschaften (z.B. Größe, Schubmodul) einlagern. Diese Legierungsatome bewirken im Wirtsgitter ein Spannungsfeld, wodurch die Versetzungsbewegung behindert wird. Speziell die Legierungselemente Si, Mg, Mn, Cu und Zn führen zu einer Mischkristallverfestigung (aber auch zur Ausscheidungshärtung). [6, S. 85]

### Teilchenhärtung

Über die Mischkristallhärtung hinaus ist die Teilchenhärtung der essenziellste Ansatz zur Festigkeitssteigerung von Aluminiumlegierungen. Die Teilchenhärtung kann entweder durch Zweitphasen, die als Ausscheidungen auftreten, oder aber durch Dispersoide, die beispielsweise pulverförmig in die Matrix eingebracht werden, hervorgerufen werden. [35, S. 221][36, S. 129]

Tabelle 2.7: Ausscheidungshärten und Dispersionshärten

Ausscheidungshärten	Dispersionshärten
<p>Neben geeigneten Legierungselementen wird für das Ausscheidungshärten eine adäquate Wärmebehandlung benötigt. [35, S. 221–224]</p> <p>Die Lösungsglühtemperatur liegt bei einem EN AW-7075, laut Datenblatt (Seite 80), zwischen 470 °C und 480 °C. Das Abschrecken muss mit einer erforderlichen Mindestabkühlgeschwindigkeit erfolgen. Das anschließende Auslagern findet dabei in zwei Stufen statt. Durch das Abschrecken wird die Ausscheidung unterdrückt. Die Elemente sind in der Matrix zwangsgelöst. Durch das nachfolgende Glühen entstehen fein verteilte Ausscheidungen, die wegen der Versetzungsbehinderungen zu guten Festigkeitswerten führen. [37, S. 231]</p>	<p>Dispersionsphasen sind, im Gegensatz zu den durch die Wärmebehandlung gebildeten Ausscheidungsphasen, thermisch äußerst stabil. Deshalb eignet sich diese festigkeitssteigernde Maßnahme besonders für Hochtemperaturbeanspruchungen. Die Größe von solchen Partikeln liegt meist zwischen 0,02 bis 0,5 µm. [36, S. 129][6, S. 88]</p>

In der Praxis findet die Dispersionshärtung, aber auch das Ausscheidungshärten, Anwendung. In Tabelle 2.7 sind beide näher beschrieben. In Abbildung 2.50 sind die unterschiedlichen Prinzipien der Teilchenhärtung dargestellt. Beim Ausscheidungshärten können abhängig von der Temperatur kohärente (niedrige Auslagertemperatur), teilkohärente und inkohärente (stark erhöhte Auslagertemperatur) Bereiche entstehen. Beim Dispersionshärten treten meist nur inkohärente Ausscheidungen auf. Kohärente Teilchen weisen eine ähnliche Gitterstruktur wie die Grundmatrix auf. Bei inkohärenten Teilchen weicht die Struktur vollständig von der Matrix ab. [35, S. 224–225]

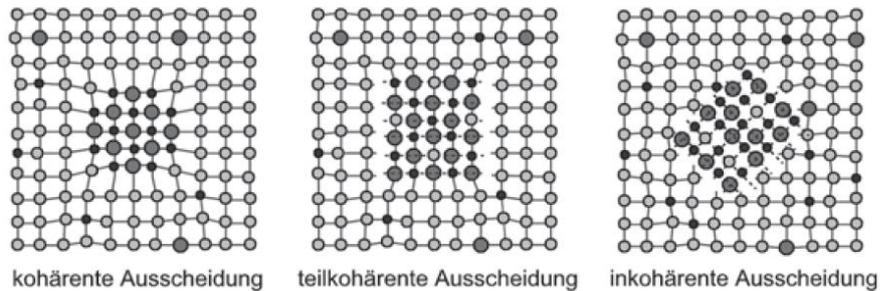


Abbildung 2.50: Unterschied kohärent, teilkohärent und inkohärent [6, S. 90]

Bei inkohärenten Bereichen wirkt der Orowan-Mechanismus. Bei diesem Prozess hinterlässt die Versetzung, wie in Abbildung 2.51 b) zu sehen, nach Durchlaufen des Teilchens einen Versetzungsring um die Teilchen. Bei teilkohärenter und kohärenter Bereichen, Abbildung 2.51 a), läuft die Versetzung in das Teilchen hinein und schert es ab.

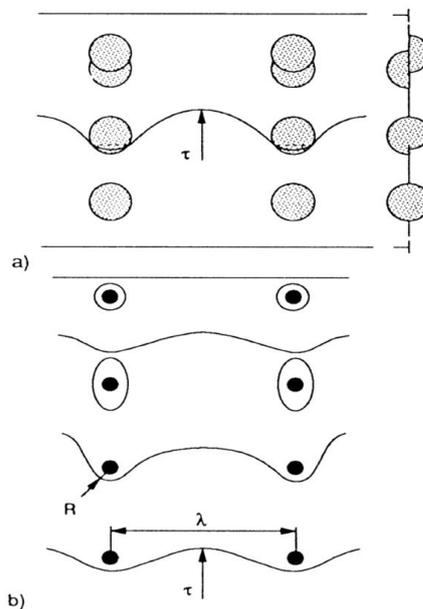


Abbildung 2.51: a) Teilchenschneiden und b) Orowan-Prozess [36, S. 225]

### 2.4.2 Sekundärpartikel

Titan hat eine Dichte von  $4,5 \text{ g/cm}^3$  und zählt zur Gruppe der Leichtmetalle. Kommt elementares Titan in Berührung mit Luft, so wird es sofort von einer Oxidationsschicht überzogen. Titandioxid kann in drei Modifikationen auftreten: Rutil, Anatas und Brookit. [38]

- Rutil ist die am häufigsten auftretende Modifikation, weist ein tetragonales Raumgitter auf und hat eine Dichte von  $4,3 \text{ g/cm}^3$ . Die Elementarzelle von Rutil ist in Abbildung 2.52 dargestellt. Die roten Kugeln stellen den Sauerstoff dar, die blauen Kugeln Titan. Bei Rutil besteht eine Elementarzelle aus zwei  $\text{TiO}_2$  Einheiten.
- Anatas kommt am zweithäufigsten in der Natur vor, hat eine Dichte von  $3,9 \text{ g/cm}^3$  und tritt als tetragonaler holoedrischer Kristall (Abbildung 2.53) auf. Ab  $700 \text{ °C}$  wandelt es sich irreversibel in Rutil um. Bei Anatas besteht eine Elementarzelle aus vier  $\text{TiO}_2$  Einheiten.

- Brookit hat ein orthorhombisches Gitter (Abbildung 2.54) und eine Dichte von  $4,1 \text{ g/cm}^3$ , ist sehr selten und wird bei höheren Temperaturen auch zu Rutil umgewandelt. Eine Elementarzelle beinhaltet acht  $\text{TiO}_2$  Einheiten. [39]

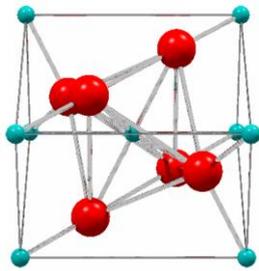


Abbildung 2.52:  
Elementarzelle Rutil [40]

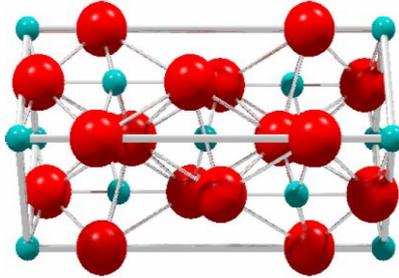


Abbildung 2.53: Elementarzelle  
Anatas [40]

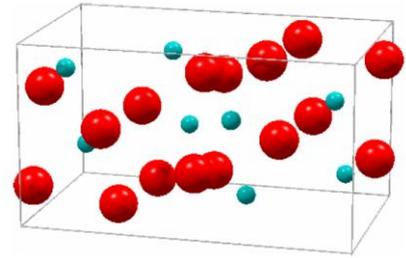


Abbildung 2.54: Elementarzelle  
Brookit [40]

## 2.5 Atmosphärisches Plasmaspritzen

Die Pulvereinbringung beim FSP erfolgt in dieser Arbeit unter anderem mittels Surface Coating. Das dazu benötigte Verfahren wird in diesem Kapitel näher beschrieben. Atmosphärisches Plasmaspritzen (APS) zählt zu den Verfahren des thermischen Spritzens. Dabei wird auf ein bestimmtes Substrat eine Spritzschicht aus z.B. Kunststoff, Keramik, Metall oder Keramik-Metall-Verbundwerkstoff erzeugt. Speziell beim Plasmaspritzen (auch Plasmabeschichten) werden Temperaturen von über  $20.000^\circ\text{C}$  (im Plasma) erreicht, wodurch auch der Einsatz von hochschmelzenden Werkstoffen, wie zum Beispiel von Keramiken, möglich wird. Heute sind neben Materialien wie Keramiken, Kunststoffen und Metallen, auch Naturstoffe, wie zum Beispiel Papier oder Holz als Substrat geeignet. Um mit Hilfe dieses Verfahren eine Spritzschicht zu erzeugen, ist eine Kombination aus thermischer und kinetischer Energie erforderlich. Je nach Aufteilung der Gesamtenergie in thermische und kinetische Energie können unterschiedliche Vor- und Nachteile für einen Anwendungsbereich entstehen. Eine Gliederung der Verfahren zum thermischen Spritzen wird in Abbildung 2.55 gezeigt. [41, S. 144–155]

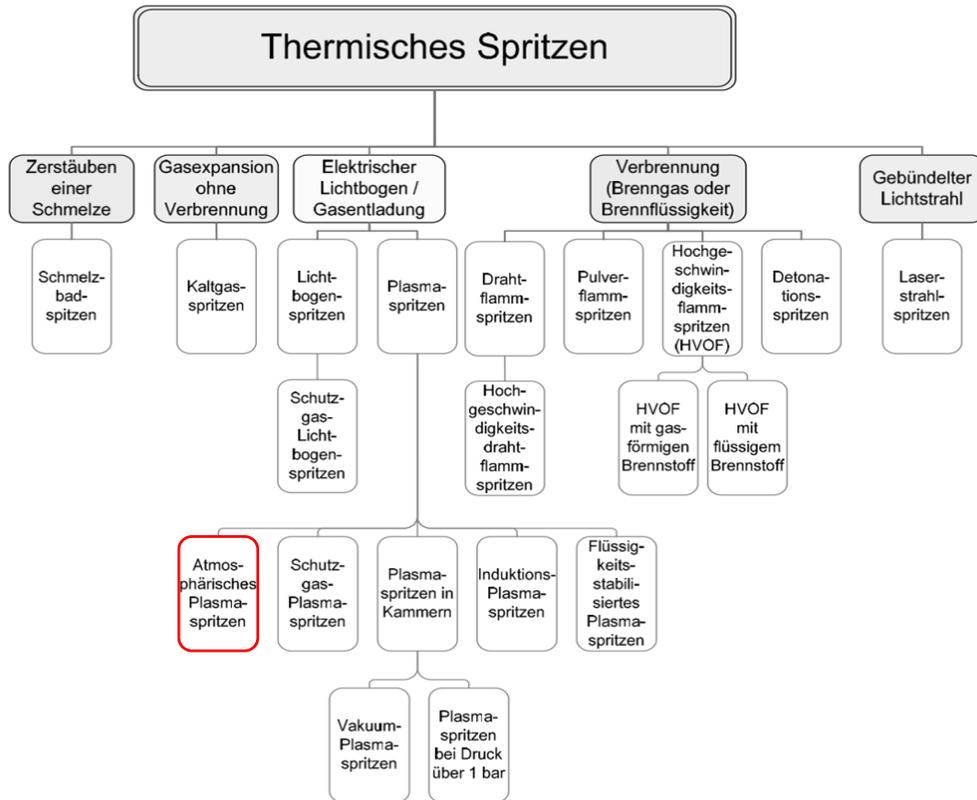


Abbildung 2.55: Thermische Spritzverfahren nach DIN EN 657 [42, S. 219]

Das Plasmaspritzen gliedert sich nach Abbildung 2.55 in weitere Unterkategorien. Da in dieser Arbeit nur das atmosphärische Plasmaspritzen Anwendung findet, wird lediglich auf dieses Verfahren des Plasmaspritzens näher eingegangen. In Abbildung 2.56 wird ein APS-Plasmapbrenner schematisch gezeigt. In diesem wassergekühlten Plasmapbrenner wird zwischen einer ringförmigen Anode und der Kathode ein Lichtbogen erzeugt. Ein Arbeitsgas wird durch den Lichtbogen geführt, wodurch es sich erhitzt und einen Plasmastrahl bildet. Der pulverförmige Spritzzusatz wird mit Hilfe eines Trägergases im vorderen Bereich des Brenners in den Plasmastrahl eingebracht. Dabei werden die Pulverpartikel ebenfalls erwärmt und beschleunigt. Je nach Parameter wird der Spritzzusatz angeschmolzen, geschmolzen oder im festen Zustand auf die Oberfläche des Substrats aufgebracht. [43, S. 74]

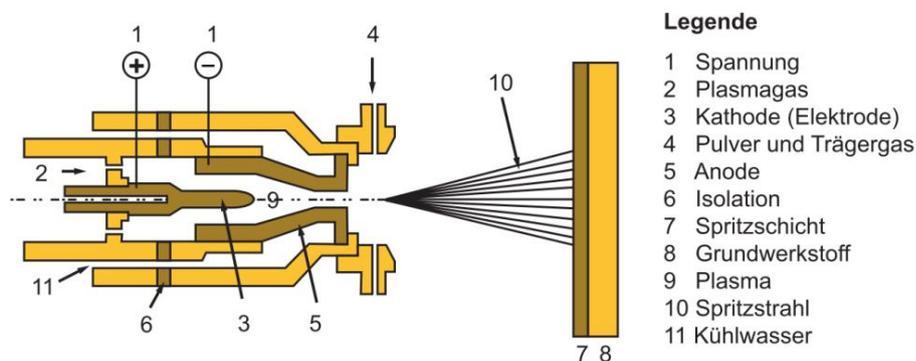


Abbildung 2.56: Schematische Darstellung des Plasmaspritzens [41, S. 156]

In Abbildung 2.57 ist eine schematische Darstellung der thermischen Spritzschicht zu sehen. Gut ersichtlich ist darin der lamellare Aufbau dieser Schicht. Zusätzlich sind noch die Merkmale einer solchen Schicht angeführt wie z.B. Risse, Verunreinigungen, Einschlüsse, der inhomogene Aufbau, aber auch die nicht geschmolzenen Partikel. Die inhomogene Mikrostruktur ist dabei auf die ungleichförmigen Partikel, die zusätzlich ungleichmäßig erwärmt werden, zurückzuführen. [44]

In Abbildung 2.58 ist ein Querschliff einer thermischen Spritzschicht aus  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$  zu sehen, welche durch Plasmaspritzen erzeugt wurde.

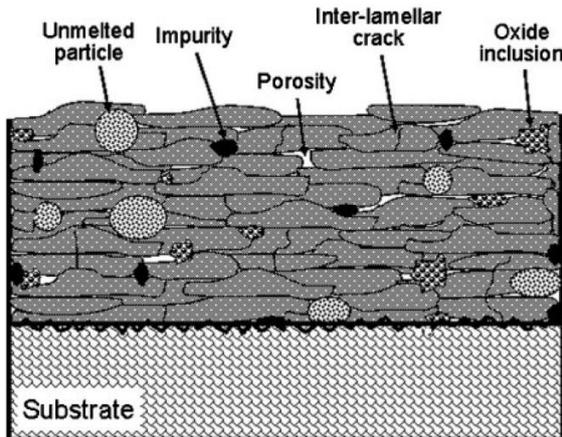


Abbildung 2.57: Mikrostrukturelle Merkmale einer thermischen Spritzschicht [44]

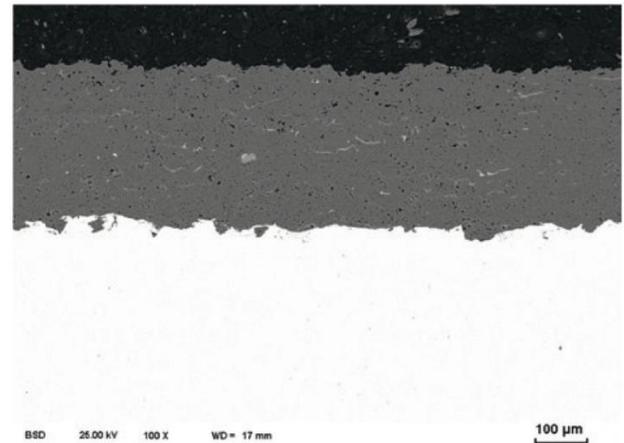


Abbildung 2.58: Querschliff einer Spritzschicht [41]

Um die Eigenschaften der erzeugten Schicht zu optimieren, muss eine entsprechende Vorbereitung der Bauteiloberfläche durchgeführt werden. Die Vorbehandlung beeinflusst unter anderem die Haftzugfestigkeit der Schicht und die Wärmeleitfähigkeit der Verbindung Substrat-Spritzschicht. Vor dem eigentlichen Spritzvorgang müssen folgende Arbeitsschritte durchgeführt werden:

- **Entfetten**  
Die Oberfläche des Substrats muss öl- und fettfrei sein. Durch das Entfetten wird die Haftung verbessert. Zusätzlich dient es auch der Vermeidung von Verunreinigungen durch des zum Raustrahlen verwendeten Strahlmittels. [41, S. 147]
- **Aufrauen der Oberfläche**  
Durch das Aufrauen wird in erster Linie die Oberfläche des Substrates vergrößert. Außerdem wird eine gute Verklebung der Partikel ermöglicht. Um die Oberfläche aufzuraufen, können verschiedene Verfahren eingesetzt werden, wie zum Beispiel Sandstrahlen oder Raudrehen. [41, S. 147]
- **Aufspritzen von Haftvermittlerschichten**  
Durch eine zusätzliche Haftvermittlerschicht aus Aluminium, Nickel, Kobalt oder Molybdän kann die Haftung zwischen Substrat und Pufferschicht vergrößert werden. In manchen Fällen wird dadurch erst eine Beschichtung möglich. [41, S. 147]

- Bauteilmaskierung

Nicht zu beschichtende Teile des Werkstoffes müssen vor dem Spritzen maskiert werden. Dazu dienen Bleche, Maskierbänder oder gummiartige Pasten. [41, S. 148]

- Vorwärmung

Um Spannungen zwischen Substrat und Spritzschicht zu mindern, ist eine Vorwärmung des Substrates erforderlich. Die dabei erzielten Temperaturen liegen meist in einem Bereich von 50 °C bis 80 °C. Eine Oxidation der Substratoberfläche ist dabei tunlichst zu vermeiden. Ein Vorwärmen kann mit Ofenheizungen, Induktionsanlagen, Widerstandserwärmung, Heißluftgebläsen oder mit einem Brenner erfolgen. [41, S. 148]

### 3 VERSUCHSAUFBAU UND VERSUCHSVORBEREITUNG

Dieses Kapitel soll einen Überblick über alle durchgeführten Versuche geben. Zusätzlich werden alle Vorbereitungen, die für die Versuchsdurchführung notwendig waren, sowie das verwendete Equipment, näher beschrieben.

#### 3.1 FSP-Anlage

Sämtliche FSP-Versuche wurden an der TU Graz mit einer Portalanlage des Typs MTS ISTIR BR4 durchgeführt (Abbildung 3.1). Diese Rührreißschweißmaschine von der Firma MTS Systems Corporation wird hydraulisch betrieben und ermöglicht eine Kraft- oder Wegsteuerung.



Abbildung 3.1: FSW-Maschine an der TU Graz

#### 3.2 Versuchsaufbau

Die durchgeführten Versuche teilen sich in eine erste und eine zweite Versuchsreihe auf. Mit der ersten Versuchsreihe soll grundsätzlich festgestellt werden, mit welchem Verfahren die Sekundärpartikel in das Grundmaterial eingerührt werden können. Aufbauend auf die Ergebnisse der ersten Versuchsreihe, soll in der zweiten Versuchsreihe die Partikelverteilung durch Veränderung spezieller Parameter optimiert werden.

In der ersten Versuchsreihe wurden sechs Varianten (V1 - V6) durchgeführt. Wie in den Abbildung 3.2 und Abbildung 3.3 zu sehen ist, teilen sich diese sechs Varianten auf zwei unterschiedliche Platten (Nutenplatte und Plasmplatte) auf. Von beiden Platten wurden jeweils zwei Stück gefertigt. Ein detaillierter Versuchsaufbau ist im Anhang auf Seite 85 und auf Seite 86 zu finden.

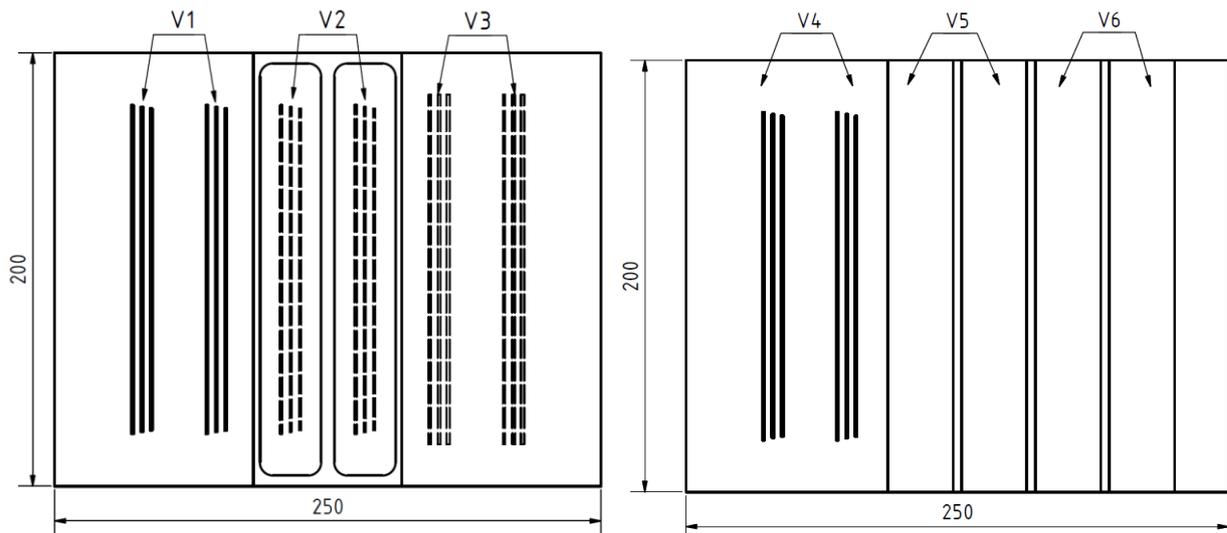


Abbildung 3.2: Versuchsaufbau  
Nutenplatte 1 und 2

Abbildung 3.3: Versuchsaufbau  
Plasmaplatte 1 und 2

Aus den Versuchen von Heydarian et al. [23] geht hervor, dass mit der „Three Gradient Groove“-Variante (beschrieben auf Seite 16) eine sehr gute Pulververteilung im Substrat erreicht wird. Des Weiteren kann, im Vergleich zum Plasmabeschichten, durch diese Einbringungsart eine geringere Partikelgröße verwendet werden. Aus diesen beiden Gründen wurden für die Versuchsvarianten V1 – V3 dieses Verfahren der Pulvereinbringung ausgewählt.

- Das Schließen der Nuten ist in V1 mit einem pinlosen FSP-Werkzeug (W1.0) durchgeführt worden. Der darauffolgende Friction Stir Process wurde mit dem Werkzeug W2.1 durchgeführt.
- Der Schließvorgang in V2 erfolgte mit einem 2 mm dicken Blech, welches im Bereich der Nuten auf 1 mm abgefräst wurde. Zum Verrühren kam ein Werkzeug mit längerem Pin (W2.2) zum Einsatz.
- In V3 wurden die Nuten von der Unterseite in das Blech gefräst, wodurch das Abdeckblech an der Unterseite angebracht werden konnte und somit nicht Teil des Verrührprozesses war. Vorteil dieser Varianten ist, dass es keine Einschränkung bezüglich der Partikelgröße gibt. Deshalb konnte bei diesen Versuchen eine Partikelgröße von 10-30 nm verwendet.

Wie im Kapitel 2.2.7 bereits erwähnt wurde, kann auch mit dem Surface Coating eine gute Verteilung des Pulvers erzielt werden. Da auch die erreichte Schichtdicke im geforderten Rahmen dieser Arbeit liegt, wurde das Plasmabeschichten als eine weitere Variante der Pulvereinbringung gewählt. Nachteil dieses Verfahrens ist allerdings die prozessbedingte Partikelgröße im Mikrometerbereich. Abbildung 3.3 zeigt den Versuchsaufbau von V4-V6.

- In V4 wurden die gefrästen Nuten durch Plasmabeschichten gefüllt und mit dem Werkzeug W2.1 verrührt.

- In V5 wurde die ebene, sandgestrahlte Oberfläche beschichtet und mit den Werkzeugen W2.1 und W3.2 verrührt.
- Die beschichtete Oberfläche in V6 ist mit den Rührwerkzeugen W1.0 und W3.1 bearbeitet worden.

Wie sich nach der ersten Versuchsreihe herausstellte, sind die Varianten V1, V3 und V5 besonders gut geeignet, um einen Metallmatrix-Verbund herzustellen. Deshalb sind die Varianten in der zweiten Versuchsreihe auf ihre Parametereinflüsse untersucht worden. Viele dieser Versuche konnten noch auf der Nutenplatte 1 und 2, sowie auf der Plasmplatte 1 durchgeführt werden. Um den Einfluss der Nutengeometrie zu analysieren, musste allerdings eine weitere Nutenplatte (Nutenplatte 3) hergestellt werden. Die Versuchsdurchführung mittels Schließen der Nuten durch FSP und darauffolgendem Verrühren blieb aber gleich. Abbildung 3.4 zeigt den Versuchsaufbau dieser Nutenplatte. Dabei wurde bei V7 der Abstand der Nuten verringert. Bei V8 wurde die Anzahl der Nuten auf 4 erhöht, sowie die Tiefe der Nuten konstant auf 1 mm gehalten. Sämtliche Fertigungszeichnungen, die für diese Arbeit benötigt wurden, sind im Anhang unter 9.2 zu finden.

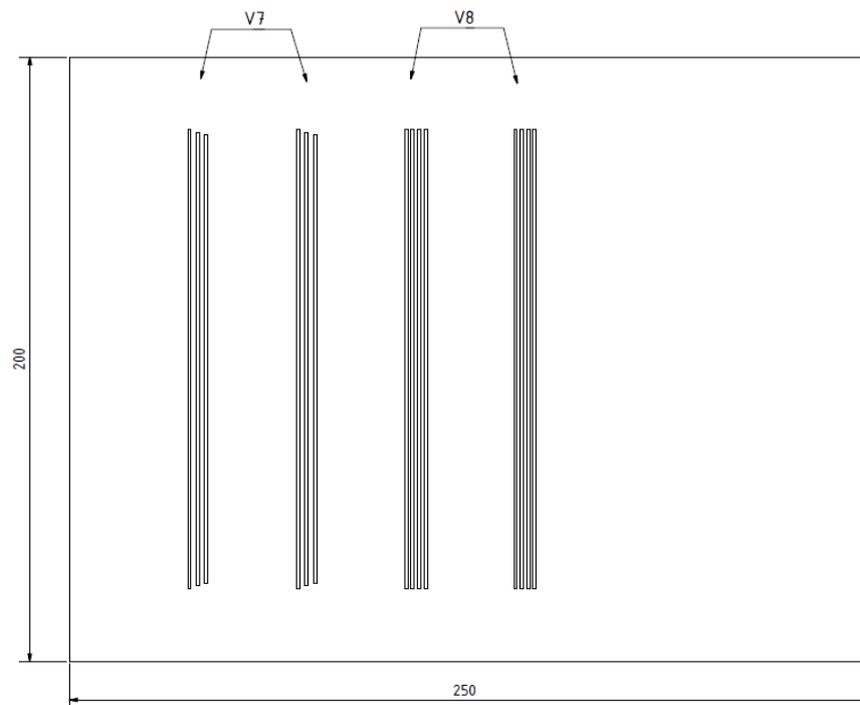


Abbildung 3.4: Nutenplatte 3

### 3.2.1 Nutenplatte

Als Grundmaterial für die Nutenplatten dienten Bleche mit den Abmessungen 250 mm x 200 mm x 11 mm. Als Werkstoff wurde für alle Bauteile ein EN AW-7075-T651 verwendet. In die Grundplatten wurden die benötigten Nuten auf der Vorder- und Rückseite gefräst. Die gefrästen Nuten sind in Abbildung 3.5 und Abbildung 3.6 zu sehen. Anschließend wurden die gefrästen Bleche gereinigt. Für die Versuche wurden zwei idente Nutenplatten gefertigt. Um die Nuten zu füllen, wurde das Titandioxidpulver mit einer Partikelgröße von 20 nm mit Ethanol vermischt und in die Nuten gegeben.

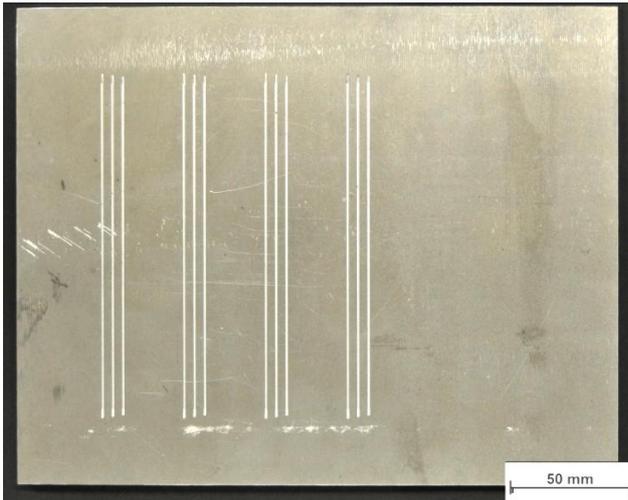


Abbildung 3.5: Vorderseite Nutenplatte 1

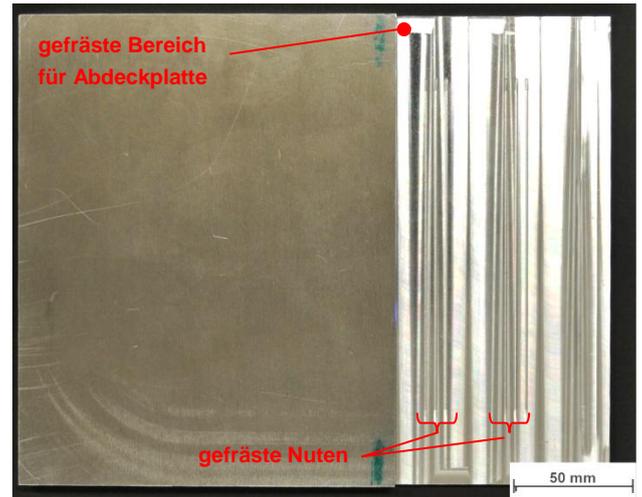


Abbildung 3.6: Rückseite Nutenplatte 1

### 3.2.2 Plasmaplatte

Als Grundmaterial dienten hier dieselben Grundplatten mit den Maßen 250 mm x 200 mm x 11 mm, in denen die Nuten gefräst wurden. Es wurden wieder zwei Platten (Plasmaplatte 1 und Plasmaplatte 2) hergestellt. Das Plasmabeschichten und die dazu benötigten Vorbereitungen wurden bei der Firma INOCON in Attnang-Puchheim durchgeführt. Um die Haftung der Spritzschicht zu optimieren, wurden die zu beschichteten Bereiche mit Aluminiumoxid sandgestrahlt.

Für das Plasmabeschichten musste eine Maskierung durchgeführt werden. Jene Bereiche, die nicht beschichtet werden sollten, wurden mit entsprechenden Blechen abgedeckt. Dadurch wurde auch ein gezieltes Füllen der Nuten ermöglicht. Um eine bessere Benetzung zu gewähren, wurde das Werkstück mit einer Heizplatte auf 150 °C vorgeheizt. In Abbildung 3.7 ist der Vorheizprozess ersichtlich. Im linken oberen Bereich ist der Plasmabrenner zu sehen. Sobald die Temperatur von 150 °C erreicht war, konnte mit dem Aktivieren (Überfahren des Werkstückes mit dem Plasmabrenner ohne Zusatzpartikel) und dem eigentlichen Spritzvorgang (Abbildung 3.8) für die Versuchsvariante V4 begonnen werden. Für das Plasmabeschichten wurde ein Titandioxidpulver mit einer Partikelgröße von  $x_{50} = 28,57 \mu\text{m}$  verwendet. Ein Datenblatt des Pulvers ist im Anhang auf Seite 82 zu finden.

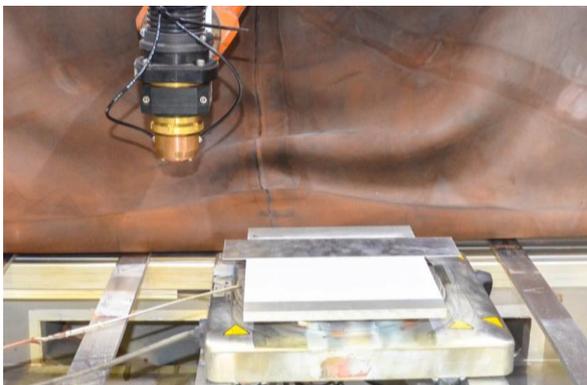


Abbildung 3.7: Vorwärmen der Plasmaplatte

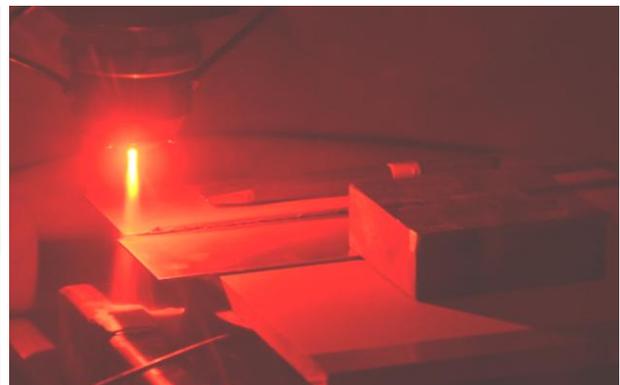


Abbildung 3.8: Plasmabeschichten

Für das vollständige Füllen einer Nut wurden je nach Tiefe 20 bis 40 Überfahrten benötigt, ehe mit dem Füllen der nächsten Nut begonnen werden konnte. Als Träger und Plasmagas wurde reines Argon verwendet. Die Parameter für das Füllen der Nuten sind in Tabelle 3.1 gezeigt.

Tabelle 3.1: Parameter für das Plasmabefüllen der Nuten (V4)

	Ampere [A]	Brenngas [l/min]	Geschwindigkeit [mm/s]	Abstand [mm]	Überfahrten	Pulver	Partikelgröße [ $\mu\text{m}$ ]	Trägergas [l/min]	Schichtdicke [ $\mu\text{m}$ ]
Aktivieren	200	12	100	20	2	-	-	-	-
Beschichten	420	12	50	45	20-40	TiO <sub>2</sub>	29	12	-

Nachdem alle sechs Nuten gefüllt worden sind, konnte mit dem Beschichten der Bahnen für V5 und V6 begonnen werden. Um ein ähnliches Ergebnis wie in den Versuchen von Zahmatkesh und Enayati [30] zu erhalten, wurde auch hier eine Schichtdicke von 300  $\mu\text{m}$  definiert. Die verwendeten Parameter für die Bahnen werden in Tabelle 3.2 gezeigt.

Tabelle 3.2: Parameter für das Plasmabeschichten der Oberfläche (V5-V6)

	Ampere [A]	Brenngas [l/min]	Geschwindigkeit [mm/s]	Abstand [mm]	Überfahrten	Pulver	Partikelgröße [ $\mu\text{m}$ ]	Trägergas [l/min]	Schichtdicke [ $\mu\text{m}$ ]
Aktivieren	200	12	100	20	2	-	-	-	-
Beschichten	420	12	50	42	6	TiO <sub>2</sub>	29	12	300

Nach dem Beschichten wurde der Bereich um die Nuten herum gereinigt. Jenes Pulver, welches sich trotz Maskierung um die Nuten anlagerte, wurde wieder abgeschliffen. In Abbildung 3.9 und Abbildung 3.10 sind die fertig beschichteten und gereinigten Bleche zu sehen.

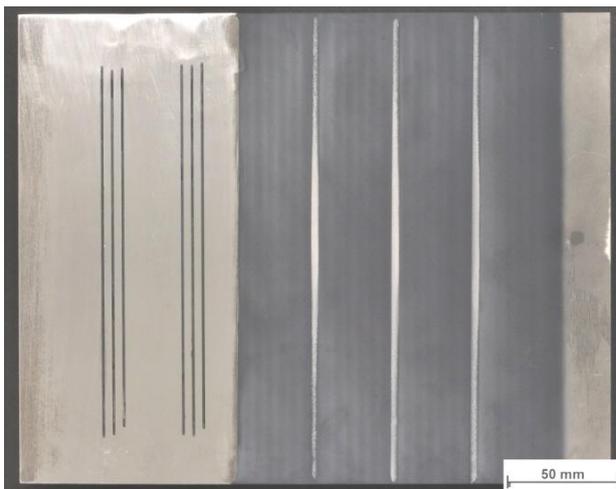


Abbildung 3.9: Plasmaplatte 1 beschichtet

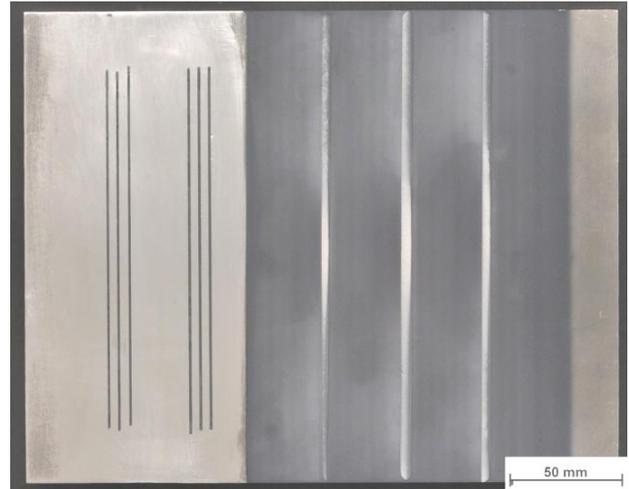


Abbildung 3.10: Plasmaplatte 2 beschichtet

### 3.3 Werkzeug

In Tabelle 3.3 sind die in dieser Arbeit verwendeten Werkzeuge mit den wichtigsten Maßen aufgelistet. Konstruktionszeichnungen der Werkzeuge sind im Anhang auf Seite 94 zu finden.

Tabelle 3.3: Werkzeugübersicht

Bezeichnung	Pinlänge [mm]	Pindurchmesser [mm]	Schulterdurchmesser [mm]	Werkstoff
W1.0	-	-	22	Böhler W300
W2.1	1,2	10	22	Böhler W300
W2.2	2,2			
W3.1	1	5	19	Wolframkarbid
W3.2	3			

Nachdem aus den Versuchen von Elangovan und Balasubramanian [14] im Kapitel 2 hervorging, dass sich ein quadratischer Pin positiv auf die Gleichverteilung der Partikel auswirkt, wurde auch in dieser Arbeit ein solcher Pin verwendet. Um beim Friction Stir Process einen möglichst großen Bereich zu verrühren, wurde für die Werkzeuge W2.1 und W2.2 ein Pindurchmesser von 10 mm gewählt. In Anlehnung an Abbildung 2.15 wurde dazu ein Schulterdurchmesser von 22 mm definiert. Abbildung 3.11 zeigt einen in der Arbeit verwendeten Pin, welcher bereits in die Schulter eingebaut wurde.

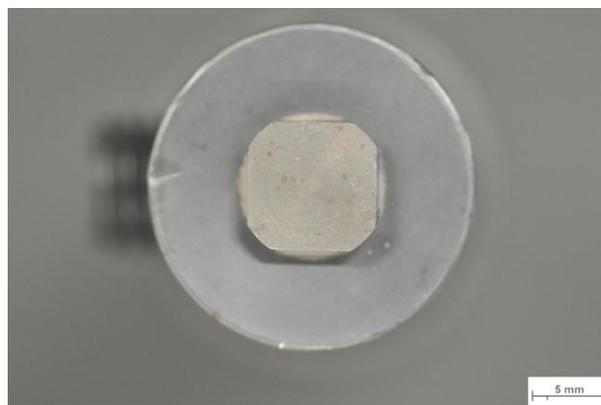


Abbildung 3.11: Quadratischer Pin

In Abbildung 3.12 ist das Werkzeug W2.1 mit einer Pinlänge von 1,2 mm zu sehen. Um die 1 mm dicke Abdeckplatte in V2 zu kompensieren, wurde für Werkzeug W2.2 (Abbildung 3.13) eine Pinlänge von 2,2 mm verwendet.



Abbildung 3.12: Werkzeug W2.1



Abbildung 3.13: Werkzeug W2.2

Für das Schließen der Nuten in V1 sowie für V6 wurde zusätzlich noch ein pinloses Werkzeug W1.0 angefertigt, welches in Abbildung 3.14 abgebildet ist. Die Fertigungszeichnungen der verwendeten Werkzeuge sind im Anhang unter 9.3 zu finden.



Abbildung 3.14: Pinloses Werkzeug W1.0

Als Werkstoff für diese Werkzeuge wurde der gehärteter Warmarbeitsstahl Böhler W300 verwendet. Wie sich in den Versuchen V5\_01 und V6\_01 herausstellte, weisen diese Werkzeuge eine zu geringe Temperaturbeständigkeit für die Plasmabeschichtung auf. Aus diesem Grund wurden ein Wolframkarbid-Werkzeug mit großem Pin (W3.2, Abbildung 3.15) und eines mit kleinem Pin (W3.1, Abbildung 3.16) verwendet. Die Schulterdurchmesser dieser beiden Werkzeugen betragen 19 mm, die Pindurchmesser 5 mm. Die Pinlänge des W3.2 beträgt 3 mm. Das Werkzeug 3.1 hat eine Pinlänge von 1 mm. Fertigungszeichnungen der beiden Werkzeuge sind auf Seite 100 und 101 zu finden.



Abbildung 3.15: Wolframkarbid-Werkzeug mit großem Pin (W3.2)



Abbildung 3.16: Wolframkarbid-Werkzeug mit kleinem Pin (W3.1)

## 4 VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Dieses Kapitel beschäftigt sich mit dem praktischen Teil der Masterarbeit. Die Versuche wurden in eine erste und eine zweite Versuchsreihe aufgeteilt. Damit eine erste Analyse gemacht werden konnte, wurden neben den Versuchen auch Makro- und Lichtmikroskopaufnahmen durchgeführt.

### 4.1 Versuchsplan

In Tabelle 4.1 ist der Versuchsplan für die erste und zweite Versuchsreihe zu erkennen. In der linken Hälfte sind die sechs Pulvereinbringungsvarianten aufgeführt. In der rechten Hälfte sind die untersuchten Parameter aufgelistet.

Tabelle 4.1: Versuchsplan für erste und zweite Versuchsreihe

	Pulvereinbringung		Parameterstudie
Erste Versuchsreihe	Schließen mit FSP (V1)	Erste Versuchsreihe	Mehrmaliges FSP
	Schließen mit Abdeckplatte (V2)		Variation der Nutengeometrie
	Nuten von Unterseite (V3)		Änderung der Vorschubrichtung
	Nutenbeschichtung (V4)		Änderung Drehrichtung
	Oberflächenbeschichtung, FSP mit Pin (V5)		Versetztes FSP
	Oberflächenbeschichtung, FSP ohne Pin (V6)		Variation der Pinlänge

### 4.2 Bezeichnungen

Um einen Überblick über die Versuchs- und Probenbezeichnung zu erhalten, müssen diese kurz erörtert werden. Dies soll anhand des Beispiels V1\_1,3 für die Versuchsbezeichnung und V1\_1,3\_A für die Probenbezeichnung erfolgen.

#### 4.2.1 Versuchsbezeichnung

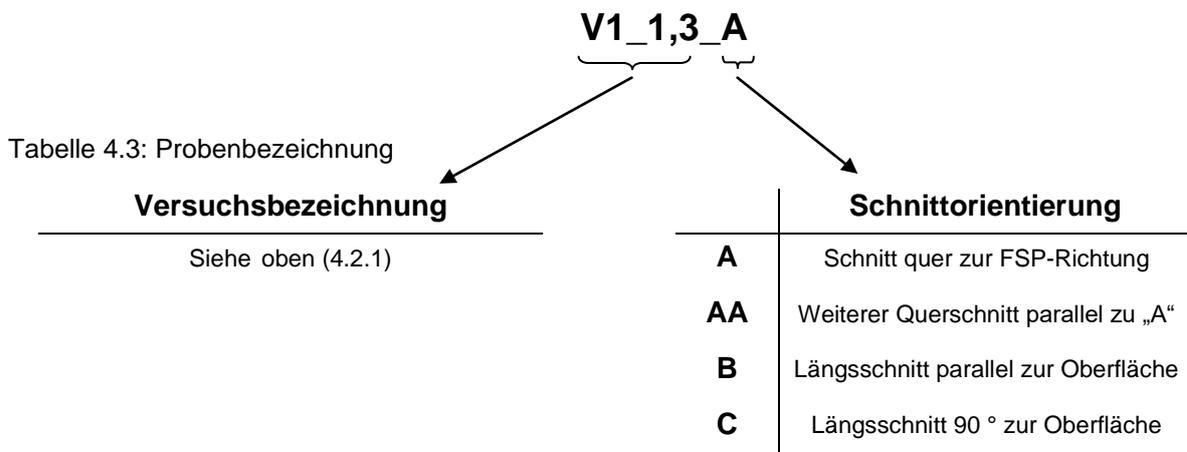
**V1\_1,3**

Tabelle 4.2: Versuchsbezeichnung

	Pulvereinbringung		FSP-Nummer
<b>V1</b>	Schließen mit FSP	<b>1</b>	wurde nur mit FSP-Nummer 1 verrührt
<b>V2</b>	Schließen mit Abdeckplatte	<b>3</b>	wurde nur mit FSP-Nummer 3 verrührt
<b>V3</b>	Nuten von Unterseite	<b>1,3</b>	wurde mit FSP-Nummer 1 und 3 verrührt
<b>V4</b>	Nutenbeschichtung	<b>1-3</b>	wurde mit FSP-Nummer 1 bis 3 verrührt
<b>V5</b>	Oberflächenbeschichtung, FSP mit Pin		
<b>V6</b>	Oberflächenbeschichtung, FSP ohne Pin		
<b>V7</b>	Schließen mit FSP, enge Nuten		die Parameter zu den einzelnen FSP-Überfahrten sind im Anhang unter Seite 106 zu finden.
<b>V8</b>	Schließen mit FSP, 4 Nuten		

Der erste Teil der Bezeichnung (V1 bis V8) beschreibt die verwendete Pulvereinbringungsvariante. Die zweite Zahlenkombination gibt darüber Aufschluss, mit welchem Friction Stir Prozess und mit wie vielen Überfahrten verrührt wurde. Für den Versuch V1\_1,3 kam die Variante V1 (Schließen mit FSP) zur Anwendung. Es wurden dabei zwei FSP-Überfahrten (FSP-Nummer 1 und 3) durchgeführt. In diesem Fall wurde mit FSP-Nummer 1 die Nuten geschlossen und mit FSP-Nummer 3 verrührt. Die verwendeten Parameter wie zum Beispiel Drehzahl, Vorschubgeschwindigkeit, Schweißwinkel, Anpresskraft und Drehrichtung der verwendeten Überfahrten sind im Anhang ab Seite 106 chronologisch aufgelistet.

#### 4.2.2 Probenbezeichnung



#### 4.3 Probenherstellung

Für die Schliffherstellung wurde die Probe zunächst eingebettet Für das Einbetten in die 40 mm großen Formen wurden die Einbettmittel VersoCit-2 Powder und VersoCit-2 Liquid verwendet. Der darauffolgende Schleifvorgang erfolgte mit unterschiedlichen Körnungen. Die verwendeten Schleifparameter sind in Tabelle 4.4 angeführt. Die Drehzahl der Probe und die Drehzahl des Tellers wurden mit 150 U/min gewählt. Als Drehrichtung wurde der Gleichlauf gewählt.

Tabelle 4.4: Schleifparameter

Körnung [-]	Kraft [N]	Dauer [min]
180	80	2
500	80	2
1200	80	2
2000	50	3
4000	40	4

Das abschließende Polieren wurde mit einer Polierpaste (3 µm) und eine OP-S Suspension durchgeführt. Die verwendeten Parameter sind in Tabelle 4.5 eingetragen. Sämtliche Proben, die in der ersten Versuchsreihe untersucht wurden, sind mit diesen Parametern

hergestellt worden. In der zweiten Versuchsreihe sind gewisse Proben ohne den letzten Vorgang mit OP-S poliert worden, um so den Bereich des Metallmatrix-Verbundes besser zu erkennen. Die beiden Drehzahlen wurden hier ebenfalls mit 150 U/min gewählt.

Tabelle 4.5: Polierparameter

Körnung [-]	Kraft [N]	Dauer [min]	Drehrichtung [-]
3 µm	40	2	Gleichlauf
OP-S	30	3	Gegenlauf

## 4.4 Erste Versuchsreihe

Ziel der ersten Versuchsreihe war es, Versuche mit verschiedenen Pulvereinbringungsarten durchzuführen, deren Funktionalität zu testen und zu vergleichen. Die erfolgsversprechenden Verfahren wurden anschließend in der zweiten Versuchsreihe näher auf ihre Parameter untersucht.

### 4.4.1 Vorversuche

Um geeignete Parameter zu finden, wurden zunächst Testläufe (T1-T8) ohne Sekundärpartikel auf einer unbearbeiteten EN AW-7075-Platte gemacht. Anhand der durchgeführten Parameterstudie auf Seite 11 in Kombination mit den Erfahrungswerten der TU Graz wurde eine Drehzahl von 800 U/min und ein Vorschub von 50 mm/min gewählt. Mit diesen gewählten Parametern lag man auch genau im Geschwindigkeitskennfeld der 7075-Legierung (Abbildung 2.20).

Sämtliche Versuche wurden kraftgeregelt durchgeführt. Ebenfalls auf Erfahrungswerten basierte die Wahl des Anstellwinkels von 1,5°. Um den zeitlichen Aufwand der Versuche in Grenzen zu halten, wurde in der ersten Versuchsreihe jeder Versuch nur mit einem FSP-Durchlauf durchgeführt. Sämtliche Versuchsanordnungen, Parameterdaten, sowie Probenlokalisierungen, die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführt wurden, sind im Anhang ab Seite 102 zu finden.

### 4.4.2 Schließen mit FSP (V1)

Bei dieser Versuchsvariante wurden die befüllten Nuten mit einem pinlosen Werkzeug (W1.0) durch den FSP-Durchlauf V1\_1 geschlossen. Um das Schließen der Nuten zu dokumentieren, wurde eine Schliffprobe (V7\_1\_A) von den geschlossenen Nuten hergestellt. Nachdem die Probe geschliffen und poliert wurde, konnte eine Makroaufnahme gemacht werden. Abbildung 4.1 zeigt die Probe V7\_1\_A. Aus dem rot markierten Bereich geht hervor, dass ein Schließen der Nuten durch FSP gut funktionierte. Außerdem ist in dieser Abbildung zu sehen, dass die Eindringtiefe der hinteren Schulterkante bei ca. 0,5 mm lag. Blau ist auch schematisch das pinlose Werkzeug eingezeichnet. Man erkennt auch, dass die Nuten nach dem Schließen vollständig mit Pulver gefüllt blieben und sich keine Hohlräume bildeten.

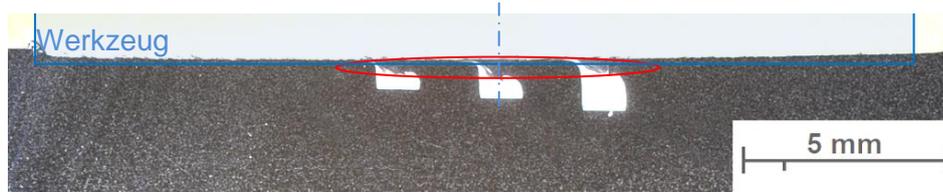


Abbildung 4.1: V7\_1\_A Geschlossene Nuten

Nach dem Schließen der Nuten wurde noch mit einem weiterem FSP-Durchlauf (V1\_3) verrührt. Dabei kam das Werkzeug mit kurzem Pin (W2.1) zum Einsatz. Abbildung 4.2 zeigt die Parameter dieses Friction Stir Process. Daraus ersichtlich sind gelb die Drehzahl mit 800 U/min und grün die Vorschubgeschwindigkeit von 50 mm/min. Am geraden Verlauf der Anpresskraft ist zu erkennen, dass es sich um eine Kraftregelung handelt (graue Linie). Die Anpresskraft wurde nach 21 s von 16 auf 18 kN erhöht, um die Eintauchtiefe etwas zu vergrößern. Der blaue Verlauf kennzeichnet im stationären Betrieb ein Drehmoment von 18 Nm und der rote Verlauf nach 72 s eine Versuchslänge von 50 mm.

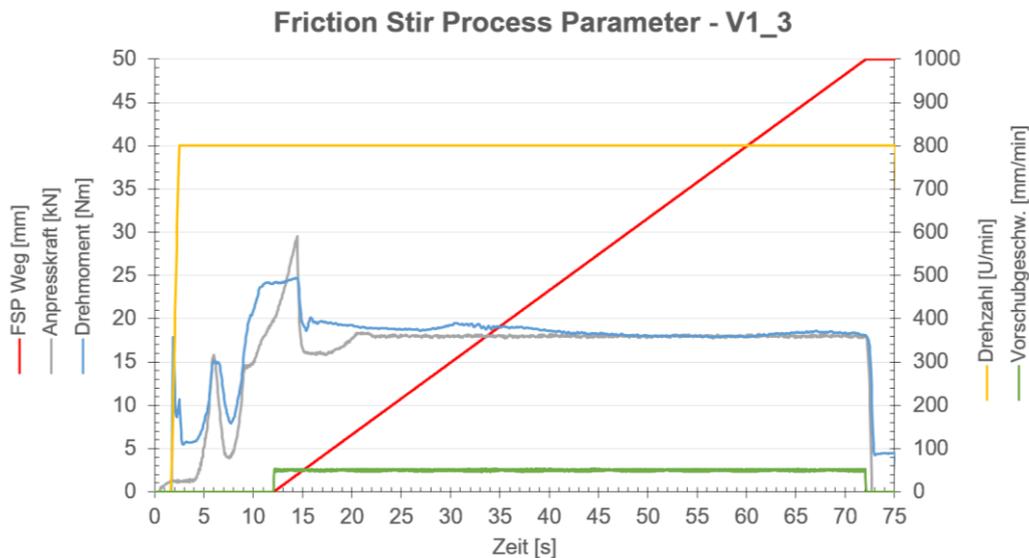


Abbildung 4.2: FSP Parameter

Beide FSP-Durchläufe (Schließen und Rühren) ergaben den Versuch V1\_1,3, welcher in Abbildung 4.3 zu sehen ist. Das „R“ und „V“ kennzeichnen Vor- und Rücklaufseite. Wichtig ist, dass beim Verrühren die tieferen Nuten immer auf der Rücklaufseite liegen müssen.

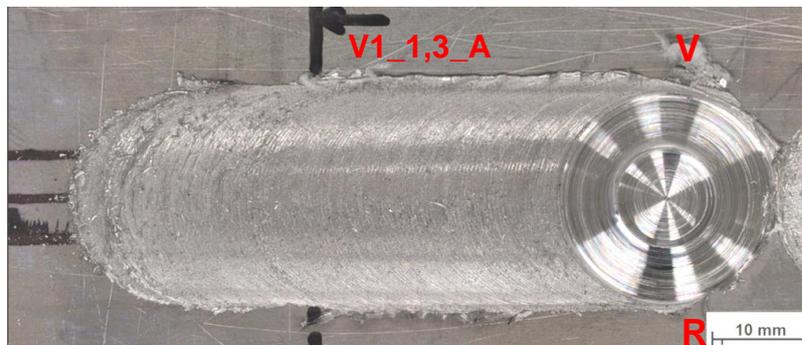


Abbildung 4.3: Makroaufnahme FSP-Spur V1\_1,3

Aus dem Versuch V1\_1,3 wurde an der gekennzeichneten Stelle eine Probe (Querrichtung) entnommen. Der Pfeil steht dabei für die Blickrichtung auf die Probe. Abbildung 4.4 zeigt eine Makroaufnahme dieser Probe. Wie sich später in der REM-Analyse zeigen wird, wurde im Bereich 1 (Nugget) das Pulver eingerührt und somit ein Metallmatrix-Verbund erzeugt. Bereich 2 zeigt eine nichtverrührte Nut, welche mit Pulver gefüllt ist. Im Bereich 3 ist eine Vielzahl an Fehlstellen zu erkennen.

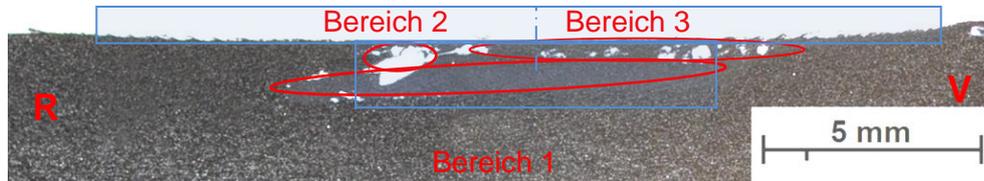


Abbildung 4.4: Makroaufnahme vom Querschliff V1\_1,3\_A

Mit dieser Variante ist es grundsätzlich möglich, das Pulver einzurühren und so in einem größeren, homogenen Bereich einen Metallmatrix-Verbundwerkstoff zu erzeugen (Bereich 1). Mit den gewählten Parametern sind allerdings viele Pulveragglomerationen (Bereich 2 und 3) entstanden, welche auf einen unzureichenden Rührprozess zurückzuführen sind.

#### 4.4.3 Schließen mit Abdeckplatte (V2)

Bei dieser Variante wurden die gefüllten Nuten mit einem 2 mm dicken Blech abgedeckt. Im Bereich der FSP-Spur wurde das Blech auf 1 mm Wandstärke abgefräst. Im Anhang ist auf Seite 85 der genaue Versuchsaufbau dargestellt, Seite 88 und 92 zeigen die jeweiligen Konstruktionszeichnungen. Verrührt wurde das Pulver mit dem FSP-Durchlauf V2\_1. Um die Abdeckplatte mit einer Wandstärke von 1 mm auszugleichen, wurde das Werkzeug mit langem Pin (W2.2) verwendet. Während des Friction Stir Process kam es zu einer starken Verformung und zum Abheben der Abdeckplatte auf der Rücklaufseite, wodurch das Nanopulver austreten ausgetreten ist. Abbildung 4.5 zeigt einen Querschliff des Versuches V2\_1.

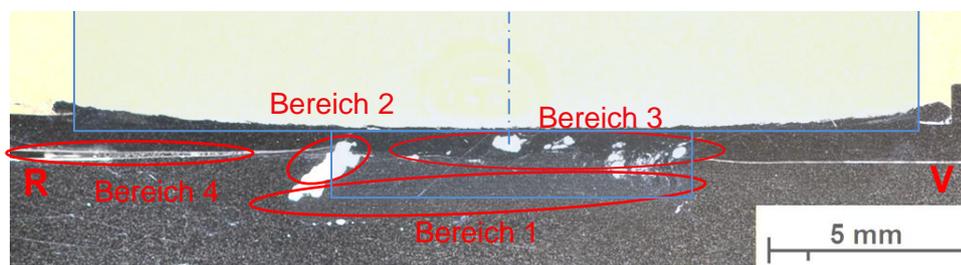


Abbildung 4.5: Makroaufnahme der Probe V2\_1\_A

Aus dieser Abbildung geht hervor, dass ähnlich wie im ersten Versuch ein Metallmatrixverbund erzeugt wurde (Bereich 1) und dass ähnliche Fehler (Bereich 2 und 3) aufgetreten sind. Nachteil dieser Variante ist allerdings, dass deutlich mehr Pulver durch den Spalt zwischen Abdeckplatte und Nutenplatte (Bereich 4) entweichen konnte und somit nicht in das Aluminium eingerührt wurde.

#### 4.4.4 Nuten von der Unterseite (V3)

Im Vergleich zu den vorherigen Varianten wurden bei dieser die Nuten von der Unterseite in die Nutenplatte gefräst, mit Pulver gefüllt und abschließend mit einer Abdeckplatte von unten verschlossen. Der genaue Versuchsaufbau ist im Anhang auf Seite 85, 88 und 91 ersichtlich. Verrührt wurde das Pulver ebenfalls mit einem Werkzeug mit längerem Pin (W2.2). Abbildung 4.6 zeigt eine Probe in geschliffenem und poliertem Zustand. Die Abbildung zeigt auf der Rücklaufseite eine unvollständige Vermischung von Pulver und Grundmaterial (Bereich 2). Im Bereich 1 kann auch hier eine gute Vermischung von Pulver und Grundmaterial festgestellt werden. Ähnlich wie in den zuvor durchgeführten Versuchen ist auf der Vorlaufseite ein Bereich mit vielen kleineren Pulveragglomerationen zu erkennen (Bereich 3).

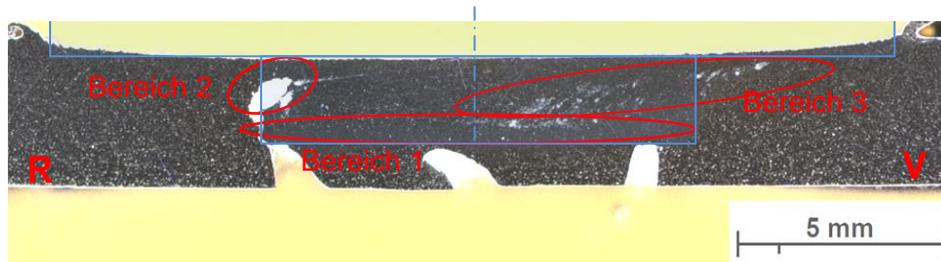


Abbildung 4.6: Querschliff V3\_7\_A

In Abbildung 4.7 ist im oberen Bildbereich der gesamte Querschnitt abgebildet. Für diese Abbildung wurden mehrere Aufnahmen mit einer 25-fachen Vergrößerung im Lichtmikroskop gemacht und anschließend mittels Bildbearbeitung zusammengesetzt. Die Vergrößerungen 1 (50-fach) und 2 (200-fach) lassen darauf schließen, dass in diesem Bereich Pulver eingerührt wurde. Diese Vermutung wurde später mit Hilfe der EDX-Analyse bestätigt. Im Detail 3 mit 200-facher Vergrößerung können deutlich die Agglomerationen vom  $\text{TiO}_2$ -Pulver erkannt werden.

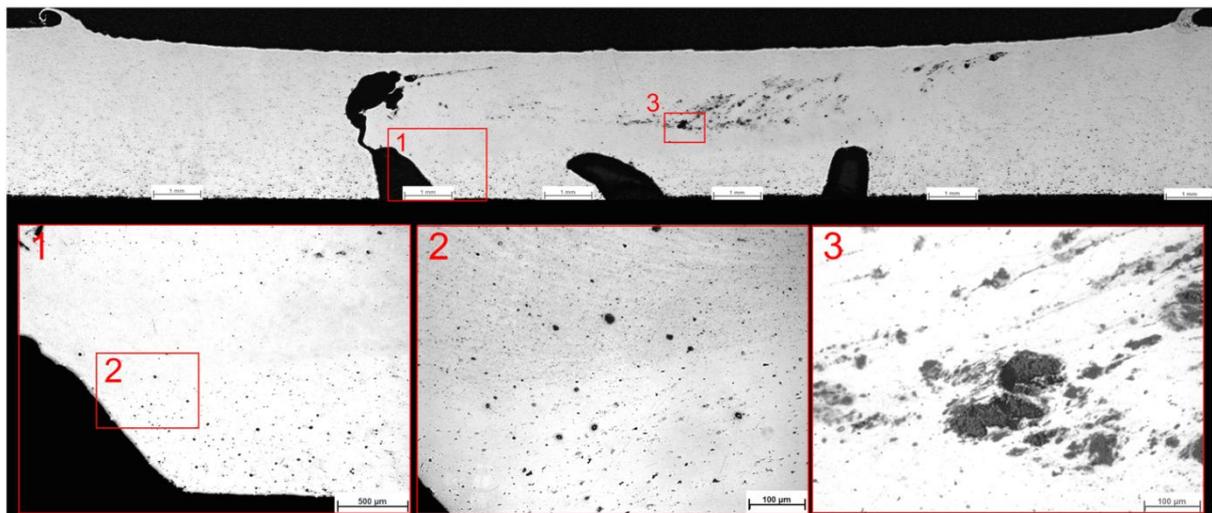


Abbildung 4.7: Lichtmikroskopaufnahme vom Querschliff V3\_7\_A

#### 4.4.5 Nutenbeschichtung (V4)

Für die Variante V4 wurden die gefrästen Nuten mittels atmosphärischem Plasmaspritzen gefüllt, wodurch ein Schließen der Nuten entfallen konnte. Der genaue Versuchsaufbau, sowie die Fertigungszeichnungen, sind im Anhang unter 9.2.3, 9.2.6 und 9.2.7 zu finden. Abbildung 4.8 zeigt den eingebetteten, geschliffenen und polierten Querschliff der Probe P1 mit den plasmagefüllten Nuten im Lichtmikroskop unter 50-facher Vergrößerung. In allen drei Nuten ist die poröse Struktur, welche bereits auf Seite 30 in Abbildung 2.57 beschrieben wurde, zu sehen. Außerdem ist eine schlechte Verbindung im Bereich der Seitenflächen (rote Bereiche) der Nuten zu erkennen. Dies ist auf den ungünstigen Einfallswinkel des Plasmas zurückzuführen. In der rechten Nut sind Risse (gelbe Bereiche) zu sehen. In der mittleren Nut ist eine unzureichende Beschichtung an der Oberfläche (grüner Bereich) ersichtlich.

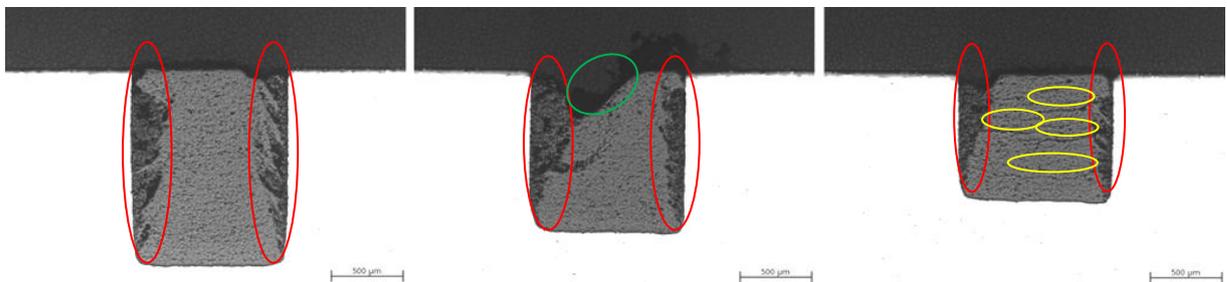


Abbildung 4.8: Gefüllte Nuten unter Lichtmikroskop

Verrührt wurden die Nuten mit der FSP-Nummer 1. Verwendet wurde das Werkzeug W2.1 (kurzer Pin). Im Querschliff (Abbildung 4.9) erkennt man an den markierten Stellen, dass die Nuten unvollständig verrührt worden sind. Außerdem ist kein homogener Bereich sichtbar, in dem eine gute Vermischung zwischen Al und  $\text{TiO}_2$  stattgefunden hat.

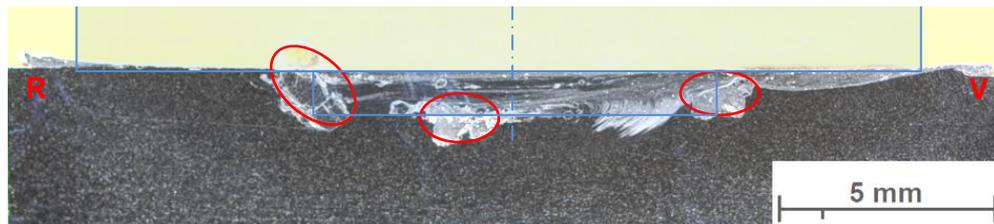


Abbildung 4.9: Querschliff V4\_1\_A

#### 4.4.6 Oberflächenbeschichtung - FSP mit Pin (V5)

Bei dieser Einbringungsvariante wurde die Oberfläche der Aluminiumplatte mit  $\text{TiO}_2$  beschichtet und anschließend verrührt. Zunächst wurde aber eine Probe entnommen, um Untersuchungen an der Plasmaschicht durchzuführen. Abbildung 4.10 zeigt eine Aufnahme mit dem Lichtmikroskop mit einer 100-fachen Vergrößerung. Der weiße Bereich zeigt das Substrat. Der graue Bereich in der Mitte zeigt die durch atmosphärisches Plasmaspritzen erzeugte Schicht.

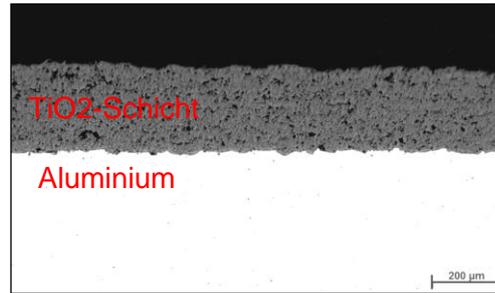


Abbildung 4.10: Plasmabeschichtung an der Oberfläche

Für das Friction Stir Processing wurde ein Werkzeug mit kurzem Pin (W2.1) verwendet. Abbildung 4.11 zeigt eine Makroaufnahme vom Versuch. Aus dieser Abbildung ist eine ungleichmäßige Oberfläche der FSP-Spur ersichtlich. Auch die Probenentnahme für V5\_1\_A geht aus der Abbildung hervor.

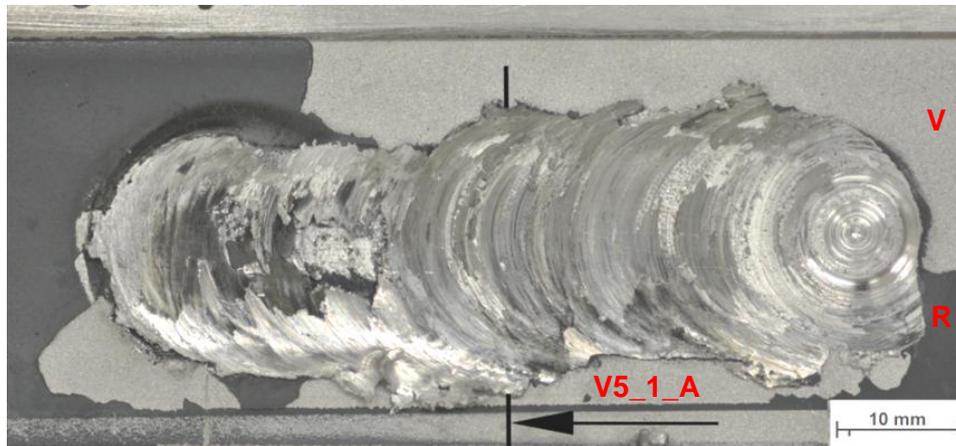


Abbildung 4.11: FSP-Spur V5\_1

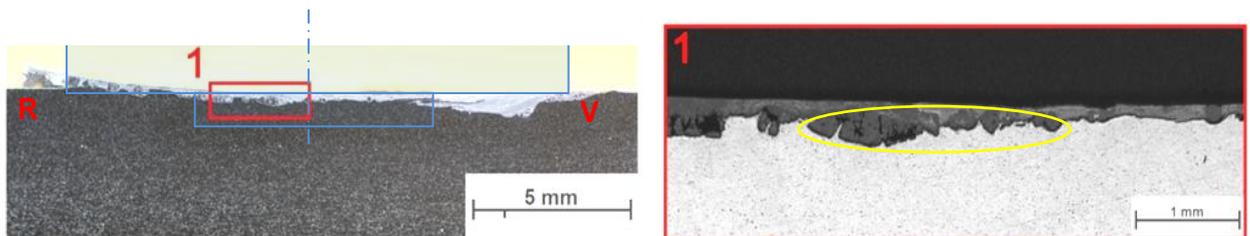


Abbildung 4.12: Querschliff V5\_1\_A

Der Querschliff ist in Abbildung 4.12 zu sehen. Links ist eine Makroaufnahme dargestellt, rechts eine Aufnahme mit dem Lichtmikroskop unter 25-facher Vergrößerung. Aus der rechten Aufnahme geht hervor, dass die Schicht nicht vollständig verrührt wurde (gelber Bereich). Des Weiteren ist noch zu erwähnen, dass während des Versuches immer wieder größere Bereiche der Schicht abplatzten. Auch das Werkzeug wurde durch diesen Versuch vollständig zerstört (Abbildung 4.13). Der Pin wurde bei diesem Versuch vollständig verschlissen und auch die Schulter wurde aufgrund der hohen Temperaturen gestaucht.



Abbildung 4.13: Zerstörtes Werkzeug nach Versuch V5\_1

Aus diesem Grund wurde noch ein weiterer Versuch (V5\_3) mit einem Wolframkarbid-Werkzeug (großer Pin, W3.2) mit gleichen Parametern durchgeführt. Abbildung 4.14 zeigt im Vergleich zu V5\_1 eine deutlich gleichmäßigere und optisch bessere Oberfläche.

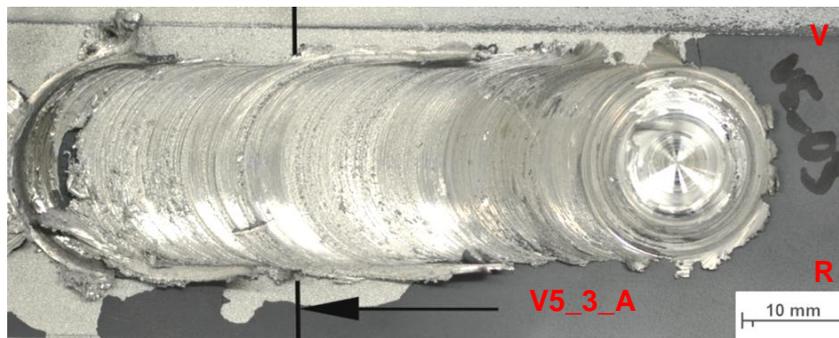


Abbildung 4.14: FSP-Spur V5\_3

Auch im Querschliff (Abbildung 4.15) ist in der linken Makroaufnahme und in der lichtmikroskopischen Aufnahme (25-fache Vergrößerung) auf der rechten Seite eine deutlich bessere Vermischung als in Versuch V5\_1 zu erkennen. Speziell in der rechten Aufnahme sind allerdings Bereiche mit schlechter Vermischung zu erkennen (gelber Bereich). Das Werkzeug zeigt nach diesem Versuch auch keinerlei Verschleißerscheinungen. Das Aufplatzen der Schicht ist zwar auch in diesem Versuch aufgetreten, allerdings in einem deutlich geringeren Ausmaß als im vorangegangenen Versuch.

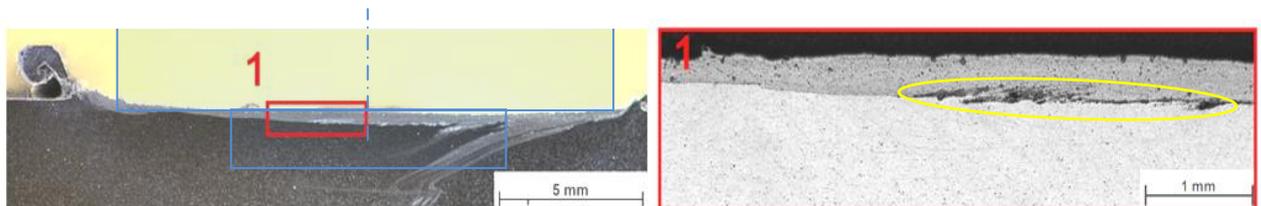


Abbildung 4.15: Querschliff V5\_3\_A

#### 4.4.7 Oberflächenbeschichtung - FSP ohne Pin (V6)

Diese Variante ist der vorherigen sehr ähnlich. Auch hier wurde die Oberfläche der Aluminiumplatte mit  $\text{TiO}_2$  beschichtet und anschließend verrührt. Allerdings mit dem

Unterschied, dass bei diesem Versuch zunächst ein Werkzeug ohne Pin (W1.0), und später eines mit sehr kleinem Pin (W3.1), zum Einsatz gekommen ist.

Zu Beginn wurde das pinlose Werkzeug W1.0 mit dem Werkstoff Böhler W300 verwendet. Nach 30 mm musste dieser Versuch (V6\_1) abgebrochen werden, da das FSP-Werkzeug zu glühen begann und sich bereits stark verformte. Abbildung 4.16 zeigt das noch glühende Werkzeug kurz nach dem Versuch. Abbildung 4.17 zeigt das abgekühlte und verformte Werkzeug. Zum Vergleich zeigt Abbildung 3.14 auf Seite 40 das noch unverformte Werkzeug vor dem Versuch.

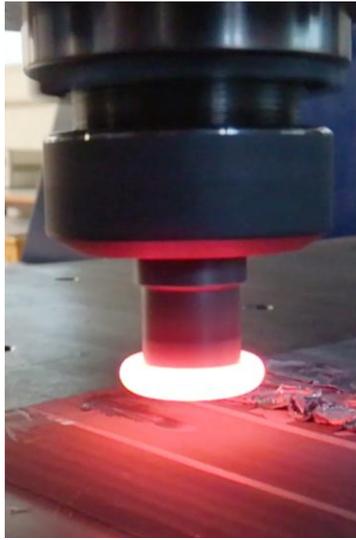


Abbildung 4.16: Glühendes FSP-Werkzeug



Abbildung 4.17: Verformtes FSP-Werkzeug

Wie aus der Abbildung 4.18 hervorgeht, ist die  $\text{TiO}_2$ -Schicht durch den Versuch V6\_1 nicht zerstört worden. Es wurde auch kein Abplatzen der Schicht festgestellt. Da es hier zu keiner Vermischung zwischen Aluminium und Titandioxid kam, wurde kein Querschleiff erzeugt.



Abbildung 4.18: FSP-Spur V6\_1

Es musste auch hier, wie im vorherigen Versuch, auf ein Wolframkarbid-Werkzeug zurückgegriffen werden. Im Versuch V6\_2 ist ein Wolframkarbid-Werkzeug mit kleinem Pin (W3.1) zum Einsatz gekommen. Wie in Abbildung 4.19 zu sehen ist, konnte aber die Oberfläche nicht richtig verrührt werden.

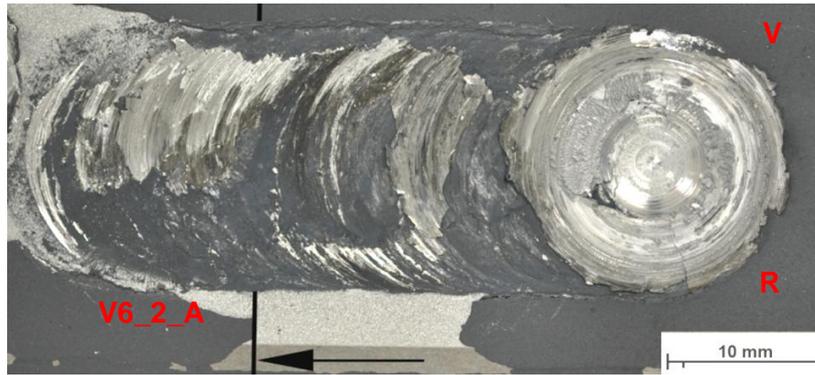


Abbildung 4.19: FSP-Spur V6\_2

Wie bereits aus Abbildung 4.19 zu erkennen war, zeigt Abbildung 4.20 keinerlei Vermischung zwischen  $\text{TiO}_2$  und dem Aluminium, was am homogenen Aufbau der zwei Bestandteile in der Mikrostruktur erkennbar ist.

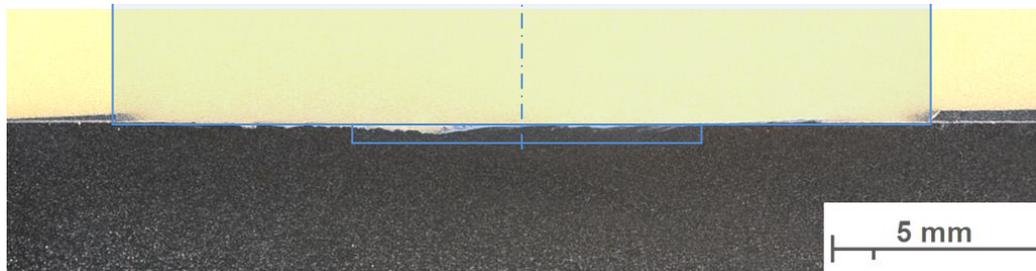


Abbildung 4.20: Querschliff V6\_2\_A

### 4.4.8 Ergebnisse der ersten Versuchsreihe

Nach dem Durchführen der ersten Versuchsreihe können zusammenfassend folgende Schlüsse gezogen werden:

- Mit Hilfe des Friction Stir Process konnte ein Metallmatrix-Verbund hergestellt werden. Allerdings sind noch deutliche Pulveragglomerationen, also unvermischte Bereiche, zu erkennen.
- In der Versuchsvariante V1 hat das Schließen der Nuten sehr gut funktioniert und es ging nahezu kein Pulver verloren. Beim Verrühren mit nur einem Durchlauf konnte teilweise eine gute Vermischung zwischen Titandioxid und der Aluminiumlegierung beobachtet werden. Allerdings sind noch viele Pulver-Agglomerationen und unvermischte Bereiche vorhanden.
- Bei der Versuchsvariante V2 ging im Vergleich zur ersten Variante deutlich mehr Pulver verloren. Als Gründe dafür sind die sehr hohen Kräfte in Kombination mit der hohen Temperatur, die beim Friction Stir Processing wirken, zu nennen. Diese Kombination führte zu einer Verformung der Abdeckplatte, wodurch das Pulver durch den Spalt zwischen Nutenplatte und Abdeckplatte beim Verrühren entweichen konnte.

- Die Versuchsvariante V3 eignet sich ähnlich gut wie V1 für die Herstellung von Metallmatrix-Verbundwerkstoffen. Auch bei Versuch V3\_7 ist kein Pulver ausgetreten. Die nicht vermischte Zone war aber etwas größer. Jener Bereich, in dem eine gute Vermischung zwischen Titandioxid und Aluminium stattgefunden hat, war etwas kleiner als in der Variante V1.
- Bei der Variante V4 mit den durch atmosphärisches Plasmaspritzen gefüllten Nuten konnte im Querschliff eine schlechte Vermischung zwischen Aluminium und Titanoxid festgestellt werden.
- Beim Versuch V5\_1 wurde ebenfalls eine schlechte Vermischung erzielt. Außerdem wurde durch diesem Versuch das Werkzeug zerstört. Der Versuch V5\_3 mit dem Wolframkarbid-Werkzeug (großer Pin) führte hingegen zu einer deutlich besseren Vermischung. Allerdings kam es bei diesem Versuch zu einem leichten Abplatzen der Plasmaschicht.
- Mit der Versuchsvariante V6 wurde kein verwertbares Ergebnis erzielt. Mit dem Versuch V6\_1 konnte die Schicht nicht durchbrochen werden. Das Werkzeug wurde dabei vollständig zerstört. Auch mit dem Versuch V6\_2 (Wolframkarbid-Werkzeug) konnte kein Einrühren des TiO<sub>2</sub> erzielt werden.

Die Ergebnisse wurden in Tabelle 4.6 noch einmal subjektiv anhand der durchgeführten Aufnahmen aggregiert. Durch diese Interpretation der Ergebnisse und nach Rücksprache mit der Firma Stirtec wurden für die zweite Versuchsreihe die Versuche V1, V3 und V5 ausgewählt, mit deren Hilfe der Einfluss von bestimmten Parametern festgestellt werden soll.

Tabelle 4.6: Ergebnisse der ersten Versuchsreihe

Versuchs- variante	Partikeleinbringung	Bemerkung
V1	gut	Pulveragglomerationen erkennbar
V2	möglich	großer Pulververlust
V3	gut	ähnliches Ergebnis wie V1
V4	möglich	sehr schlechte Vermischung
V5	gut	nur mit Wolframkarbid-Werkzeug, Pulveragglomeration erkennbar
V6	nicht möglich	TiO <sub>2</sub> wird oberflächlich verrieben

## 4.5 Zweite Versuchsreihe

Nachdem in der ersten Versuchsreihe mit den Versuchen V1, V3 und V5 zielführende Pulvereinbringungsarten gefunden wurden, ist in der zweiten Versuchsreihe der Einfluss der einzelnen Parameter untersucht worden. Dazu musste eine weitere Nutenplatte (Nutenplatte 3) gefertigt werden, um die Versuchsvarianten V7 und V8 durchführen zu können. Im Rahmen dieser Arbeit sind folgende Parameteränderungen beim FSP untersucht worden:

- Einfluss des mehrmaligen Friction Stir Processes – V1
- Einfluss der Nutengeometrie – V1, V7, V8
- Einfluss der Vorschubrichtung – V1, V8
- Einfluss des Versatzes bei mehrmaligen FSP – V3
- Einfluss der Pinlänge – V3
- Einfluss des Versatzes bei mehrmaligen FSP – V5
- Einfluss der Drehrichtung bei mehrmaligen FSP – V5

### 4.5.1 Einfluss des mehrmaligen Friction Stir Processes – V1

Der Einfluss der Anzahl der Überfahrten wurde anhand der Versuchsvariante V1 untersucht. Es wurden Versuche mit 1, 2, 4, und 6-maligem Verrühren durchgeführt. Das mehrmalige Verrühren wurde dabei ohne Versatz, mit gleichbleibender Drehrichtung und gleicher Vorschubrichtung durchgeführt.

#### Eine Überfahrt

Im Rahmen der ersten Versuchsreihe wurden bereits alle Versuche (V1-V6) einmal verrührt. Um den Einfluss der FSP-Durchläufe festzustellen, wurde anhand des Versuches V1 die Anzahl der Durchläufe variiert. Abbildung 4.21 zeigt dazu den Querschliff des Versuches mit nur einer Überfahrt (V1\_1,3). Mit FSP-Nummer 1 wurden die Nuten geschlossen und mit FSP-Nummer 3 wurde einmal verrührt. Wie bereits in Kapitel 4.4.2 erwähnt, wurde beim Polieren auf den letzten Poliervorgang (OP-S) verzichtet, um den Bereich des Metallmatrix-Verbundes besser zu erkennen. Mit nur einem FSP-Durchlauf sind in den markierten Bereichen noch deutliche Pulveragglomerationen zu erkennen.

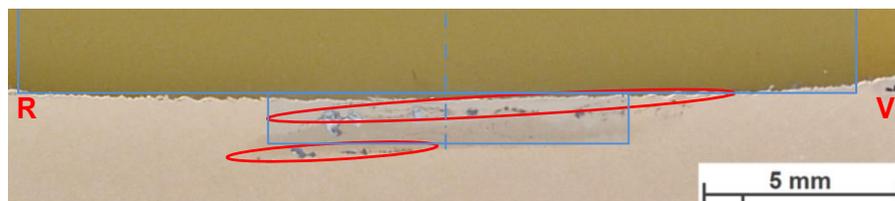


Abbildung 4.21: Querschliff V1\_1,3\_A mit einem FSP-Durchlauf

#### Zwei Überfahrten

Beim Versuch V1\_2,4,5 wurde der Verrührvorgang einmal wiederholt. Mit FSP-Nummer 2 wurden die Nuten geschlossen und mit FSP-Nummer 4 und 5 wurde verrührt. Aus Abbildung

4.22 geht hervor, dass die im vorherigen Versuch vorhandenen Agglomerationen reduziert wurden. Im markierten Bereich sind allerdings noch unbehandelte Zonen zu erkennen.

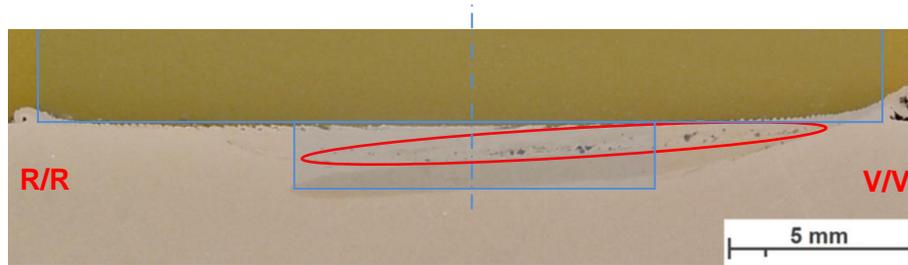


Abbildung 4.22: Querschliff V1\_2,4,5\_A mit zwei FSP-Durchläufen

### Vier Überfahrten

Der Versuch V1\_19,22-25 ist in Abbildung 4.23 dargestellt. Mit FSP-Nummer 19 wurden hier die Nuten verschlossen und mit 22-25 viermal verrührt. Aus der Abbildung geht hervor, dass der Fehlerbereich (Bereich 1) deutlich reduziert wurde. Zusätzlich bildete sich auf der Rücklaufseite eine weitere Zone (Bereich 2), in der ein Metallmatrix-Verbund erzeugt wurde.

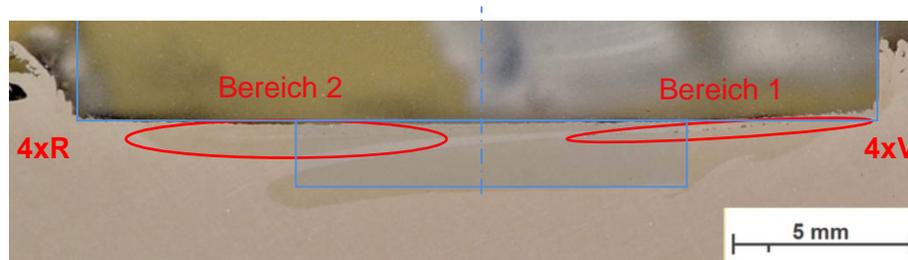


Abbildung 4.23: Querschliff V1\_19,22-25\_A mit vier FSP-Durchläufen

### Sechs Überfahrten

Zusätzlich zum Versuch V1\_19,22-25 wurde hier in einem Bereich der FSP-Spur noch zwei weitere Male verrührt, wodurch sich der Versuch V1\_19,22-27 mit einer sechsfachen Verrührung ergab. In diesem Versuch konnten keine Fehler in Form von Pulveragglomerationen mehr festgestellt werden. Es ist zu erkennen, dass sich der Bereich auf der Rücklaufseite mit steigenden Wiederholvorgängen vergrößert und sich das Nugget (Bereich 2) verkleinert hat.

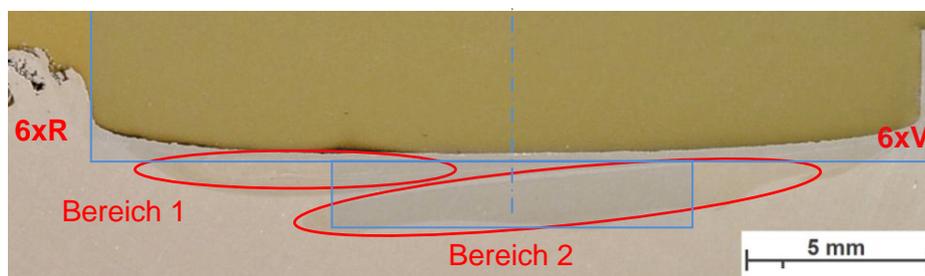


Abbildung 4.24: Querschliff V1\_19,22-27 mit sechs FSP-Durchläufen

#### 4.5.2 Einfluss der Nutengeometrie – V1, V7, V8

Um den Einfluss der Nutengeometrie analysieren zu können, musste für die Variante V7 und V8 die Nutenplatte 3 angefertigt werden. Die Geometrie der neuen Nuten ist in Abbildung 4.25 ersichtlich. Für die Variante V7 wurde der Abstand verringert. Beim Versuch wurde zusätzlich noch eine Nut hinzugefügt und die Tiefe der Nuten konstant gehalten. Verglichen wurden die Versuche nach einer Überfahrt.

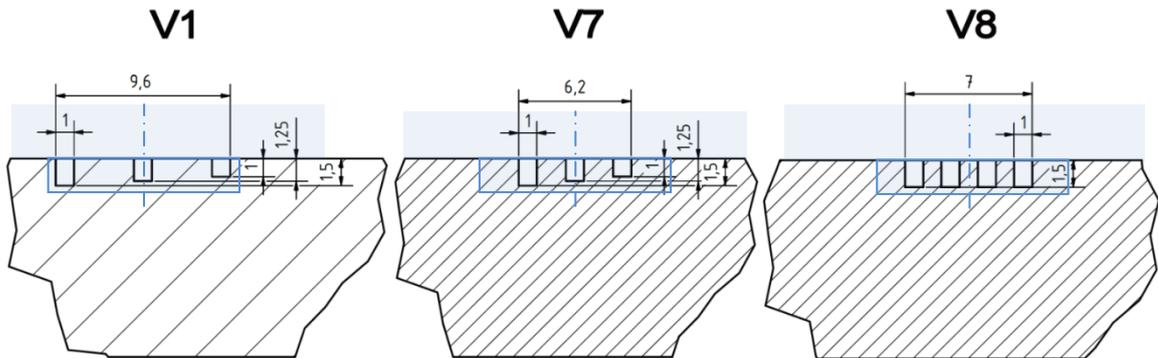


Abbildung 4.25: Nutengeometrien

##### Drei Nuten mit großem Abstand – V1

Als Referenz für die beiden anderen Versuche soll der Versuch V1\_1,3 dienen, welcher bereits im Kapitel 4.4.2 und 4.5.1 näher beschrieben wurde.

##### Drei Nuten mit kleinem Abstand – V7

Der Versuch V7 wurde, wie bereits oben erwähnt, mit einem engeren Nutenabstand durchgeführt. Mit dem FSP-Durchlauf V7\_2 wurde die Nut geschlossen. Verrührt wurde mit dem Versuch V7\_3. Abbildung 4.26 zeigt den Querschliff des Versuches V7\_2,3\_A. Im Vergleich zu Abbildung 4.21 ist deutlich zu erkennen, dass durch den engeren Nutenabstand die Pulveragglomerationen im Bereich 2 abgenommen haben. Im Bereich 1 sind allerdings deutlich größere Pulveransammlungen zu erkennen. Es konnten helle und dunkle Pulveragglomerationen detektiert werden. Nach EDX-Untersuchungen wurde festgestellt, dass es sich hier um chemisch idente Bereiche handelt.

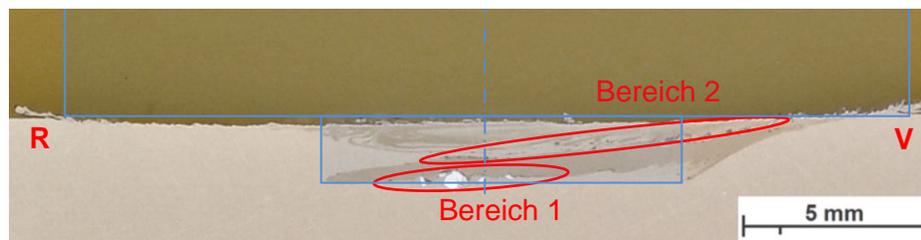


Abbildung 4.26: Querschliff V7\_2,3\_A

##### Vier gleiche Nuten mit kleinem Abstand – V8

In diesem Versuch wurde durch eine gleichbleibende Nutentiefe von 1,5 mm und einer zusätzlichen Nut deutlich mehr Pulver eingerührt. Auch bei diesem Versuch wurde nur eine

einmalige Verrührung durchgeführt. Abbildung 4.27 zeigt einen Querschliff von diesem Versuch. Es ist zu erkennen, dass das Nugget im Bereich 1 sehr klein ausgebildet ist. V8\_1,2\_A ist der einzige Versuch, in dem ein fehlerfreies Nugget mit nur einem Durchlauf erzielt werden konnte. Ähnlich wie bei allen bisherigen Versuchen bildete sich auch hier eine Fehlerzone (Bereich 2) über dem Nugget. Mit den vier Nuten sind bei einem einmaligen Friction Stir Process die geringsten Fehler in Form von Pulveragglomerationen erzielt worden.



Abbildung 4.27: Querschliff V8\_1,2\_A

### 4.5.3 Einfluss der Vorschubrichtung – V1, V8

#### Mehrmaliges, überkreuztes FSP – V1

Beim Versuch V1\_20,21,28 wurde nach dem Schließen der Nuten (V1\_20) der Verrührprozess (V1\_21) gleich wie in den vorherigen Versuchen V1 durchgeführt. Der Unterschied in diesem Versuch ergibt sich aber aus der FSP-Richtung des zweiten Verrührprozesses (V1\_28). Dieser wurde nicht wie bei allen bisherigen Versuchen parallel ausgeführt, sondern kreuzt die erste FSP-Spur (V1\_21) in einem Winkel von 90°. Abbildung 4.28 zeigt einen Überblick über den durchgeführten Versuch. Aus diesem Versuch wurden zwei Schlitze gemacht.

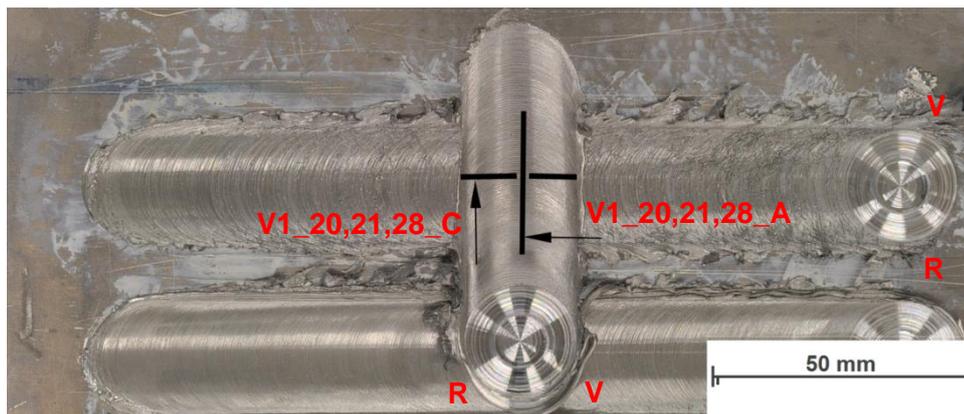


Abbildung 4.28: FSP\_Spur V1\_20,21,18

Die Anordnung dieser Schlitze ist ebenfalls aus Abbildung 4.28 ersichtlich. Rot eingekreist erkennt man in Abbildung 4.29 und in Abbildung 4.30 die vielen Pulveragglomerationen, welche speziell im Längsschliff (Abbildung 4.30) über den gesamten Querschnitt verteilt wurden. Beide Abbildungen zeigen, dass keine kontinuierliche Pulvereinbringung möglich ist.



Abbildung 4.29: Querschliff V1\_20,21,28\_A

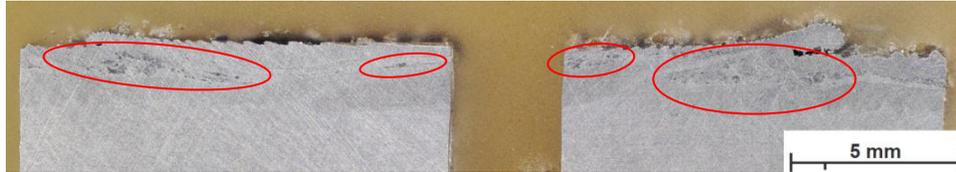


Abbildung 4.30: Längsschliff V1\_20,21,28\_C

### Mehrmaliges, gegengleiches FSP – V8

Auch dieser Versuch wurde, wie zuvor, mit vier Nuten von gleicher Tiefe durchgeführt. Zunächst wurden die Nuten geschlossen und anschließend zweimal verrührt. Beim zweiten Verrührvorgang wurde die Vorschubrichtung um 180 ° geändert. Die Drehrichtung wurde bei beiden Durchläufen gleich (im Uhrzeigersinn) gelassen. Dadurch wurde ein Abwechseln von Vor- und Rücklaufseite erzielt. Abbildung 4.31 zeigt den Querschliff von diesem Versuch. Durch das Abwechseln von Vorlauf und Rücklauf ist ein symmetrisches Ergebnis erkennbar. Allerdings sind im Bereich 1 noch viele Pulveragglomerationen zu erkennen.



Abbildung 4.31: Querschliff V8\_3,4,7\_A

Um einen Vergleich zu erhalten, wurde noch ein Versuch mit gleichbleibendem Vor- und Rücklauf durchgeführt. Abbildung 4.32 zeigt den Querschliff. Darin ist das asymmetrische Nugget (Bereich 1) und ein unvermischter Bereich (Bereich 2) zu erkennen. Vergleicht man die Fehlerbereiche von beiden Versuchen, so ist zu sagen, dass bei gleichbleibender Vor- und Rücklaufseite deutlich weniger Fehler in Form von Pulveragglomerationen erkennbar sind. Ausgehend von den Makroaufnahmen ist zu erkennen, dass im Nugget eine bessere Pulververteilung erzielt wurde.



Abbildung 4.32: Querschliff V8\_3,4,5\_A

#### 4.5.4 Einfluss des Versatzes bei mehrmaligen FSP – V3

Auch der Versuch V3 wurde auf ein mehrmaliges Verrühren untersucht. In Versuch V3\_3-4 wurde ein zweimaliges Verrühren mit versetzten FSP-Spuren durchgeführt. Dazu wurde die erste FSP-Überfahrt (FSP-Nummer 3, blau) um 2 mm auf die Vorlaufseite versetzt, die darauffolgende Überfahrt (FSP-Nummer 4, grün) um 5 mm in Richtung Rücklaufseite. Für den Versuch wurde das Werkzeug mit der Bezeichnung W2.2 verwendet. Abbildung 4.33 zeigt eine Makroaufnahme vom Versuch.

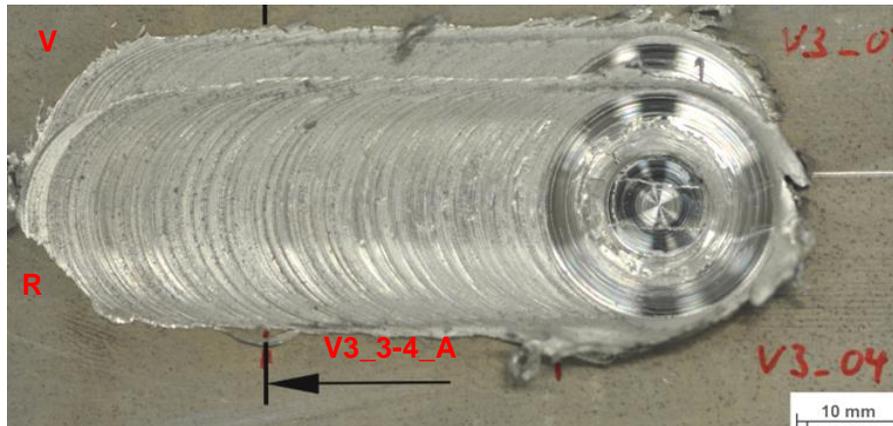


Abbildung 4.33: FSP-Spur V3\_3-4

Wie aus Abbildung 4.33 ersichtlich ist, wurde aus diesem Versuch wieder ein Querschliff erstellt, welcher in Abbildung 4.34 zu sehen ist. Vergleicht man diesen Versuch mit dem in der ersten Versuchsreihe V3\_7, so ist zu erkennen, dass es diesmal zu keinem Fehler auf der Rücklaufseite gekommen ist (Bereich 1). Es sind allerdings auf der Vorlaufseite (Bereich 2) deutlich größere Fehler zu erkennen.

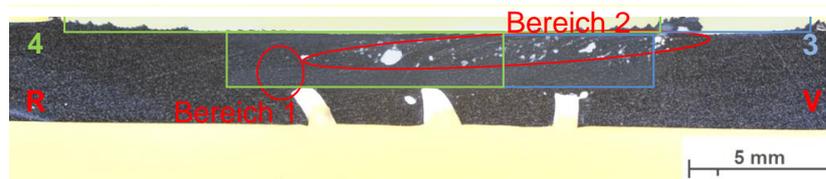


Abbildung 4.34: Querschliff V3\_3-4\_A

#### 4.5.5 Einfluss der Pinlänge – V3

Der Versuch V3\_5-6 wurde analog zum Versuch V3\_3-4 durchgeführt. Allerdings wurde für den Versuch V3\_5-6 ein Werkzeug mit kurzem Pin (W2.1) verwendet, um den Einfluss der Pinlänge herauszufinden. Wie zu erwarten war, erkennt man in Abbildung 4.35, dass die Eintauchtiefe in deutlich ist. Außerdem weist der Bereich über dem Nugget (markierter Bereich) deutlich weniger Pulveragglomerationen auf.

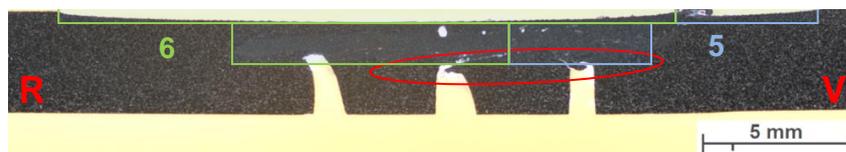


Abbildung 4.35: Querschliff V3\_5-6\_A

#### 4.5.6 Einfluss des Versatzes bei mehrmaligen FSP – V5

Mit dem Versuch V5\_9-10 wurde ein zweimaliges Verrühren mit gleicher Drehrichtung erprobt und wie in Abbildung 4.36 zu sehen ist, ein Versatz von 5 mm gewählt.

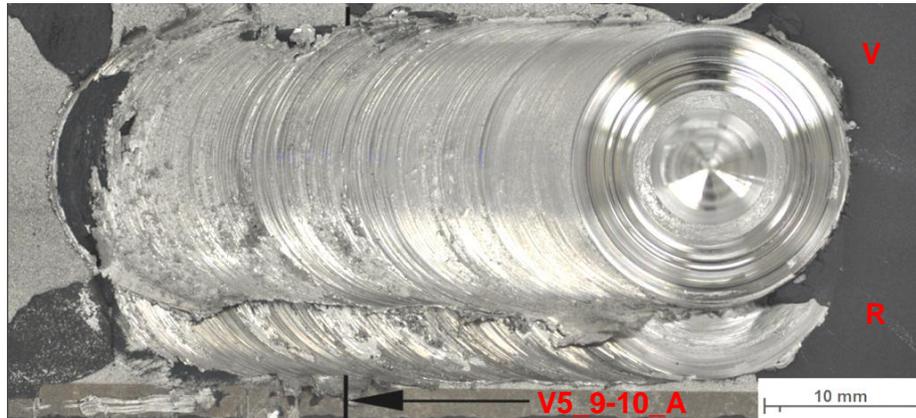


Abbildung 4.36: FSP-Spur V5\_9-10

Abbildung 4.37 zeigt eine Makroaufnahme vom erzeugten Querschliff V5\_9-10\_A. Auch hier ist ein ähnliches Bild wie in den vorherigen Versuchen zu sehen. Es bildete sich keine homogene Vermischung des Titandioxids mit der Aluminiumlegierung.

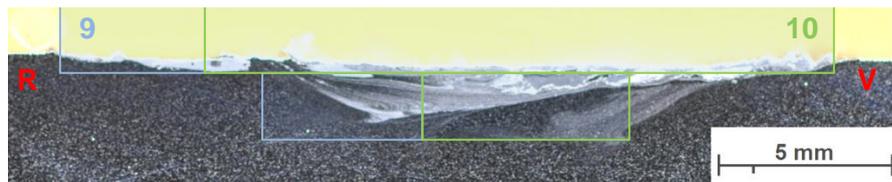


Abbildung 4.37: Querschliff V5\_9-10\_A

#### 4.5.7 Einfluss der Drehrichtung bei mehrmaligen FSP – V5

Als Referenz diente der bereits in Kapitel 4.4.6 erläuterte Versuch V5\_3. Ein weiterer Versuch wurde daraufhin mit wechselnder Drehrichtung ohne Versatz durchgeführt. Beim ersten FSP-Durchlauf (V5\_5) wurde die Drehrichtung wie in V5\_3 im Uhrzeigersinn, beim zweiten Durchlauf (V5\_6) gegen den Uhrzeigersinn gewählt. Dadurch ist es im Versuch V5\_5-6 zu einem Wechsel der Vor- und Rücklaufseite gekommen. Abbildung 4.38 zeigt auf der linken Seite die Makroaufnahme. Rechts davon ist eine Aufnahme mit dem Lichtmikroskop unter 25-facher Vergrößerung zu sehen. Darin sind die deutlich inhomogenen Bereiche und sehr große  $\text{TiO}_2$ -Agglomerationen zu erkennen.

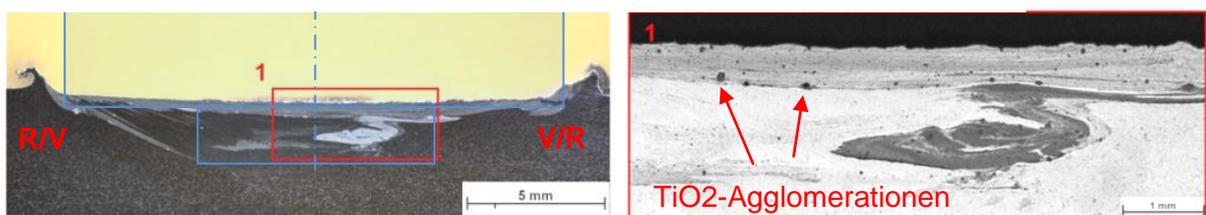


Abbildung 4.38: Querschliff V5\_5-6\_A

#### 4.5.8 Ergebnisse der zweiten Versuchsreihe

Die erste Versuchsreihe hat bereits gezeigt, dass die Art und Weise der Pulvereinbringung erheblichen Einfluss auf die Pulververteilung im Substrat hat. Nach dem Absolvieren der zweiten Versuchsreihe konnten weitere Erkenntnisse gewonnen werden:

- Eine Erhöhung der Wiederholvorgänge beim Friction Stir Processing kann eine erhebliche Verbesserung der Partikelverteilung erzielen. Mit jedem Wiederholvorgang werden die Pulveragglomerationen weiter reduziert im sechsten sind über den gesamten Querschnitt hinweg, keine Fehler mehr zu finden.
- Ebenfalls erheblichen Einfluss auf das Ergebnis hat die Wahl der Nutengeometrie. Mit den vier großen Nuten in Versuch V8 wurden, nach nur einem Verrührprozess, im Bereich des Nuggets, keine Pulveragglomerationen mehr erkannt.
- Ein Alternieren der Vor- und Rücklaufseite führte zwar zu einem symmetrischen Rührbild, allerdings sind darin deutlich mehr unvermischte Zonen im Querschnitt erkennbar.
- Im Versuche V3 konnte durch einen Versatz um 5 mm die Pulveragglomeration auf der Rücklaufseite behoben werden. Ein kürzerer Pin verbesserte das Ergebnis ebenfalls.
- Für die Versuche V5 konnte weder durch einen Versatz noch durch abwechselnde Drehrichtung eine Verbesserung erzielt werden.

Die aus der zweiten Versuchsreihe erhaltenen Ergebnisse sind in Tabelle 4.7 noch einmal dargestellt.

Tabelle 4.7: Ergebnisse der zweiten Versuchsreihe

Parameter	Einfluss	Bemerkung
Wiederholvorgang	erhebliche Verbesserung	jeder Wiederholvorgang verbessert Ergebnis
Nutengeometrie	erhebliche Verbesserung	bestes Ergebnis mit 4 Nuten
Pinlänge	relevante Verbesserung	kurzer Pin erzeugt weniger Agglomerationen
versetztes FSP	geringe Verbesserung	kann Agglomerationen verhindern
Vor- u. Rücklauf alternierend	keine Verbesserung	steigert Pulveragglomerationen
überkreuztes FSP	keine Verbesserung	kein kontinuierliches Ergebnis

## 5 ANALYSE

In diesem Kapitel werden zu den bereits verrichteten Makro- und Lichtmikroskopaufnahmen noch weitere analytische Verfahren, welche im Rahmen dieser Arbeit durchgeführt wurden, beschrieben. Dazu zählen Härteprüfungen, REM-Aufnahmen, sowie eine abschließende optische Bewertung durch die Software AxioVision.

### 5.1 Härteprüfung

Die vollzogene Härteprüfung soll Rückschlüsse liefern, ob durch das FSP mit Sekundärpartikel eine Härtesteigerung erzielt werden kann. Sämtliche Härteprüfungen, welche im Rahmen dieser Arbeit durchgeführt worden sind, wurden an einer EmcoTEST M1C 010 an der TU Graz durchgeführt.

In der Literatur wurde ausschließlich die Härtemessung nach Vickers verwendet. Um die Ergebnisse mit der Literatur vergleichen zu können, wurden mit einem Prüfgewicht von 200 g und einer Einwirkzeit von 15 s die gleichen Parameter verwendet, wie zum Beispiel von Mahmoud etl al. [12] oder Mirjavadi et al. [20].

Bei der Härteprüfung sind besonders die Abstände der Prüfpunkte untereinander, sowie der Abstand vom Prüfpunkt zum Rand zu beachten. Nach ISO 6507-1 muss bei einer Härteprüfung nach Vickers bei Leichtmetallen ein Mindestabstand der Prüfpunkte von der sechsfachen Diagonalenlänge eingehalten werden. Zum Rand hin beträgt der Mindestabstand die dreifache Diagonalenlänge. [45]

#### 5.1.1 Grundwerkstoff

Die Härteprüfung am Grundwerkstoff wurde an der Probe G1 und G2 zu je fünf Messpunkten durchgeführt. Eine Abbildung der Proben sowie der Härtewerte ist im Anhang auf Seite 110 zu finden. Die ermittelten Werte sind in Tabelle 5.1 eingetragen.

Tabelle 5.1: Härtewerte des Grundwerkstoffs

Mittelwert	Maximalwert	Minimalwert
184 HV0,2	196 HV0,2	171 HV0,2

#### 5.1.2 APS-Schicht

Außerdem wurde an der Probe P2 noch eine Härteprüfung nach Vickers an der erzeugten Schicht durchgeführt. Wegen dem inhomogenen Aufbau einer APS-Schicht musste hier das Prüfgewicht auf 1 kg erhöht werden, um ein aussagekräftiges Ergebnis zu erzielen. Die Einwirkzeit der Kraft wurde mit 15 s gleichgelassen. Die Lage der Messpunkte sowie deren Härtewerte, sind im Anhang auf Seite 110 zu finden. Es wurden 4 Prüfpunkte erzeugt. Das Ergebnis dieser Messung ist in der Tabelle 5.2 ersichtlich.

Tabelle 5.2: Härtewerte der APS-Schicht

Mittelwert	Maximalwert	Minimalwert
678 HV1	746 HV1	586 HV1

### 5.1.3 Verrühren ohne Partikel – Testlauf\_6

Um Referenzwerte zu erhalten, wurden auch FSP-Versuche (Testlauf\_6 und Testlauf\_8) ohne Sekundärpulver durchgeführt. Wie bereits erwähnt, wurde der Grundwerkstoff im wärmebehandelten Zustand T6 ausgeliefert. Das Auslagern wurde dabei mit Temperaturen zwischen 110 °C bis 165 °C durchgeführt. Beim FSW oder FSP treten für eine relativ kurze Zeitdauer (im Sekundenbereich) Temperaturen von rund 400-500 °C auf (Kapitel 2.1), wodurch das Ausscheidungshärten beeinflusst wird und es somit nach dem Friction Stir Process zum Verlust der Härte kommt.

Infolgedessen wurde mit der Probe des Testlaufes\_6 nach dem Friction Stir Process eine Wärmebehandlung mit der Bezeichnung T6 an der TU Graz durchgeführt. Die Parameter von diesem Prozess sind in Abbildung 5.1 zu finden. Es ist noch anzumerken, dass die Proben zuerst in den Ofen gelegt und anschließend aufgeheizt wurden. Dadurch werden für alle Proben konstante Aufheizbedingungen garantiert. Nach jedem Auslagern wurden die Proben aus dem Ofen genommen und kühlten an der Luft mit Raumtemperatur ab.

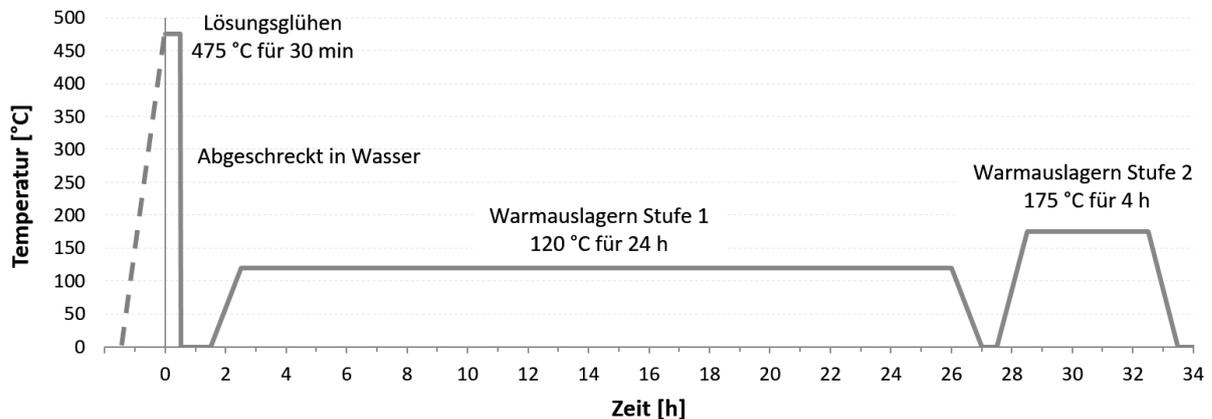


Abbildung 5.1: Temperaturführung der Wärmebehandlung T6

Nach der Wärmebehandlung wurde erneut eine Härteprüfung im Querschliff durchgeführt. Die Ergebnisse der Härteprüfung sind in Tabelle 5.3 zu finden. Eine Übersicht der Härteprüfung wird im Anhang auf Seite 110 gezeigt. Es ist deutlich zu erkennen, dass durch das FSP ein Verlust der Härte hervorgerufen wird, welcher sich durch eine Wärmebehandlung wieder ausgleichen lässt.

Tabelle 5.3: Härtewerte des Versuchs Testlauf\_6\_A in der rekristallisierten Zone

	Mittelwert	Maximalwert	Minimalwert
Ausgangszustand	184 HV0,2	196 HV0,2	171 HV0,2
nach FSP	149 HV0,2	159 HV0,2	127 HV0,2
nach WBH (T6)	188 HV0,2	195 HV0,2	182 HV0,2

### 5.1.4 Verrühren ohne Partikel – Testlauf\_8

Neben dem Testlauf\_6 wurde noch eine Härteprüfung an dem Testlauf\_8 realisiert. Es wurden dazu 18 Messpunkte mit unterschiedlichen Abständen zur Oberfläche (0,25 mm und 0,75 mm) durchgeführt. Die ermittelten Härteverläufe sind in Abbildung 5.2 ersichtlich. In dieser Abbildung wurde für das Hintergrundbild eine Farbätzung gemacht. Die Ätzung wurde

an einer Struers LectroPol-5 durchgeführt. Geätzt und anodisiert wurde mit einer Spannung von 25 V und einer Flussrate von 14 l/min über eine Dauer von 120 s. Es wurde ein Ätzmittel nach Barker verwendet, welches sich aus 200 ml destilliertem Wasser und 5 g Tetrafluoroborsäure (35 %ig) zusammensetzte. Aus dieser Abbildung gehen auch die vier Bereiche (rekristallisierte Kernzone, thermomechanisch beeinflusste Zone, Wärmeinflusszone und Grundwerkstoff), welche beim FSW und beim FSP auftreten, hervor.

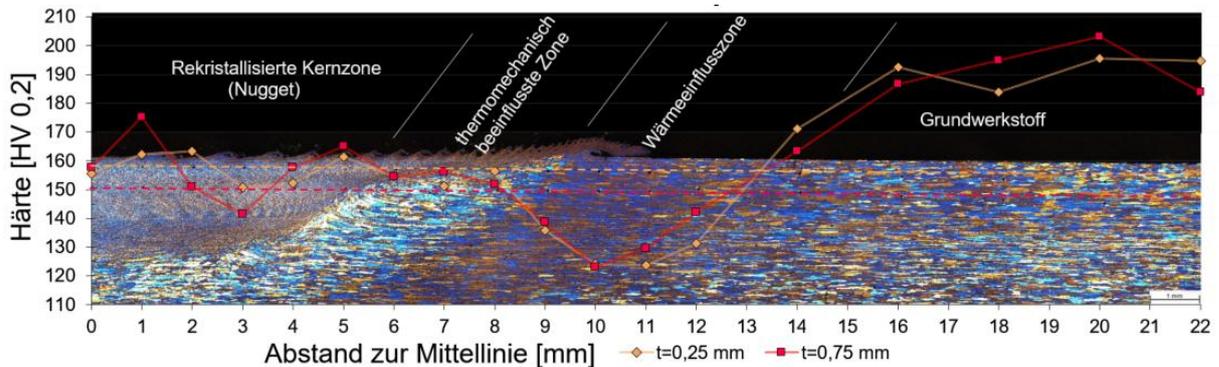


Abbildung 5.2: Härteverlauf Testlauf\_8

Aus der Probe T8 wurden nach der Barkerätzung noch Abbildungen gemacht, um die Korngrößen gegenüber zu stellen. Es ist deutlich zu erkennen, dass die Körner im Nugget (Abbildung 5.3) um ein Vielfaches kleiner sind als jene im Grundwerkstoff (Abbildung 5.4). Es ist also eine deutliche Kornverfeinerung durch das FSP zu erkennen.

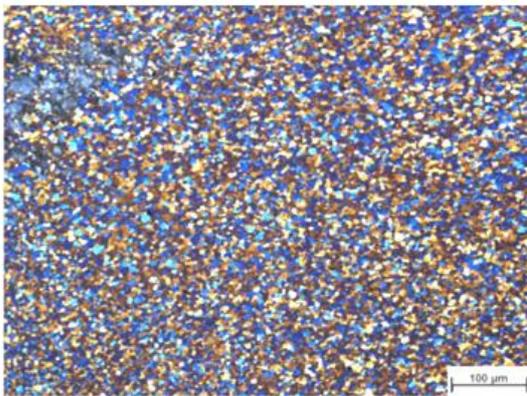


Abbildung 5.3: Körner im Nugget

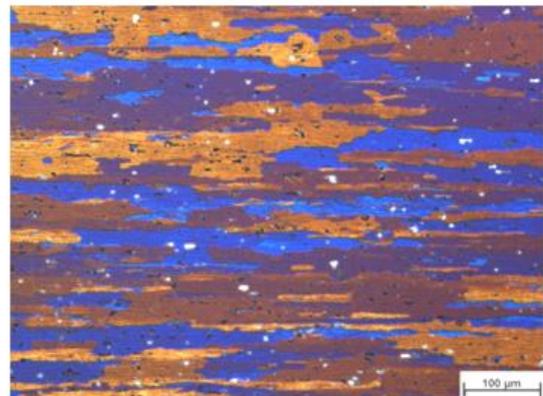


Abbildung 5.4: Körner im Grundwerkstoff

### 5.1.5 Härteprüfung an Variante „Schließen mit FSP“ (V1)

Durch eine Härteprüfung an Variante 1 soll der Unterschied nach der Wärmebehandlung zwischen partikelarmer und partikelreicher Zone analysiert werden. Es wurde dabei vor der Härteprüfung die in Abbildung 5.1 beschriebene Wärmebehandlung T6 durchgeführt. In Abbildung 5.5 ist die partikelarme Zone (Bereich 2) und die partikelreiche Zone (Bereich 1) eingezeichnet. Aus dem Ergebnis der Härteprüfung in Tabelle 5.4 ist deutlich zu erkennen, dass nach der Wärmebehandlung im Bereich der partikelreichen Zone die Härte deutlich geringer ist als in der partikelarmen Zone.



Abbildung 5.5: Querschliff V1\_1,3\_A

Tabelle 5.4: Härtewerte des Versuchs V1\_1,3\_A nach Wärmebehandlung T6

	Mittelwert	Maximalwert	Minimalwert
Ausgangszustand	184 HV0,2	196 HV0,2	171 HV0,2
partikelreiche Zone	147 HV0,2	155 HV0,2	136 HV0,2
partikelarme Zone	190 HV0,2	198 HV0,2	181 HV0,2

### 5.1.6 Härteprüfung an Variante „Nuten von Unterseite“ (V3)

Mit dem Versuch V3\_7\_A wurden in Summe vier Härteprüfungen durchgeführt. Es wurde die Härte jeweils in der partikelarmen und partikelreichen Zone vor und nach der Wärmebehandlung gemessen.

Die Ergebnisse der Härteprüfung sind in Abbildung 5.6 dargestellt. Es ist zu erkennen, dass die Härte nach dem Verrühren stark abnimmt. Außerdem zeigt sich, dass nach dem Verrühren die Partikel keinen Einfluss auf die Härte haben, da die Härte in beiden Bereichen ident ist. Allerdings ist nach der Wärmebehandlung T6 ein deutlicher Härteunterschied zwischen den beiden Zonen erkennbar. Die eingezeichneten Fehlerbalken kennzeichnen den minimalen und den maximalen Wert einer Messung.

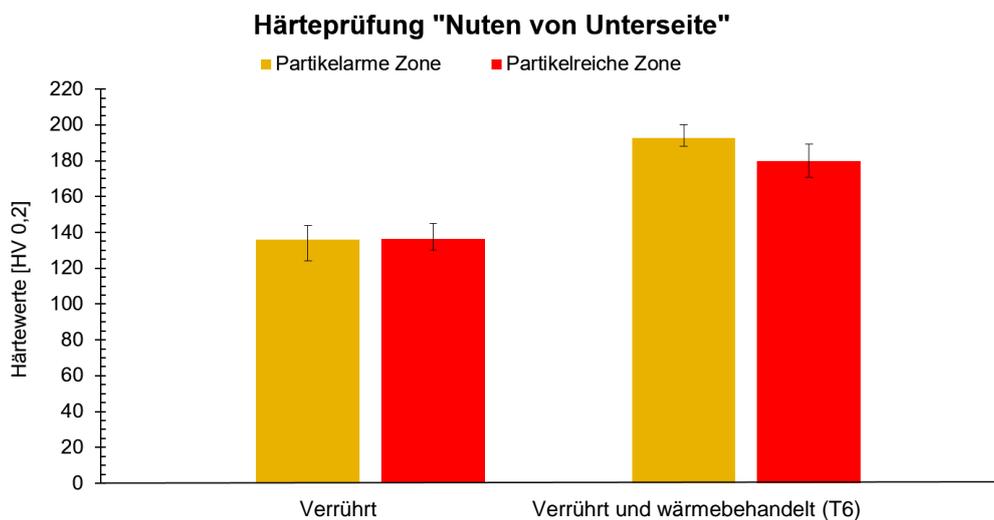


Abbildung 5.6 Ergebnis der Härteprüfung für V3\_07

### 5.1.7 Härteprüfung an Variante „Oberflächenbeschichtung FSP mit Pin“ (V5)

An dem Versuch V5\_5-6 wurden ebenfalls Härteprüfungen durchgeführt. Hier ist allerdings zu beachten, dass sich die partikelarme Zone (Bereich 1 in Abbildung 5.7) nicht wie in

Versuch V3\_7 an der Oberfläche, sondern unter der partikelreichen Zone (Bereich 2 in Abbildung 5.7) befindet. Die Ergebnisse der Härteprüfung sind in Tabelle 5.5 angegeben.

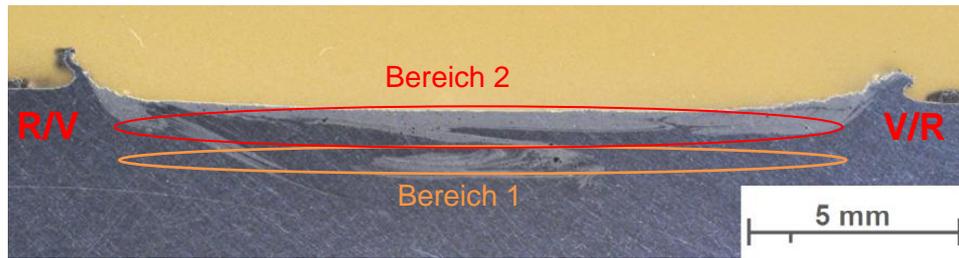


Abbildung 5.7: Querschliff V5\_5-6\_A

Tabelle 5.5: Härtewerte des Versuches V5\_5-6\_A

	Mittelwert	Maximalwert	Minimalwert
nach FSP			
partikelarme Zone	149 HV0,2	153 HV0,2	141 HV0,2
partikelreiche Zone	153 HV0,2	159 HV0,2	140 HV0,2
nach WBH (T6)			
partikelarme Zone	199 HV0,2	202 HV0,2	140 HV0,2
partikelreiche Zone	176 HV0,2	183 HV0,2	171 HV0,2

### 5.1.8 Ergebnisse der Härteprüfung

Wie sich in den Härtemessungen zeigte, ist nach dem Friction Stir Process ein Härteverlust zu erkennen. Bedingt durch die Temperatur beim FSP wird das Ausscheidungshärten beeinflusst, was sich in einem Verlust der Härte äußert. Durch eine nachfolgende Wärmebehandlung T6 kann die Härte vom Auslieferungszustand wieder erreicht werden. Das bedeutet, dass durch eine Kornverfeinerung im Nugget, wie sie in Abbildung 5.3 ersichtlich ist, keine Härtesteigerung erzielt werden kann.

Aus Abbildung 5.6 geht hervor, dass das Einbringen von Sekundärpartikel beim FSP zu keiner Härtesteigerung führt. Aus den Ergebnissen der Härteprüfung des Versuchs V3\_7 ist zu erkennen, dass durch die Wärmebehandlung ein deutlicher Härteunterschied zwischen partikelreicher und partikelarmer Zone auftritt. Wie sich später in der REM-Analyse zeigen wird, verbindet sich das im Grundwerkstoff befindliche Magnesium mit dem Titan aus dem Sekundärpulver. Durch diese Verbindung kann das Magnesium bei der Wärmebehandlung wahrscheinlich nicht mehr ausgeschieden werden und führt dadurch in der partikelreichen Zone zu einer geringeren Härte als in der partikelarmen Zone. Wie Abbildung 5.8 zeigt, ist dieser Effekt auch bei den anderen Proben deutlich erkennbar.

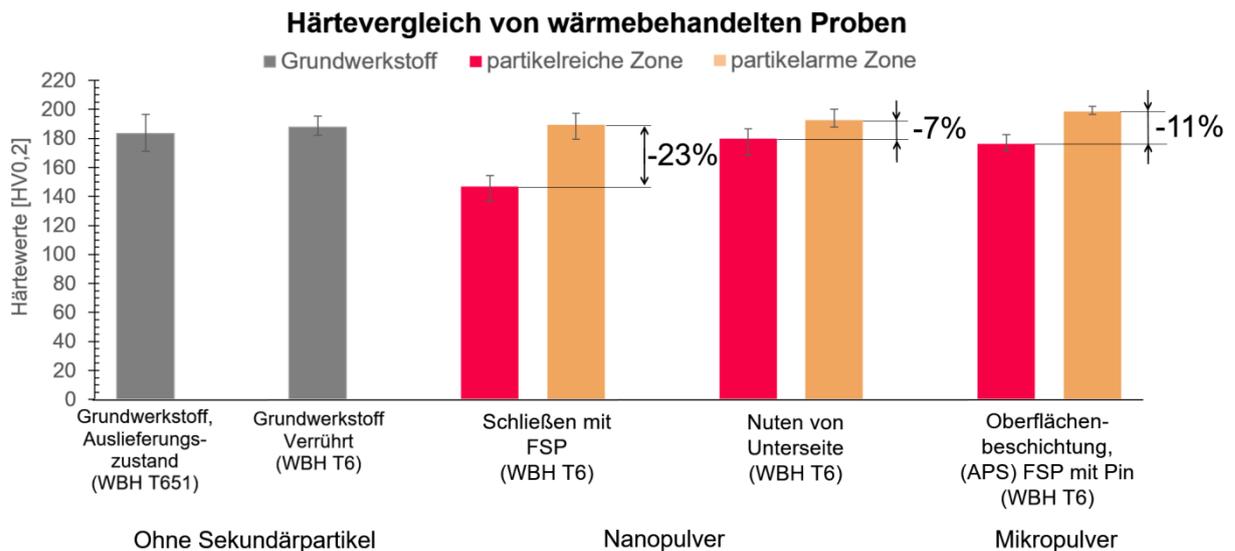


Abbildung 5.8: Härteunterschied zwischen partikelreicher und partikelarmer Zone

Auch aus den Versuchen von Zhang et al. [46] ging hervor, dass bedingt durch den Friction Stir Process eine Reaktion zwischen Aluminium und Titandioxid entstand. Es konnte nachgewiesen werden, dass sich beim FSP  $\text{Al}_3\text{Ti}$  und  $\text{Al}_2\text{O}_3$  gebildet hat. Ebenfalls zeigte sich, dass die Partikelgröße Einfluss auf die Reaktion hat. Eine Reduzierung der Partikelgröße von 450 nm auf 150 nm führte zur Bildung von mehr  $\text{Al}_3\text{Ti}$  und  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Grund für die Reaktion soll die verstärkte Feststoffdiffusion, sowie der mechanische Aktivierungseffekt sein, welcher auf die hohe Verformung beim FSP zurückzuführen ist.

## 5.2 REM-Untersuchung

Mit Hilfe der durchgeführten REM-Untersuchungen soll eine Charakterisierung der Verteilung der verrührten Sekundärpartikel in der Aluminiummatrix möglich werden. Auch in diesem Kapitel sind nur die Versuche V1, V3 und V5 untersucht worden. Die Untersuchungen sind an der TU Graz am Institut für Werkstoffkunde, Fügetechnik und Umformtechnik durchgeführt worden.

### 5.2.1 Versuch V1

Für die REM-Untersuchung des Versuches V1\_2,4-5 wurde ein Querschliff erzeugt, welcher in Abbildung 5.9 dargestellt ist. Darin wurden die zu untersuchenden Bereiche eingezeichnet (Linescan und Mapping). Mit der durchgeführten REM-Untersuchung soll festgestellt werden, ob sich im Nugget (gelber Bereich)  $\text{TiO}_2$ -Partikel befinden und wie diese verteilt sind.

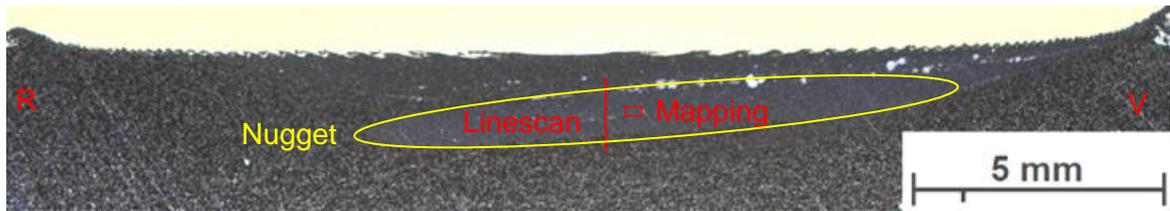


Abbildung 5.9: Querschliff V1\_2,4-5\_A

Der Linescan wird in Abbildung 5.10 gezeigt. Auf der vertikalen Achse sind die abgetasteten Punkte aufgetragen. Die horizontale Achse repräsentiert den Anteil auf der gescannten Linie. Die gelben Linien kennzeichnen den Bereich des Nuggets. Der dunklere, vertikale Verlauf steht für das Titan (geringer Anteil), der hellere für das Aluminium (hoher Anteil). Im Linescan ist zu erkennen, dass im Bereich des Nuggets der Anteil des Aluminiums sinkt und der des Titans etwas steigt. Es kann also gesagt werden, dass sich im Nugget eingerührtes Titan befindet.

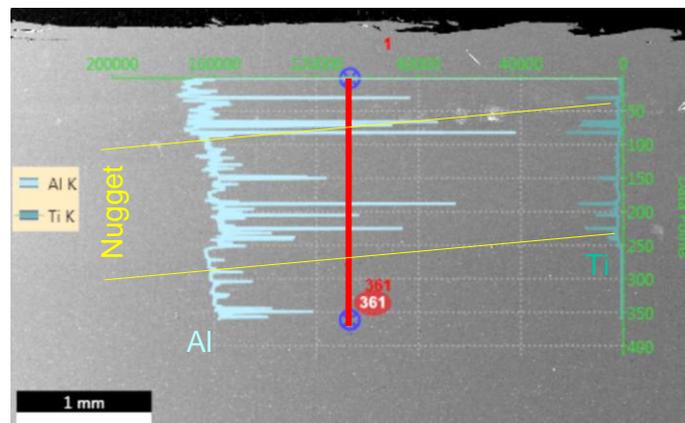


Abbildung 5.10: EDX-Linescan der Probe V1\_2,4-5\_A

Neben dem Linescan wurde noch ein Mapping durchgeführt, um eine Aussage über die Verteilung und Größe des eingerührten Titans zu erhalten. In Abbildung 5.11 ist das erstellte EDX-Mapping zu sehen. Es ist zu erkennen, dass die Titan-Agglomerationen über den gesamten Bildausschnitt verteilt sind und in einem Größenbereich von wenigen Micrometern liegen.

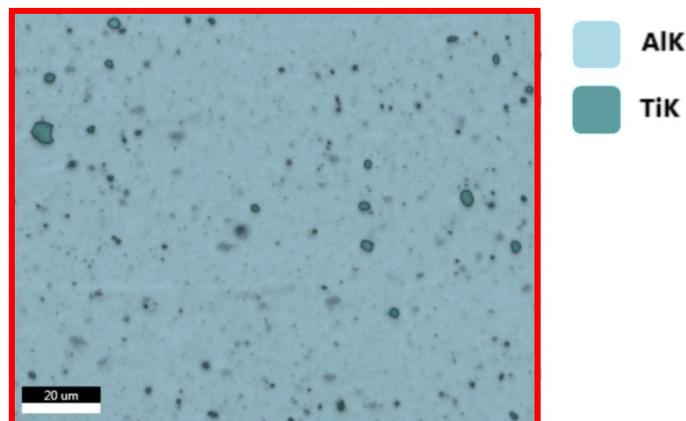


Abbildung 5.11: EDX-Mapping von V1\_2,4-5\_A

### 5.2.2 Versuch V3

Ebenfalls untersucht wurde der Versuch V3\_8-9. Ein Querschliff dieses Versuches ist in Abbildung 5.12 dargestellt. Ähnlich wie mit dem Versuch V1\_2,4-5 wurden auch hier ein Linescan und ein Mapping durchgeführt. Zusätzlich wurde noch eine Punktanalyse gemacht. Die Position von diesen Analysen ist ebenfalls in Abbildung 5.12 dargestellt.

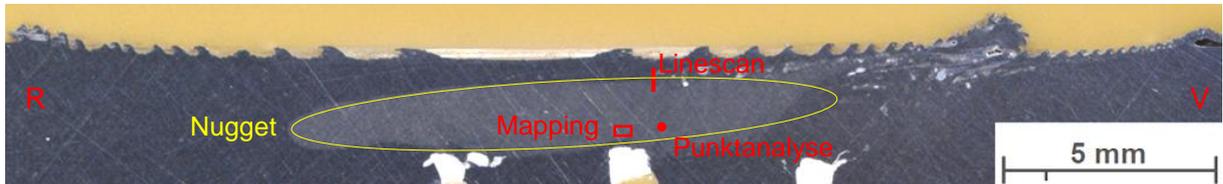


Abbildung 5.12: Querschliff V3\_8-9\_A

Abbildung 5.13 zeigt den durchgeführten Linescan. Im Vergleich zum vorherigen Linescan ist zu erwähnen, dass hier ein kleinerer Bereich mit höherer Auflösung gescannt wurde. Auch aus dieser Abbildung geht hervor, dass im Bereich des Nuggets (unterer Abschnitt) Titanpartikel eingehört wurden.

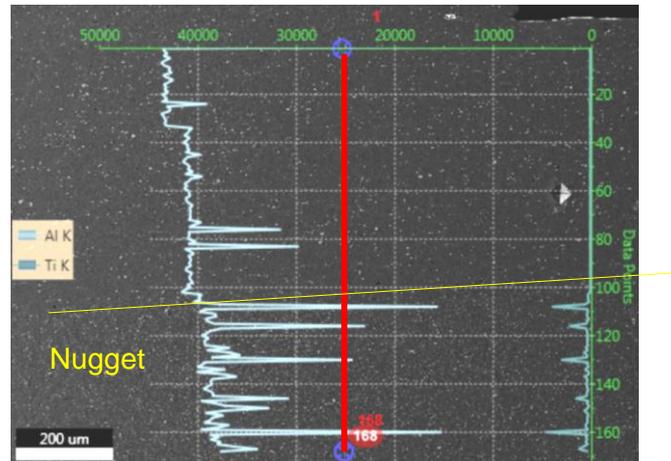


Abbildung 5.13: EDX-Linescan von V3\_8-9\_A

Das Mapping in Abbildung 5.14 links zeigt unter Berücksichtigung des Maßstabes ein ähnliches Ergebnis wie zuvor. Auch hier haben die Titan-Agglomerationen eine Größe von wenigen Mikrometern. Beim rechten Mapping wurde die Analyse auf weitere Elemente wie Magnesium, Kupfer und Zink erweitert. Es zeigt sich, dass eine Verbindung zwischen dem durch Sekundärpartikel beigemengten Titan und dem im Grundwerkstoff befindlichen Magnesium stattgefunden hat.

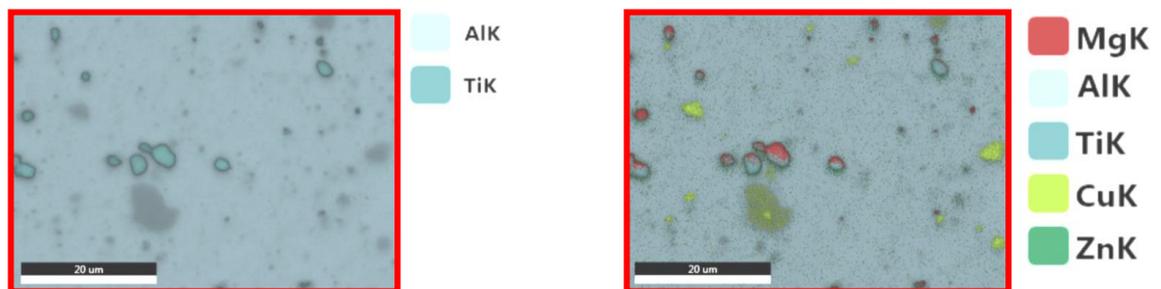


Abbildung 5.14: EDX-Mapping von V3\_8-9\_A

Zusätzlich zum EDX-Mapping wurde noch eine Punktanalyse an einer Titan-Agglomeration durchgeführt, um alle anderen Elemente zu detektieren. Abbildung 5.15 zeigt links die untersuchte Agglomeration. Rechts zeigen die Peaks alle Elemente an, welche in dieser Agglomeration vorkommen. Neben Titan, Aluminium und Magnesium ist auch Sauerstoff in dieser Verbindung festgestellt worden.

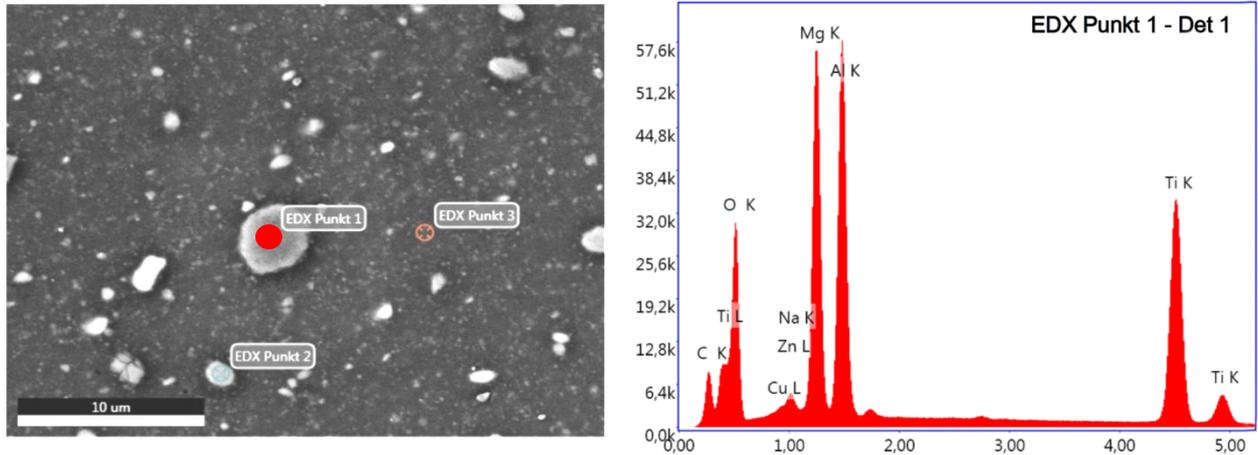


Abbildung 5.15: Punktanalyse von V3\_8-9\_A

### 5.2.3 Versuch V5

Die bereits durchgeführten Marko- und Lichtmikroskopaufnahmen lassen darauf schließen, dass sich der partikelreiche Bereich an der Oberfläche befindet. Demzufolge wurde anhand des Versuches V5\_5-6 der in Abbildung 5.16 gelb markierte Bereich mittels Linescan und Mapping untersucht.

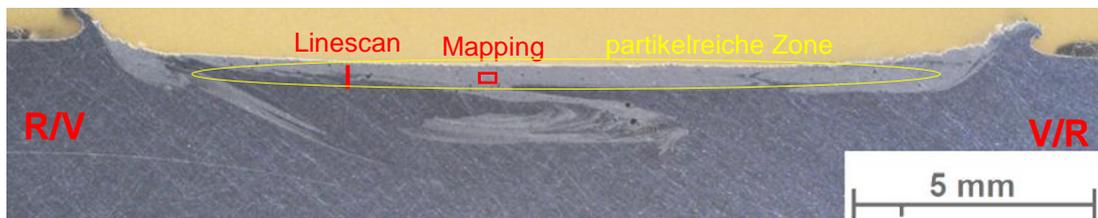


Abbildung 5.16: Querschliff V5\_5-6\_A

Abbildung 5.17 zeigt den Linescan. Wie man anhand des Titan-Verlaufes sehen kann, ist in dem Bereich zwischen Oberfläche und gelber Linie Titan vorhanden (partikelreiche Zone). Vergleicht man diesen Verlauf mit dem vorherigen, so geht hervor, dass die Amplitude des Titan-Verlaufes deutlich größer ist als vorher. Das bedeutet, dass in diesem Bereich deutlich mehr Titan vorhanden ist, als im vorherigen. Zusätzlich erkennt man, dass der Titanverlauf nach oben hin abnimmt, was auf eine inhomogene Verteilung des Titans schließen lässt.

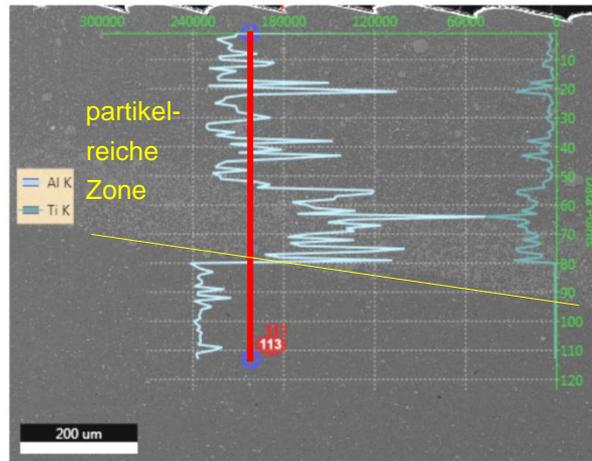


Abbildung 5.17: EDX-Linescan von V5\_5-6\_A

Abbildung 5.18 zeigt das Mapping von diesem Versuch. Vergleicht man dieses Mapping mit dem von V1\_2,4-5\_A, so erkennt man, dass ähnlich wie beim Linescan deutlich mehr Titan-Bereiche vorhanden sind. Allerdings sind die Partikel in diesem Fall deutlich größer.

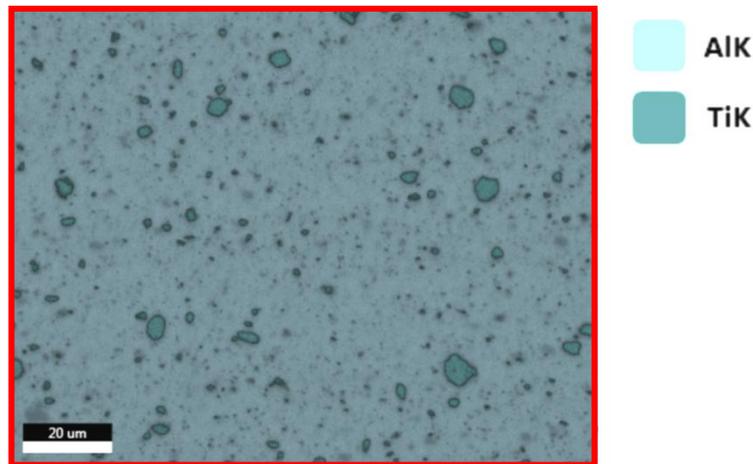


Abbildung 5.18: EDX-Mapping von V5\_5-6\_A

#### 5.2.4 Ergebnisse der REM-Untersuchung

Aus den durchgeführten Untersuchungen geht hervor, dass durch das FSP Titan-Partikel eingerührt wurden. In den Versuchen V1 und V3 verteilten sich diese Partikel im Nugget, im Versuch V5 im Bereich der Oberfläche. Die Versuche ergaben, dass die Größe der Titan-Agglomerationen im Bereich von wenigen Mikrometern liegt. Versuch V1 und V3 lieferten grundsätzlich sehr ähnliche Ergebnisse. Die Linescans zeigten, dass die Titanbereiche bei V1 und V3 homogener verteilt sind als bei V5. Aus den Mappings geht hervor, dass die Titanbereiche in V5 größer sind und auch die Konzentration höher ist.

Zusätzlich kommt man durch das Mapping und der Punktanalyse des Versuches V3 zur Hypothese, dass eine Verbindung zwischen Titan, Aluminium Magnesium und Sauerstoff stattgefunden haben könnte. Durch diese Verbindung könnte das Ausscheidungshärten beeinträchtigt worden sein, was die geringere Härte in den titanreichen Bereichen nach der Wärmebehandlung erklären würde.

### 5.3 Optische Analyse

In diesem Kapitel soll anhand von Längsschliffen, parallel zur Oberfläche, eine Aussage über die Partikelverteilung getroffen werden. Im Rahmen einer optischen Analyse soll ein Vergleich der Partikelverteilung von den Versuchsvarianten V1, V3 und V5 gemacht werden.

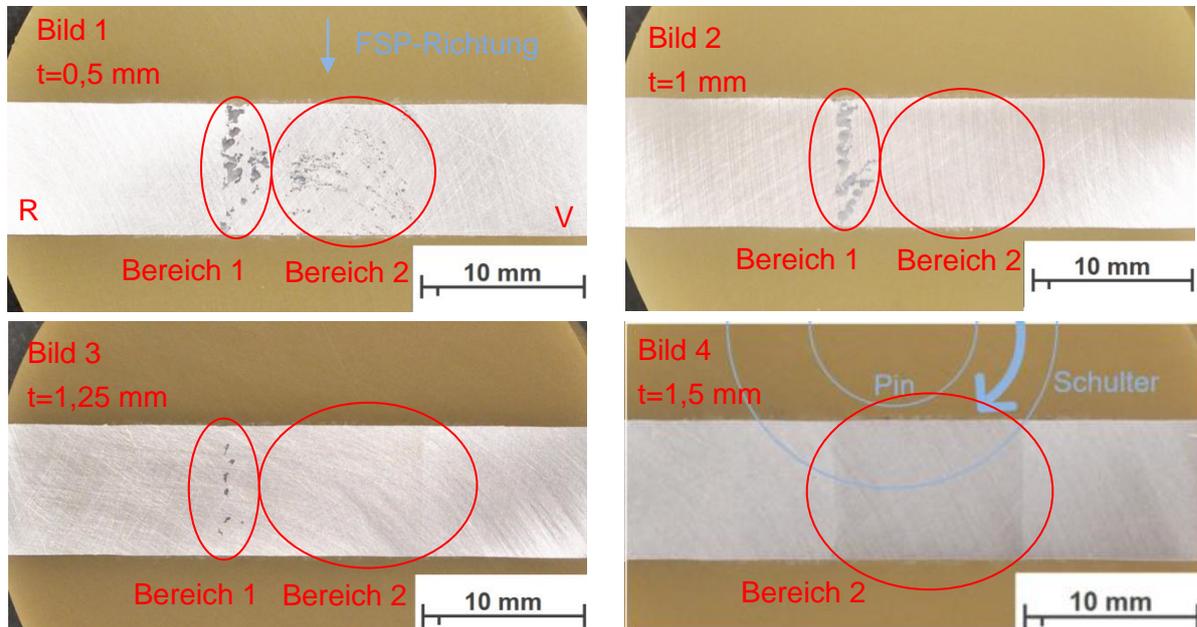


Abbildung 5.19: Längsschliffe in unterschiedlichen Tiefen von V1\_16-18\_B

In Abbildung 5.19 sind Längsschliffe der Probe V1\_16-18\_B in unterschiedlichen Tiefen (0,5 mm, 1 mm, 1,25 mm und 1,5 mm) abgebildet. Als Messbezug wurde dabei die Oberfläche des Friction Stir Process gewählt. Bild 1 zeigt den Schliff in einer Tiefe von 0,5 mm. In dieser Abbildung ist zu erkennen, dass sich auf der Rücklaufseite (Bereich 1) größere Fehler gebildet haben, als auf der Vorlaufseite (Bereich 2). Bild 2 wurde in einer Tiefe von 1 mm aufgenommen. Daraus geht hervor, dass im Bereich 2 keine Fehler mehr vorhanden sind. Bereich 1 ist nach wie vor fehlerbehaftet. In Bild 3 kommt im zweiten Bereich das Nugget mit den eingerührten Partikeln zum Vorschein. Im Bereich 1 sind allerdings noch immer Fehler erkennbar. Bild 4 zeigt ein fehlerfreies Ergebnis. Im Bereich 2 erkennt man die eingerührten Partikel.

#### 5.3.1 Axio Vision

Anhand von Längsschliffen wurde auch die Partikelverteilung bewertet. Untersucht wurden die Proben V1\_2,4,5\_B, V3\_8-9\_B und V5\_3\_B. Für die Längsschliffe parallel zur Oberfläche mussten die Proben geschliffen und poliert werden. Es wurde für die Auswertung jene Tiefe definiert, in der sich erstmalig ein fehlerfreies Ergebnis ergab. Für Versuch V1 war das eine Tiefe von 1,5 mm und für V3 1,2 mm. Für den Versuch 5 konnte keine fehlerfreie Oberfläche erzielt werden. Eine vorherige Sichtprüfung an der Probe V5\_3\_BB hat ergeben, dass in einer Tiefe von 0,2-0,4 mm eine gute Partikelverteilung vorherrscht und sich ab einer Tiefe von 0,5 mm die Pulveragglomerationen und unvermischten Bereiche zunehmen. Aus diesem Grund wurde für den Versuch V5\_3 eine Tiefe von 0,3 mm gewählt. Damit die

Analyse an definierten Stellen durchgeführt werden konnte, wurden an jeder Probe 17 Härteeindrücke gemacht. Die Anordnung dieser Eindrücke ist in Abbildung 5.20 zu sehen.

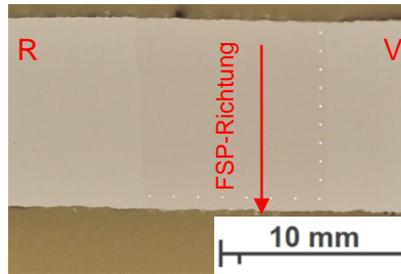


Abbildung 5.20: Härteeindrücke für grafische Analyse

Links neben jedem Eindruck wurde anschließend ein Foto mit 500-facher Vergrößerung aufgenommen und mit Axiovision analysiert. Wichtig für den Vergleich ist, dass für jedes aufgenommene und analysierte Bild am Mikroskop sowie bei der Analyse dieselben Einstellungen gewählt werden. Als Referenz und zur Überprüfung wurde an jeder Probe noch der Grundwerkstoff analysiert. Abbildung 5.21 zeigt links die Analyse des Grundwerkstoffes (Probe V1\_2,4,5\_B). Die roten Bereiche im Grundwerkstoff sind die von der Software Axiovision detektierten Legierungselemente. Rechts in der Abbildung ist ein Ausschnitt des Nuggets zu sehen. Darin wurden neben den Legierungselementen zusätzlich die eingerührten  $\text{TiO}_2$ -Partikel detektiert.

Für die Analyse ist zu beachten, dass die Schwellwerte der zu detektierenden Objekte richtig gewählt werden. In diesem Fall wurden alle Partikel mit einem Grauton von 0-170 detektiert. Würde man einen größeren Bereich wählen, so würden auch die Grautöne des Grundwerkstoffes detektiert werden.

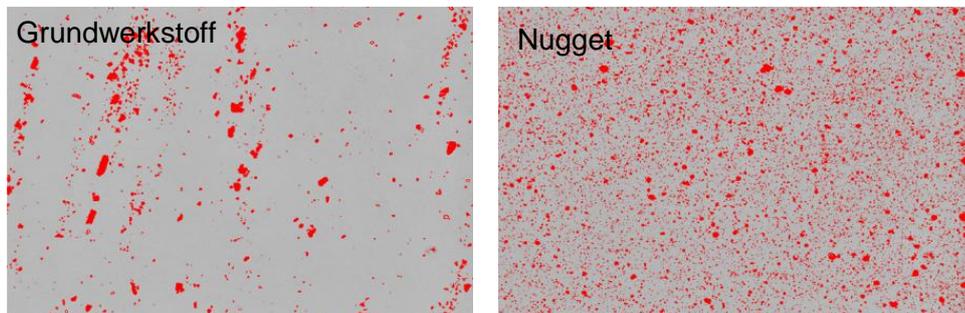


Abbildung 5.21: Analyse mit Axiovision der Probe V1\_2,4,5\_B unter 500-facher Vergrößerung

Axiovision detektiert jedes Objekt mit seiner dazugehörigen Pixelfläche. Somit erhält man durch Aufsummierung die Objektanzahl und die Objektfläche in Quadratpixel. Da auch die Gesamtfläche eines Bildes (1292x890 Pixel) bekannt ist, kann der prozentuelle Anteil der von den Objekten besetzten Fläche eines Bildes errechnet werden. Mit diesen Ergebnissen wurde anschließend ein Diagramm erstellt, welches in Abbildung 5.22 gezeigt wird. Für jedes ausgewertete Bild einer Probe wurde ein Datenpunkt im Diagramm erstellt. Aus diesem Diagramm erkennt man, dass die Versuche V1 und V3 ebenfalls ein sehr ähnliches Ergebnis liefern. Im Durchschnitt wurde mit diesen Versuchen durch 7500 Objekten pro Bild eine Konzentration von 10 % erreicht. Mit dem Versuch V5 wurde eine deutlich höhere Konzentration von 26 %, allerdings mit nur 4600 Objekten pro Bild, erreicht.

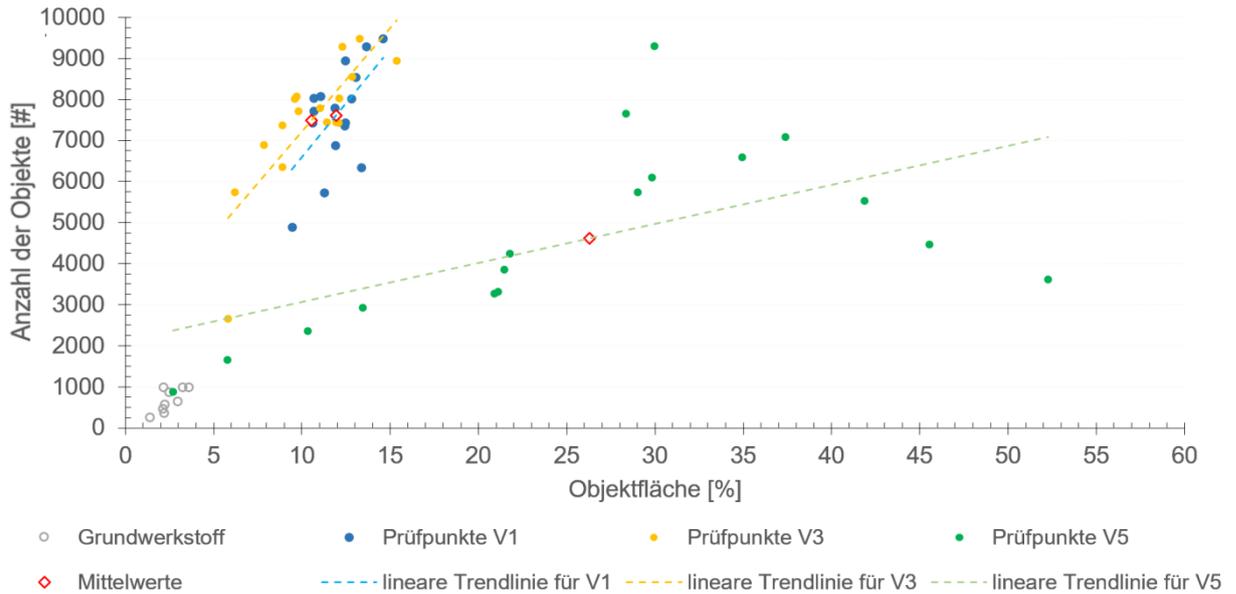


Abbildung 5.22: Auswertung der grafischen Analyse

Abbildung 5.23 zeigt den Verlauf der Anzahl an Objekten von der Rücklaufseite bis hin zur Vorlaufseite. In V1 und V3 sind keine Unterschiede ersichtlich. Versuch V5 hingegen weist im Bereich der Rücklaufseite deutlich mehr Objekte auf, als im Bereich der Vorlaufseite

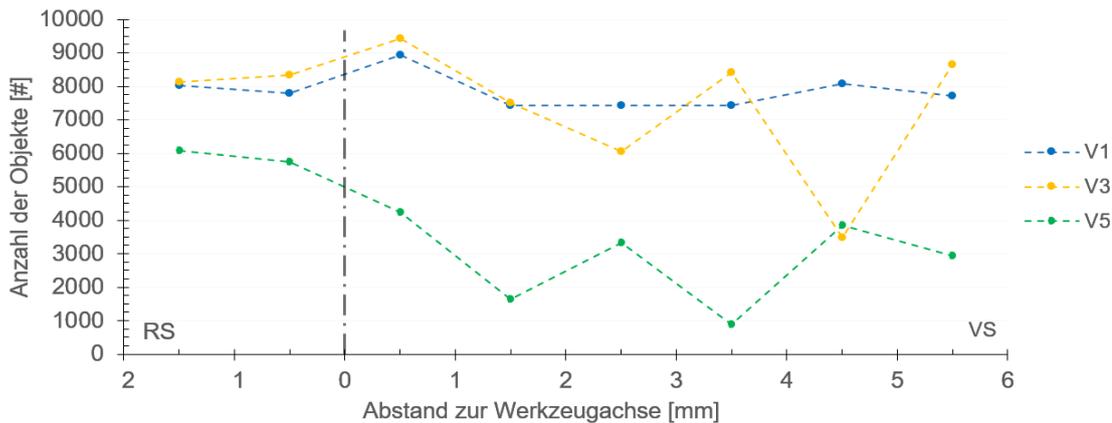


Abbildung 5.23: Verlauf der Objektzahl von Rücklauf bis Vorlauf

### 5.3.2 Ergebnisse der optischen Analyse

In diesem Kapitel wurde gezeigt, dass durch eine nachfolgende spanende Bearbeitung bereits mit nur einem FSP-Wiederholvorgang ein fehlerfreies Ergebnis in einer Tiefe von 1,5 mm für V1 und 1,2 mm für V3 möglich ist. Die restliche Schichtdicke beträgt dabei 0,3 mm (V1) beziehungsweise 1 mm bei V3. Wie das Diagramm in Abbildung 5.22 zeigt, wurde mit V1 und V3 eine homogene Partikelverteilung über die gesamte Oberfläche erreicht. Mit V5 wurde in Abhängigkeit von der Tiefe kein homogener Bereich gefunden. Durch die optische Analyse konnte nach dem Einrühren der Partikel eine Objektflächenzunahme von 9 % (V1), 8 % (V3) und 24 % (V5) festgestellt werden. Zur Überprüfung der Konzentrationen wurde Abbildung 4.1 und Abbildung 4.22 vermessen (siehe Anhang 9.7.1). Aus der anschließenden Berechnung (9.7.2) geht eine durchschnittliche Konzentration des Titandioxids von 8,14 % im verrührten Bereich hervor.

## 6 ZUSAMMENFASSUNG

Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Versuche haben gezeigt, dass mit Hilfe des Friction Stir Process das Einbringen von Sekundärpartikeln in ein Substrat möglich ist. Dieses Kapitel soll eine Übersicht über die durchgeführten Arbeiten und ein daraus folgendes Resümee geben.

Aus der ersten Versuchsreihe geht hervor, dass sich von den sechs Varianten der Pulvereinbringung (V1-V6) folgende drei Varianten besonders gut zur Einbringung der Sekundärpartikel eignen:

- Schließen der Nuten mit FSP (V1):  
Dazu wurden Nuten in die Oberfläche des Substrates gefräst, anschließend wurden die Nuten mit einer Mischung aus  $\text{TiO}_2$ -Nanopulver und Ethanol befüllt, mit einem pinlosen Werkzeug verschlossen und abschließend mit pinbehaftetem Werkzeug aus einem warmfesten Stahl verrührt.
- Nuten von Unterseite (V3):  
Bei dieser Pulvereinbringungsvariante wurden die Nuten von der Unterseite mit dem Nanometerpulver in das Substrat gefüllt, wodurch ein Schließen dieser Nuten entfallen und direkt mit einem pinbehafteten Werkzeug (warmfester Stahl) verrührt werden konnte.
- Oberflächenbeschichtung FSP mit Pin (V5):  
In Variante 5 wurde durch atmosphärisches Plasmaspritze  $\text{TiO}_2$ -Mikropulver auf das Substrat aufgetragen. Die erzeugte Schichtdicke betrug dabei 0,2-0,3 mm. Anschließend wurde mit einem pinbehafteten Werkzeug eingerührt. Allerdings musste wegen der hohen Härte der Schicht ein Wolframkarbid-Werkzeug verwendet werden.

Aus der zweiten Versuchsreihe wurden die Parameter genauer untersucht und es hat sich gezeigt, dass:

- mit vier Nuten bereits mit nur einer Überfahrt ein fehlerfreies Nugget hergestellt werden kann.
- mit jeder Überfahrt die Pulveragglomerationen verringert werden können. Ein fehlerfreies Ergebnis ohne sichtbare Pulveragglomerationen konnte erst mit dem sechsten Durchlauf erzielt werden.
- ein kurzer Pin positiven Einfluss der Pulververteilung hat.
- durch ein versetztes FSP einseitige Pulveranhäufungen reduziert werden können

- bei mehrmaligen Überfahren durch Wechseln der Drehrichtung oder der Vorschubrichtung ein Alternieren von Vor- und Rücklaufseite erzielt werden kann. Dadurch erhält man ein symmetrischeres Ergebnis. Allerdings können dadurch die Agglomerationen nicht so effektiv reduziert werden wie mit gleichbleibender Vor- und Rücklaufseite.

Aus der durchgeführten Härteprüfung geht hervor, dass nach dem FSP die Härte abnimmt. Grund dafür ist, bedingt durch die beim FSP entstandene Wärmeeinbringung, eine Überalterung der Matrix. Auch durch ein nachfolgendes Ausscheidungshärten kann in den partikelreichen Zonen die ursprüngliche Härte des Substrates nicht wieder hergestellt werden. Wie die EDX-Analyse gezeigt hat, könnte eine mögliche Verbindung zwischen  $\text{TiO}_2$  und dem Substrat das nachfolgende Ausscheidungshärten beeinträchtigen.

Durch eine optische Analyse wurde die Partikelverteilung beschrieben. V1 und V3 lieferten eine zufriedenstellende Partikelverteilung im Nugget mit einer Konzentration von 8-9 %. Versuch V5 führte zu einer deutlich schlechteren Verteilung, allerdings mit einer Konzentration von über 24 % in einer Tiefe von 0,3 mm.

Aus der optischen Analyse zeigt sich, dass sich ab einer Tiefe von 1,2 – 1,5 mm ein fehlerfreier Bereich des Metallmatrix-Verbundes bei den Versuchen V1 und V3 einstellt. Die übrigbleibende Schichtdicke beträgt 0,3 – 0,5 mm.

## 7 AUSBLICK

Neben den in der Arbeit bereits gesammelten Informationen soll in diesem Kapitel noch ein Ausblick über das zukünftige Vorgehen gegeben werden. In dieser Arbeit wurde bereits gezeigt, dass sich die Sekundärpartikel in gewissen Bereichen homogen verteilen lassen. Folgende Punkte sollten in Zukunft noch untersucht werden:

- Der Friction Stir Prozess kann noch weiter optimiert werden. Im Rahmen einer umfassenden Parameterstudie können dabei die optimalen Parameter evaluiert werden. Ein besonderes Augenmerk sollte dabei auf Drehzahl, Vorschub, den Schweißwinkel, der Anpresskraft, sowie Werkzeug- und Nutengeometrie gelegt werden,
- Des Weiteren hat sich gezeigt, dass eine Härtesteigerung nicht umgesetzt werden konnte. Es sollte anhand der Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) genauer erörtert werden, welche Verbindungen nach dem FSP entstanden sind.
- Zukünftige Versuche sollten mit anderen Werkstoffen durchgeführt werden. Als Substrat könnte ein einfacher, niedrig legierter Werkstoff verwendet werden, der nicht wärmebehandelt wurde oder bei dem die Wärmebehandlung nicht durch den Friction Stir Process beeinflusst wird. Als Sekundärpartikel sollte eine stabilere Verbindung gewählt werden, die nicht mit den Elementen des Grundwerkstoffes reagiert.

## 8 LITERATURLISTE

- [1] R. S. Mishra und M. Komarasamy, *Friction Stir Welding of High Strength 7XXX Aluminum Alloys, Chapter 1*. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2016.
- [2] R. Nandan, T. DebRoy, und H. K. D. H. Bhadeshia, „Recent advances in friction-stir welding - Process, weldment structure and properties“, *Prog. Mater. Sci.*, Bd. 53, Nr. 6, S. 980–1023, 2008.
- [3] A. Risse, *Fertigungsverfahren der Mechatronik, Feinwerk- und Präzisionsgerätetechnik*. Berlin: Springer Vieweg, 2012.
- [4] N. Yuvaraj, S. Aravindan, und Vipin, „Fabrication of Al5083/B4C surface composite by friction stir processing and its tribological characterization“, *J. Mater. Res. Technol.*, Bd. 4, Nr. 4, S. 398–410, 2015.
- [5] V. Sharma, U. Prakash, und B. V. M. Kumar, „Surface composites by friction stir processing: A review“, *J. Mater. Process. Technol.*, Bd. 224, S. 117–134, 2015.
- [6] F. Ostermann, *Anwendungstechnologie Aluminium*, 3. Auflage. Meckenheim: Springer Vieweg, 2014.
- [7] H. Uzun, „Friction stir welding of SiC particulate reinforced AA2124 aluminium alloy matrix composite“, *Mater. Des.*, Bd. 28, Nr. 5, S. 1440–1446, 2007.
- [8] J.-H. Cho, D. E. Boyce, und P. R. Dawson, „Modeling strain hardening and texture evolution in friction stir welding of stainless steel“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 398, Nr. 1–2, S. 146–163, 2005.
- [9] R. Nandan, G. G. Roy, T. J. Lienert, und T. DebRoy, „Numerical modelling of 3D plastic flow and heat transfer during friction stir welding of stainless steel“, *Sci. Technol. Weld. Join.*, Bd. 11, Nr. 5, S. 526–537, 2013.
- [10] J. Tändel, „Masterarbeit: Friction Stir Welding of Multilayered Steel“, TU Graz and The University of Tokyo, 2011.
- [11] K. Colligan, „Material Flow Behavior during Friction Stir Welding of Aluminum“, *Weld. J.*, Bd. 78, S. 229–237, 1999.
- [12] E. R. I. Mahmoud *u. a.*, „Effect of friction stir processing tool probe on fabrication of SiC particle reinforced composite on aluminium surface Effect of friction stir processing tool probe on fabrication of SiC particle reinforced composite on aluminium surface“, *Sci. Technol. Weld. Join.*, Bd. 14, Nr. 5, 2009.
- [13] S. Larose, Y. N. Zhang, X. Cao, S. Larose, und P. Wanjara, „Review of tools for friction stir welding and processing Review of tools for friction stir welding and processing“, *Can. Metall. Q.*, Bd. 51, Nr. 3, S. 250–259, 2012.
- [14] K. Elangovan und V. Balasubramanian, „Materials & Design Influences of tool pin profile and tool shoulder diameter on the formation of friction stir processing zone in AA6061 aluminium alloy“, *Mater. Des.*, Bd. 29, Nr. 2, S. 362–373, 2007.
- [15] O.V., „Erarbeitung von Konzepten zur Bewertung der Eignung von Anlagen für das Rührreibschweißen sowie zur Übertragbarkeit von Schweißparametern“, *Forschungsvorhaben*, 2010. [Online]. Verfügbar unter: [https://www.mpa.uni-stuttgart.de/forschung/abschlussberichte/pdf\\_files/ruehrreibschweissen.pdf](https://www.mpa.uni-stuttgart.de/forschung/abschlussberichte/pdf_files/ruehrreibschweissen.pdf). [Zugegriffen: 17-Juli-2017].
- [16] Y. G. Kim, H. Fujii, T. Tsumura, T. Komazaki, und K. Nakata, „Three defect types in friction stir welding of aluminum die casting alloy“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 415, Nr. 1–2, S. 250–254, 2006.
- [17] R. S. Mishra und Z. Y. Ma, „Friction stir welding and processing“, *Mater. Sci. Eng. R Reports*, Bd. 50, Nr. 1–2, S. 1–78, 2005.
- [18] L. M. Marzoli, A. V. Strombeck, J. F. Dos Santos, C. Gambaro, und L. M. Volpone, „Friction stir welding of an AA6061/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/20p reinforced alloy“, *Compos. Sci. Technol.*, Bd. 66, Nr. 2, S. 363–371, 2006.
- [19] J. Gandra, R. Miranda, P. Vilaa, A. Velhinho, und J. P. Teixeira, „Functionally graded materials produced by friction stir processing“, *J. Mater. Process. Technol.*, Bd. 211, Nr. 11, S. 1659–1668, 2011.

- [20] S. S. Mirjavadi *u. a.*, „Influence of TiO<sub>2</sub> nanoparticles incorporation to friction stir welded 5083 aluminum alloy on the microstructure, mechanical properties and wear resistance“, *J. Alloys Compd.*, Bd. 712, S. 795–803, 2017.
- [21] R. Crawford, G. E. Cook, A. M. Strauss, D. A. Hartman, und M. A. Stremmer, „Experimental defect analysis and force prediction simulation of high weld pitch friction stir welding“, *Sci. Technol. Weld. Join.*, Bd. 11, Nr. 6, S. 657–665, 2006.
- [22] B. Ratna Sunil, „Different strategies of secondary phase incorporation into metallic sheets by friction stir processing in developing surface composites“, *Int. J. Mech. Mater. Eng.*, Bd. 11, Nr. 1, S. 1–8, 2016.
- [23] A. Heydarian, K. Dehghani, und T. Slamkish, „Optimizing powder distribution in production of surface nano-composite via friction stir processing“, *Metall. Mater. Trans. B Process Metall. Mater. Process. Sci.*, Bd. 45, Nr. 3, S. 821–826, 2014.
- [24] C. J. Lee, J. C. Huang, und P. J. Hsieh, „Mg based nano-composites fabricated by friction stir processing“, *Scr. Mater.*, Bd. 54, Nr. 7, S. 1415–1420, 2006.
- [25] M. Refat, A. M. M. Abdelmotagaly, M. M. Z. Ahmed, und I. El-Mahallawi, „The Effect of Heat Treatment on the Properties of Friction Stir Processed AA7075-O with and without Nano Alumina Additions“ In: R. S. Mishra , M.W. Mahoney , Y. Sato, Y. Hovanski, „Friction Stir Welding and Processing VIII“, in *TMS Annual Meeting*, Cham: Springer, 2015, S. 115–123.
- [26] D. K. Lim, T. Shibayanagi, und A. P. Gerlich, „Synthesis of multi-walled CNT reinforced aluminium alloy composite via friction stir processing“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 507, Nr. 1–2, S. 194–199, 2009.
- [27] M. Yang, C. Xu, C. Wu, K. Lin, Y. J. Chao, und L. An, „Fabrication of AA6061/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nano ceramic particle reinforced composite coating by using friction stir processing“, *J. Mater. Sci.*, Bd. 45, Nr. 16, S. 4431–4438, 2010.
- [28] Y. Huang, T. Wang, W. Guo, L. Wan, und S. Lv, „Microstructure and surface mechanical property of AZ31 Mg/SiCp surface composite fabricated by Direct Friction Stir Processing“, *Mater. Des.*, Bd. 59, Nr. 1, S. 274–278, 2014.
- [29] A. Kurt, I. Uygur, und E. Cete, „Surface modification of aluminium by friction stir processing“, *J. Mater. Process. Technol.*, Bd. 211, Nr. 3, S. 313–317, 2011.
- [30] B. Zahmatkesh und M. H. Enayati, „A novel approach for development of surface nanocomposite by friction stir processing“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 527, Nr. 24–25, S. 6734–6740, 2010.
- [31] K. Richter, D. Faßhauser, und I. Handreg, „Handbuch Oberflächentechnik, Qualifizierung Oberflächentechnik und -analytik“, 1999. [Online]. Verfügbar unter: [http://www.institut-fresenius.de/de/filestore/89/sgs\\_handbuch\\_oberflaechentechnik.pdf](http://www.institut-fresenius.de/de/filestore/89/sgs_handbuch_oberflaechentechnik.pdf). [Zugegriffen: 26-Aug-2017].
- [32] J. Bauch und R. Rosenkranz, *Physikalische Werkstoffdiagnostik*, 1. Aufl. Dresden: Springer Vieweg, 2017.
- [33] X. Zhang, M. Zhou, und L. Lei, „Preparation of photocatalytic TiO<sub>2</sub> coatings of nanosized particles on activated carbon by AP-MOCVD“, *Carbon N. Y.*, Bd. 43, Nr. 8, S. 1700–1708, 2005.
- [34] W. F. Gale, T. C. Totemeier, und D. L. Porter, „Mechanical properties of metals and alloys, Chapter 22“ In: W. Gale, T. Totemeier, „Smithells Metals Reference Book“, in *Physica*, Bd. 8, 1949, S. 22.1-22.162.
- [35] U. Dilthey, *Schweißtechnische Fertigungsverfahren 2*, 3. Aufl. Berlin Heidelberg: Springer-Verlag, 2005.
- [36] R. Laska und C. Felsch, *Werkstoffkunde für Ingenieure, Chapter 4*, 3. Aufl. Braunschweig: Vieweg&Sohn, 1992.
- [37] E. Werner, E. Hornbogen, N. Jost, und E. Gunther, *Fragen und Antworten zu Werkstoffe*, 8. Aufl. Berlin Heidelberg: Springer Vieweg, 2016.
- [38] S. Schubert, „Wachstum von Rutil(110) auf Re(0001) und Adsorption von Gold auf Rutil(011)-(2x1)/Re(1010) und (1x3)2O/Re(1010)“, Freien Universität Berlin, 2009.
- [39] H. Sicius, *Titangruppe: Elemente der vierten Nebengruppe*, 1. Aufl. Wiesbaden: Springer Spektrum, 2016.

- [40] D. Rosenthal, „Wachstum und Struktur von Titandioxid auf den Übergangsmetalloberflächen Re(10-10) und Ru(0001)“, Freien Universität Berlin, 2007.
- [41] H. Zoch und G. Spur, *Handbuch Wärmebehandeln und Beschichten*. München: Hanser, 2015.
- [42] H. J. Fahrenwaldt, V. Schuler, und J. Twrdek, *Praxiswissen Schweißtechnik*, 5. Aufl. Wiesbaden: Springer Vieweg, 2014.
- [43] L. Pawlowski, *The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings, Chapter 3*, 2. Aufl. Chichester: John Wiley & Sons, 2008.
- [44] S. Saber-Samandari und C. C. Berndt, „IFTHSE Global 21: heat treatment and surface engineering in the twenty-first century“, *Int. Heat Treat. Surf. Eng.*, Bd. 4, Nr. 1, S. 7–13, 2010.
- [45] „Metallische Werkstoffe - Härteprüfung nach Vickers - Teil 1: Prüfverfahren“. DIN EN ISO 6507-1:2006-03. Europäisches Komitee für Normung.
- [46] Q. Zhang, B. L. Xiao, W. G. Wang, und Z. Y. Ma, „Reactive mechanism and mechanical properties of in situ composites fabricated from an Al – TiO<sub>2</sub> system by friction stir processing“, *Acta Mater.*, Bd. 60, Nr. 20, S. 7090–7103, 2012.

# 9 ANHANG

## 9.1 Datenblätter

### 9.1.1 EN AW-7075 Allgemein



**EN AW-7075**

**CHEMISCHE ZUSAMMENSETZUNG**

Aluminium und Aluminiumlegierungen

**Legierungsbezeichnung:**

EN AW	Al Zn5,5 Mg Cu
Alte Bezeichnung	Al Zn Mg Cu1,5
Werkstoff-Nr. nach DIN	3.4365
Größtbritann. BS	2L95
Italien UNI	9007/2
Spanien	
Schweden	
Norwegen	
Frankreich AFNOR	A-Z5GU
Farbcode	RAL 4005 Blauille

**Typische physikalische Eigenschaften:**

Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	2,80
Elastizitätsmodul [GPa]	72
Wärmeleitfähigkeit [W/mK]	130 – 160
Wärmeleitfähigkeit [W/mK]	21,6
Wärmeausdehnungskoeffizient [K <sup>-1</sup> ·10 <sup>-6</sup> ]	23,4
Wärmeausdehnungskoeffizient [K <sup>-1</sup> ·10 <sup>-6</sup> ]	24,3
Spezifische Wärme J/(kg · K)	25,2
elektrische Leitfähigkeit [mΩ·mm <sup>2</sup> ]	862
Schubmodul [GPa]	19 – 23
	27,1

**Wärmebehandlung:**

<b>Weichglühen / Rekristallisationsglühen</b>	470°C – 480°C
Glühzeit	Wasser
Aufheizzeit	üblich ist das Warmauslagern
Abkühlbedingungen	1. Stufe 110°C – 125°C - 12 – 24 Stunden 2. Stufe 185°C – 180°C - 4 – 6 Stunden

**Sonstige Daten:**

weicheglüht	-
kaltherstetigt	-
ausgehärtet	2
Formstabilität	4 – 5
<b>Erodieren</b>	1
<b>Oberflächenbehandlung</b>	
Eloxieren – (Schutzanodisieren)	3
spezielle Eloxalqualität (EO) <sup>2</sup>	-
Eloxieren – dekorativ	5
Anstreichen / Beschichten	3
Pollern	1
<b>Schweißen</b>	Schweißsaatz
Gas	5
WIG	5
MIG	5
<b>Widerstandsschweißen</b>	2
<b>Löten</b>	
Hardlöten mit Flussmittel	5
Hardlöten ohne Flussmittel	5
Reiblöten	5
Weichlöten mit Flussmittel	5

**Korrosionsbeständigkeit**

In normaler Atmosphäre/Witterung	4
Meerwasseratmosphäre	4
<b>Umformen</b>	
<b>Kaltumformen</b>	Lieferzustand
Biegen	4
Drücken	5
Tiefziehen (Zustandsbedingt)	4 – 5
Stauchern (Zustandsbedingt)	5
Fließpressen	5
<b>Warmumformen</b>	
Gesamtschmieden	4
Strangpressen	4 – 5
Fließschmieden	4
<b>Lebensmittelverträglich</b>	nein
geeignet nach DIN EN 602	Langzeit ca. 90°C Kurzzeit ca. 110°C – 125°C

**Arbeitsmittelverträglich**

geeignet nach DIN EN 602	Langzeit ca. 90°C Kurzzeit ca. 110°C – 125°C
--------------------------	---

**Wärmebehandlung:**

<b>Weichglühen / Rekristallisationsglühen</b>	380°C – 420°C
Glühzeit	2 – 3 Stunden
Aufheizzeit	< 30°C/h bis 230°C + 3 – 5 Stunden
Abkühlbedingungen	Haltezeit, unterhalb 230°C an der Luft

**Sonstige Daten:**

weicheglüht	-
kaltherstetigt	-
ausgehärtet	2
Formstabilität	4 – 5
<b>Erodieren</b>	1
<b>Oberflächenbehandlung</b>	
Eloxieren – (Schutzanodisieren)	3
spezielle Eloxalqualität (EO) <sup>2</sup>	-
Eloxieren – dekorativ	5
Anstreichen / Beschichten	3
Pollern	1
<b>Schweißen</b>	Schweißsaatz
Gas	5
WIG	5
MIG	5
<b>Widerstandsschweißen</b>	2
<b>Löten</b>	
Hardlöten mit Flussmittel	5
Hardlöten ohne Flussmittel	5
Reiblöten	5
Weichlöten mit Flussmittel	5

**Korrosionsbeständigkeit**

In normaler Atmosphäre/Witterung	4
Meerwasseratmosphäre	4
<b>Umformen</b>	
<b>Kaltumformen</b>	Lieferzustand
Biegen	4
Drücken	5
Tiefziehen (Zustandsbedingt)	4 – 5
Stauchern (Zustandsbedingt)	5
Fließpressen	5
<b>Warmumformen</b>	
Gesamtschmieden	4
Strangpressen	4 – 5
Fließschmieden	4
<b>Lebensmittelverträglich</b>	nein
geeignet nach DIN EN 602	Langzeit ca. 90°C Kurzzeit ca. 110°C – 125°C

**Arbeitsmittelverträglich**

geeignet nach DIN EN 602	Langzeit ca. 90°C Kurzzeit ca. 110°C – 125°C
--------------------------	---

**Legierungszusammensetzung (EN 573-3):**

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Ga	V	Bemerkung	Andere	
												Einzel	Gesamt <sup>2</sup>
0,40	0,50	1,2 – 2,0	0,30	2,1 – 2,9	0,18 – 0,28	-	5,1 – 6,1	0,20	-	-	3	0,05	0,15

x Chemische Angaben in %. Wenn keine Bereiche angegeben sind, stellt der Legierungsanteil den Maximalwert dar.  
<sup>2</sup> Schließt alle aufgeführten Elemente ein, für die keine Grenzwerte angegeben sind.  
<sup>3</sup> Summe für Zn-Ti max. 0,25. Dies gilt für geschmiedete oder stranggepresste Erzeugnisse, wenn der Wert zwischen Kunde und Lieferant vereinbart wurde.

**Besonderheiten dieses Werkstoffes:**

- Aushärtbare Legierung mit sehr hoher Festigkeit
- Sehr hohe Ermüdungsleistung
- Gute Bearbeitbarkeit

**Einsatzbereiche:**

- Werkzeug-, Formen- und Modellbau
- Luft- und Raumfahrt
- Wehrtechnik

**Lieferbare Formen:**

**Bleche** - Platten - Zugschritte - Ronden - Ringe - Stangen - Rohre - Drähte - Zeichnungsteile

**Legende:**

- 1 sehr gut
- 2 gut
- 3 mäßig
- 4 schlecht
- 5 ungeeignet

EO Eloxalqualität muss gesondert bestellt und bestätigt werden

Die Angaben in unseren Datenblättern sind ohne Gewähr und gelten nur als Hinweis. Eine Haftung diesbezüglich wird ausgeschlossen. Änderungen in den Normen sowie den informativen Werten sind vorbehalten. Maßgebend sind grundsätzlich die Vereinbarungen unserer Auftragsbestätigung. In Bezug auf Anschließbarkeit weisen wir darauf hin, dass keine Haftung für das Anschließergebnis und die Farbabweichung im dekorativen Bereich übernommen wird. Gleiches gilt für die Korrosionsbeständigkeit. Sondervereinbarungen müssen schriftlich erfolgen.

**BIKAR METALLE**

E-Mail: info@bikar.com  
 Tel.: +49(0)275 / 9551 111  
 Fax: +49(0)275 / 9551 555

BIKAR METALLE GmbH  
 Industriestraße • D-57319 Bad Berleburg  
 E-Mail: info@bikar.com  
 Internet: www.bikar.com

## 9.1.2 EN AW-7075-T651



**Abnahmeprüfzeugnis Nr.:**  
nach EN 10204 3.1

**12013291**

<b>Lieferant:</b> Kastens & Knauer GmbH & Co International KG Hilligenwarf 9 28865 Lilienthal			<b>Produktbeschreibung:</b> Aluminium Platten EN AW 7075 T651 Platten Abmessung: 10 x 1020 x 2020 mm			
<b>Spezifikation:</b> EN 573-3 / EN 485-1,2,3						
<b>Mechanische Eigenschaften:</b>						
	<b>Losnummer</b>	<b>Schmelze</b>	<b>RM Mpa</b>	<b>Rp0,2 Mpa</b>	<b>Dehnung %</b>	<b>Härte HB</b>
Soll			min. 530	min. 460	min. 5	
Ist	D0746		561	494	9	
<b>Chemische Zusammensetzung:</b>						
<b>Element</b>	<b>Si</b>	<b>Fe</b>	<b>Cu</b>	<b>Mn</b>	<b>Mg</b>	<b>Cr</b>
	max.	max.		max.		
Soll	0,4	0,5	1,2-2,0	0,3	2,1-2,9	0,18-0,28
Ist	0,11	0,43	1,46	0,12	2,78	0,21
<b>Element</b>	<b>Ni</b>	<b>Zn</b>	<b>Ti</b>	<b>Zr</b>	<b>Ti + Zr</b>	<b>Na</b>
			max.			
Soll		5,1-6,1	0,2			
Ist		5,79	0,05			
<b>Element</b>	<b>Tin Sn</b>	<b>Bi</b>	<b>Pb</b>	<b>Mn + Cr</b>	<b>Ca</b>	
Soll						
Ist						
<b>Andere:</b> einzeln $\leq 0.05$ , zusammen $\leq 0.15$			Rest Aluminium			
<b>weitere Prüfungen:</b>						
Datum:			02.02.2017			
Ursprungsland: China						
Leistungserklärung ( LE ) KuK01/2014, einsehbar: www.kastens-knauer.de						

9.1.3 Titandioxid Pulver 28,57 µm

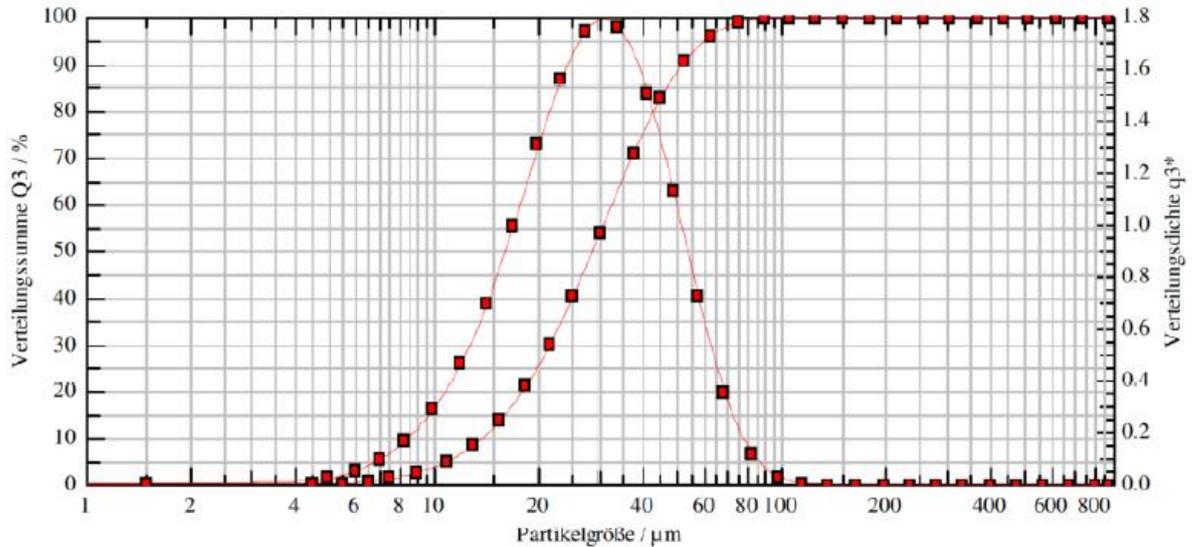
HELOS-Partikelgrößenanalyse  
WINDOX 5



HELOS (H1494) & RODOS, R5: 0.5/4.5...875µm  
KST 23408

2017-07-12, 09:47:31,933

$x_{10} = 13,75 \mu\text{m}$      $x_{50} = 28,57 \mu\text{m}$      $x_{90} = 51,98 \mu\text{m}$     **SMD = 23,93 µm**    **VMD = 31,26 µm**  
 $x_{16} = 16,39 \mu\text{m}$      $x_{84} = 46,06 \mu\text{m}$      $x_{99} = 77,92 \mu\text{m}$      $S_V = 0,25 \text{ m}^2/\text{cm}^3$      $S_m = 290,12 \text{ cm}^2/\text{g}$



Verteilungssumme

$x_0/\mu\text{m}$	$Q_3/\%$	$x_0/\mu\text{m}$	$Q_3/\%$	$x_0/\mu\text{m}$	$Q_3/\%$	$x_0/\mu\text{m}$	$Q_3/\%$
4,50	0,01	18,50	21,39	75,00	98,81	305,00	100,00
5,50	0,20	21,50	29,93	90,00	99,77	365,00	100,00
6,50	0,59	25,00	40,13	105,00	99,96	435,00	100,00
7,50	1,19	30,00	53,95	125,00	100,00	515,00	100,00
9,00	2,50	37,50	71,02	150,00	100,00	615,00	100,00
11,00	5,02	45,00	82,93	180,00	100,00	735,00	100,00
13,00	8,40	52,50	90,52	215,00	100,00	875,00	100,00
15,50	13,72	62,50	96,03	255,00	100,00		

Auswertung: WINDOX 5.10.0.0, HRLD

Revalidierung:  
Referenzmessung: 07-12 09:47:15  
Kontamination: 3,75 %

Produkt: KST 23408

Dichte: 8,6420 g/cm³, Formfaktor: 1,000  
Disp. Meth.: 4bar; 60% FR; 1,5 mm FH  
 $C_{opt} = 11,96 \%$

Triggerbedingung: Start 2% opt. Konzentration

Start: c.opt >= 2%  
Gültigkeit: immer  
Stopp: 2s c.opt <= 1,9% oder 20s Echtzeit  
Zeitbasis: 100,0 ms

Benutzerparameter:

Bediener: L.K.  
Datum/Charge: 8355  
Material: VP 69531/G  
Gesamtfett:

## 9.1.4 Titandioxid Pulver 10-30 nm



**Certificate of Analysis**

---

904210	Titanium oxide Nanopowder, rutile/ 99.5 %
Lot. No.	280717

---

Assay	99.5%
APS (D50)	10-30 nm
SSA	~50 m <sup>2</sup> /g
Color	white
PM	spherical

Impurities:

Nb	56 ppm
Al	26 ppm
Ca	191 ppm
Hg	0.05 ppm
Mg	32 ppm

03.08.2017

---

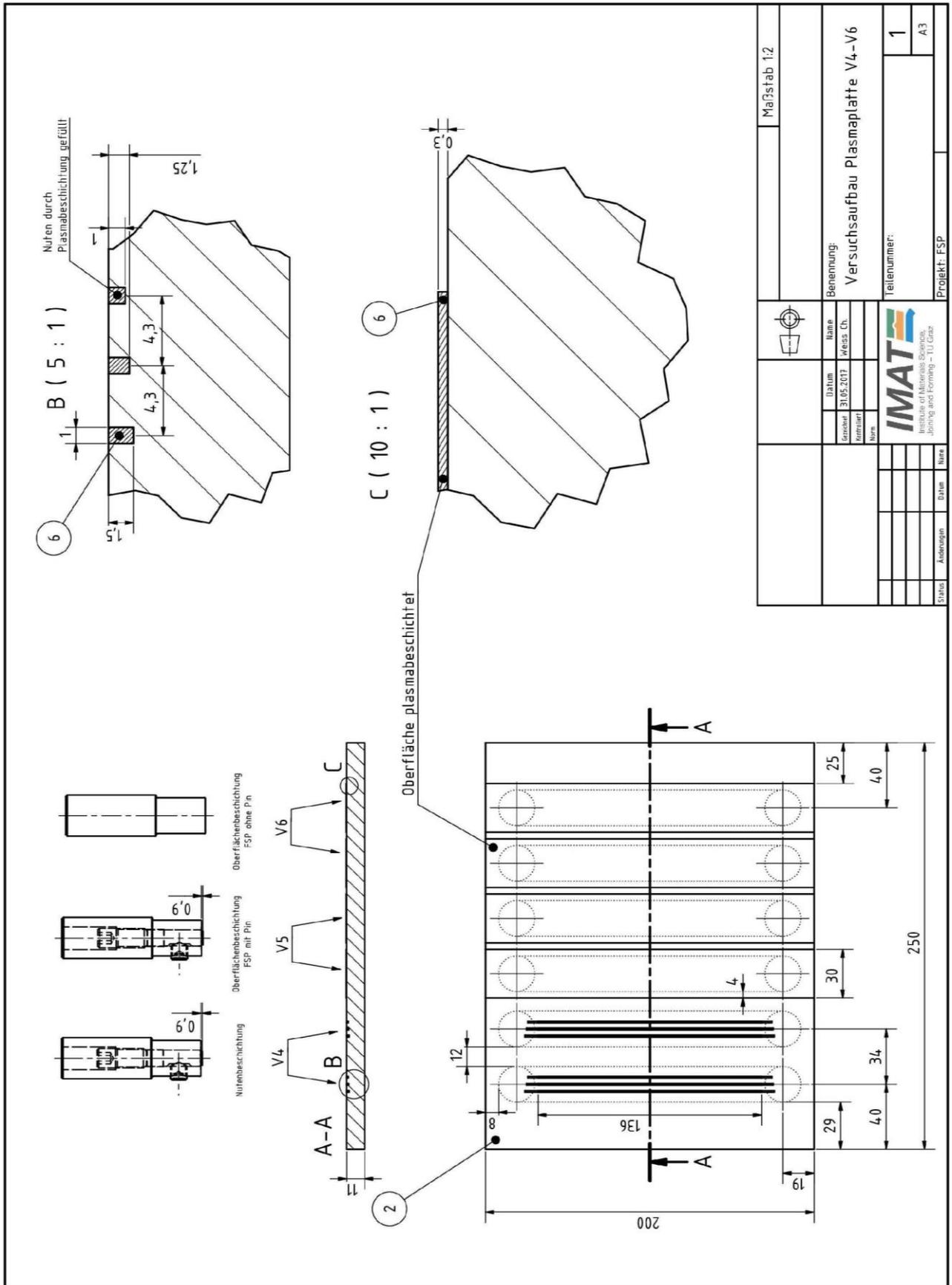
[www.chempur.de](http://www.chempur.de)

**ChemPur Feinchemikalien und Forschungsbedarf GmbH**  
Röppumer Straße 92  
D-76137 Karlsruhe  
Tel.: + 49 (0) 7 21 - 9 33 81 40  
Fax: + 49 (0) 7 21 - 47 20 01  
info@chempur.de



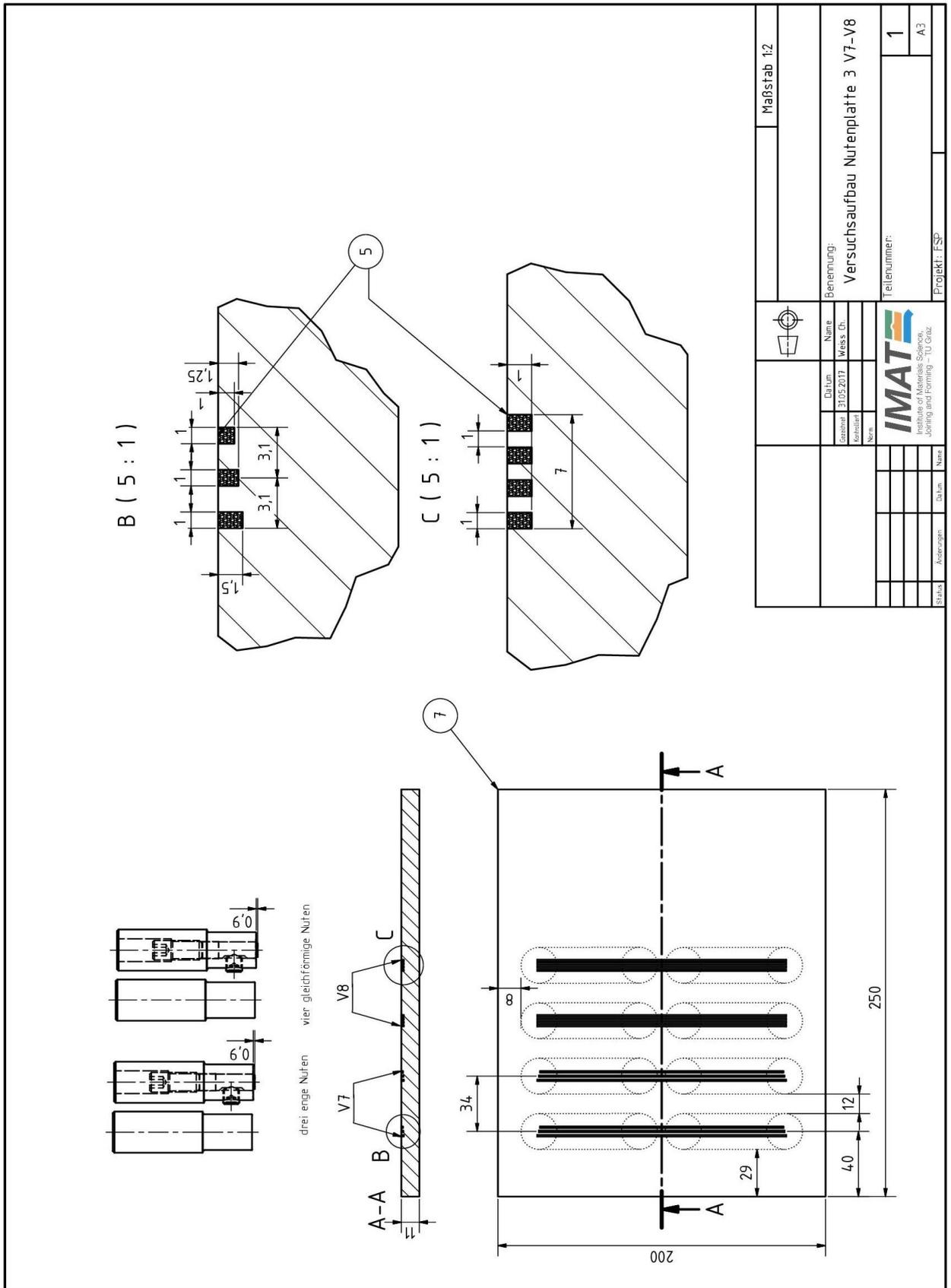


9.2.3 Übersicht Plasmplatte (V4-V6)

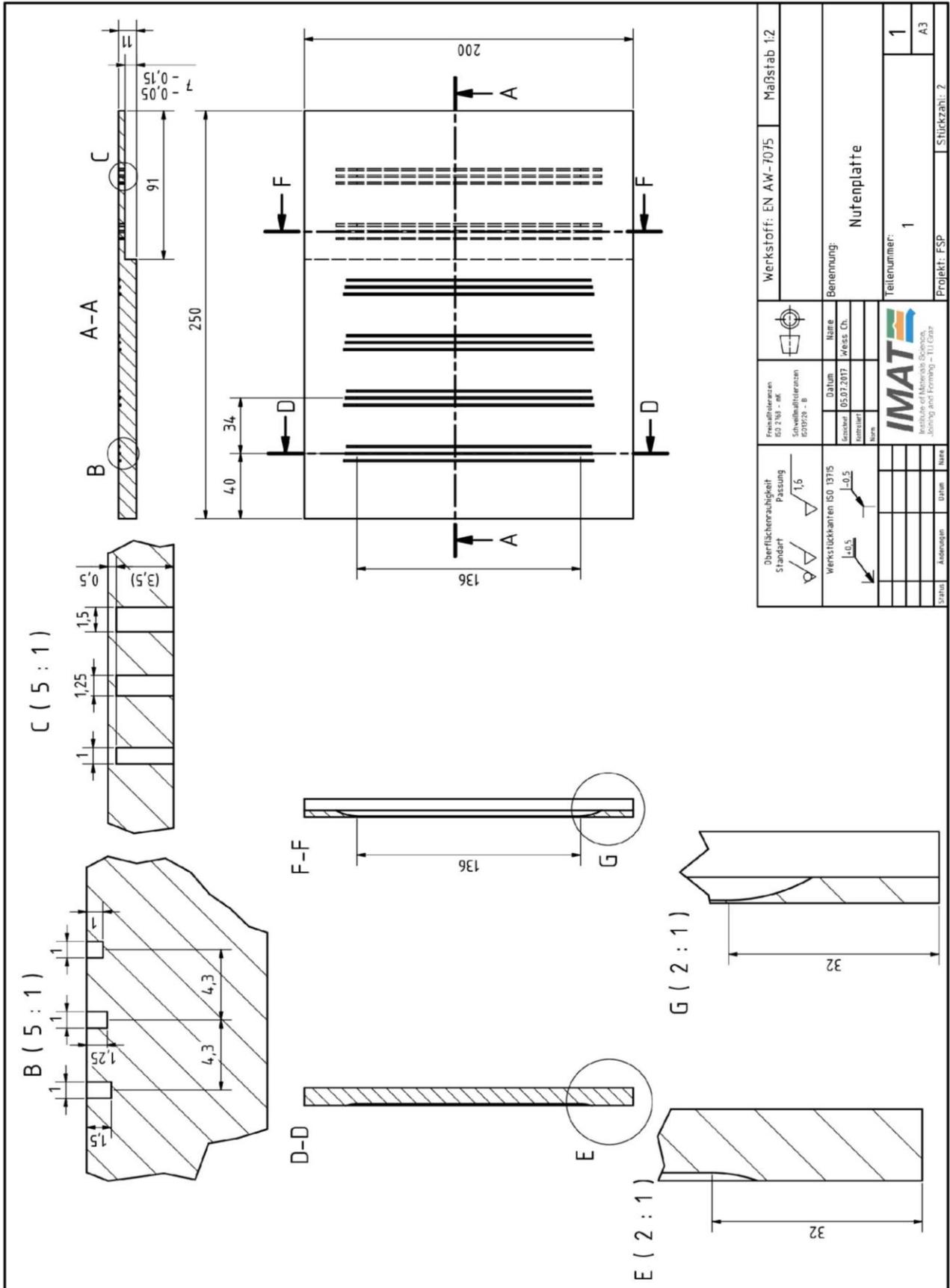


Maßstab 1:2		Benennung: Versuchsaufbau Plasmplatte V4-V6		Teilenummer: 1	
Datum 31.05.2017		Name Weiss Ch.		Projekt: FSP	
Gezeichnet Kornblatt		Status		A3	
Nur		Anderungen		Datum	
 IMAT Institute of Materials Science Joining and Forming – TU Graz		Datum		Datum	

9.2.4 Übersicht Nutenplatte 3 (V7-V8)



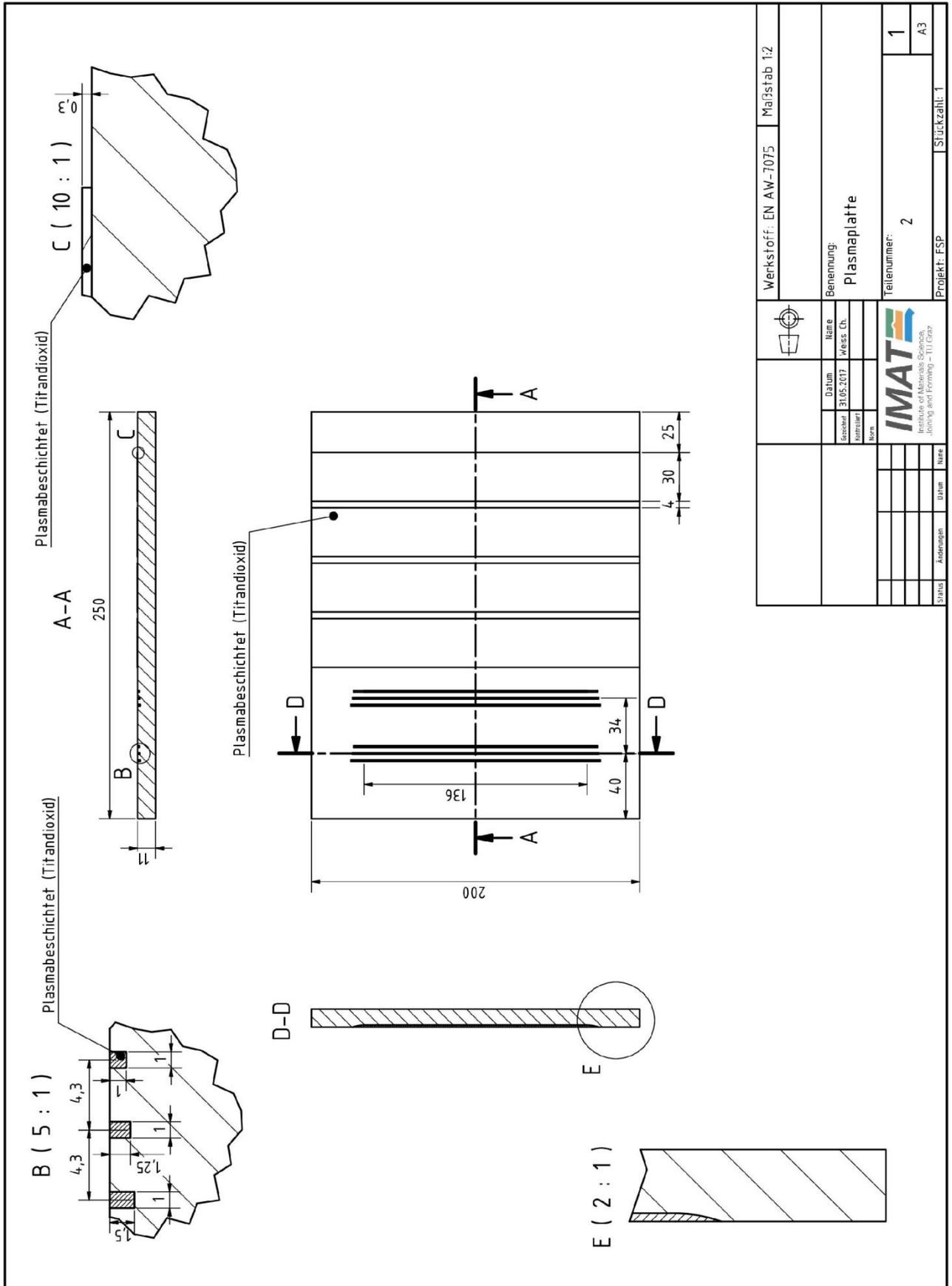
9.2.5 Fertigungszeichnung Nutenplatte 1 und 2



Freihalterenzen ISO 2163 - 01k Schweißhalterenzen ISO 19229 - B		Datum 05.07.2017		Name W. Weiss Ch.	
Oberflächenrauigkeit Standard Passung 1,5		Werkstückkanten ISO 13715 1,0-0,5		Status	
Werkstoff: EN AW-7075		Maßstab 1:2		Benennung: Nutenplatte	
Teilenummer: 1		Projekt: FSP		Stückzahl: 2	
IMAT Institute of Materials and Manufacturing Technology Joining and Forming - III Center		Tabelle 1		A3	

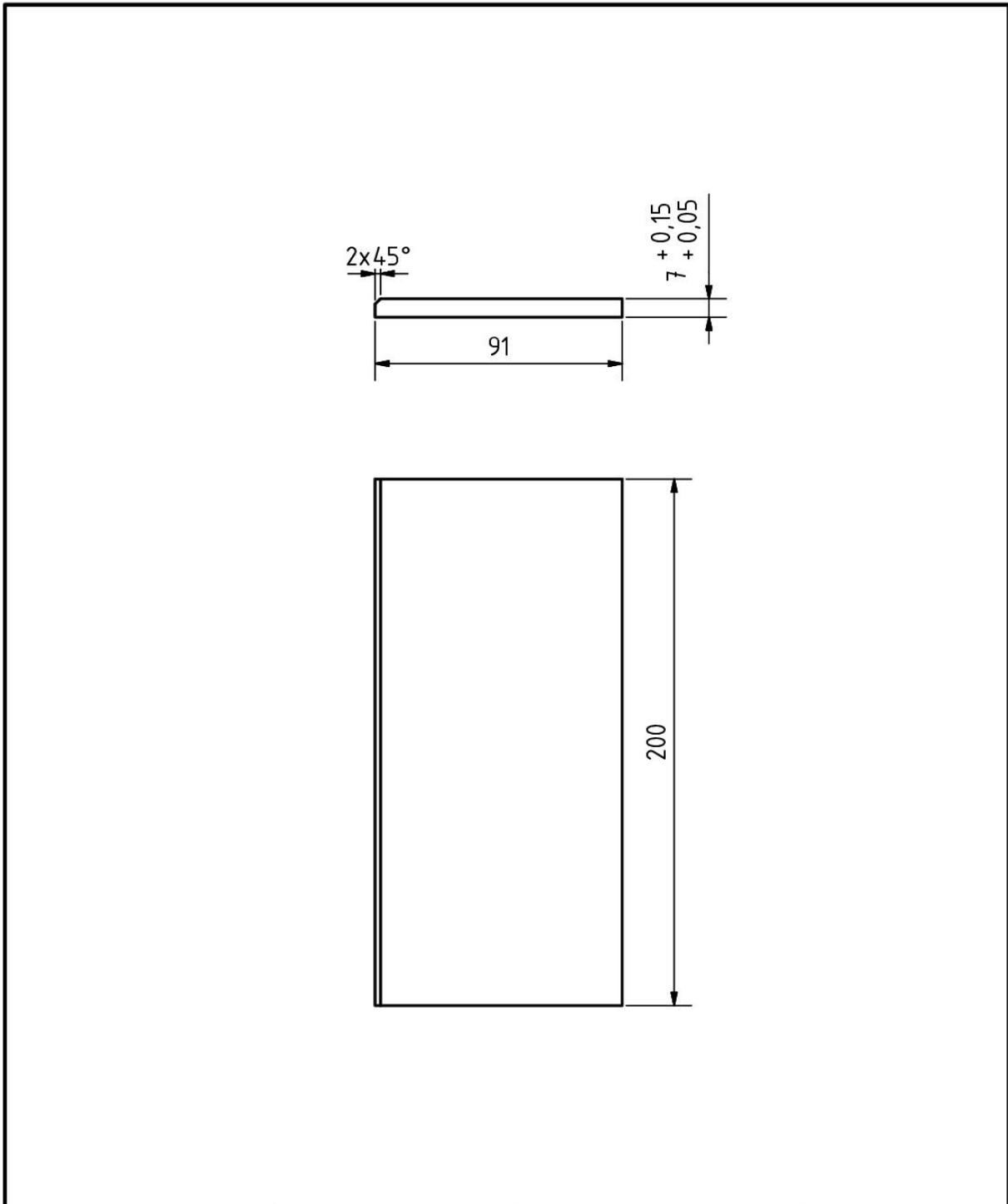


9.2.7 Plasmaplatte Fertigungszeichnung Beschichtung



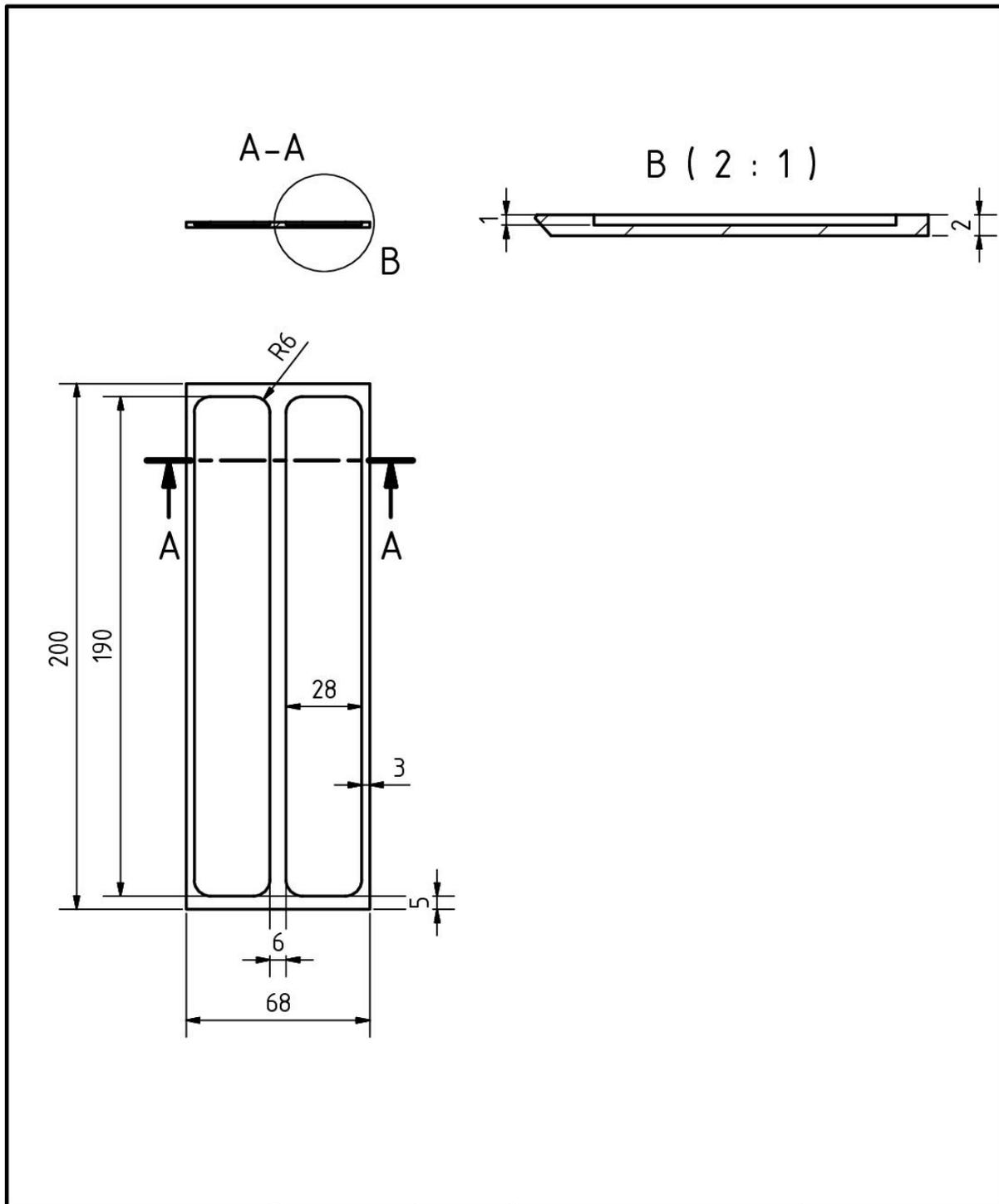
	Datum: 31.05.2017 Gezeichnet: [Name] Geprüft: [Name] Notiert: [Name] Unters.: [Name]	Werkstoff: EN AW-7075 Maßstab: 1:2
	Benennung: Plasmaplatte Teilenummer: 2	Stückzahl: 1 A3
Status: <input type="checkbox"/> Abgegeben Datum: <input type="checkbox"/> Name: <input type="checkbox"/>	Projekt: ESP	Stückzahl: 1

9.2.8 Fertigungszeichnung Block unten



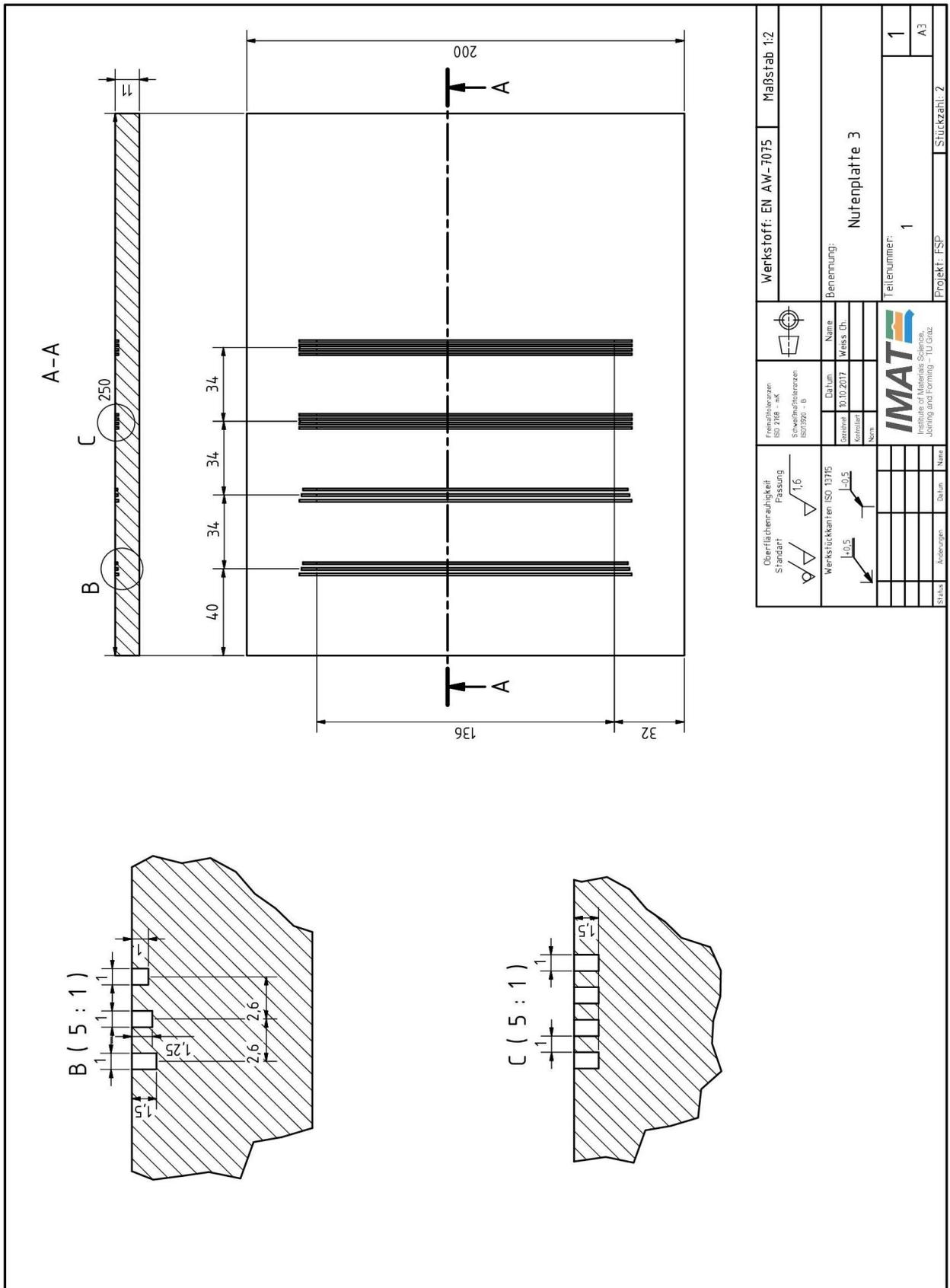
Oberflächenrauigkeit Standard Passung  1,6		Freimaßtoleranzen ISO 2768 - mH  Schweißmaßtoleranzen ISO13920 - B		Werkstoff: EN AW-7075	Maßstab 1:2	
Werkstückkanten ISO 13715 		Datum Gezeichnet 05.07.2017 Kontrolliert Name	Name Christopher	Benennung: Block unten		
					Teilenummer: 3	1 A4
Status	Änderungen	Datum	Name	Projekt: FSP	Stückzahl: 2	

9.2.9 Fertigungszeichnung Abdeckplatte oben



Oberflächenrauigkeit Standard $1,6$ Passung $1,6$		Freimaßtoleranzen ISO 2768 - mH  Schweißmaßtoleranzen ISO 13920 - B		Werkstoff: EN AW-7075 Maßstab 1:2
Werkstückkanten ISO 13715 		Datum: 09.10.2017 Name: Christopher	Benennung: Abdeckung oben	
Status: Änderungen: Datum: Name:				Teilenummer: 4
		Projekt: FSP		Stückzahl: 2
				1 A4

9.2.10 Fertigungszeichnung Nutenplatte 3



Werkstoff: EN AW-7075		Maßstab 1:2	
Freischnitten: ISO 718 - mk Schnitttoleranzen: ISO 1370 - B		Name: Datum: 10.10.2017 Zeichner: Name: Datum:	
Oberflächenrauhigkeit: Standard: 1,6 Werkstückkanten ISO 13715: L0,5		Benennung: Nutenplatte 3	
Status: Änderungen: Datum: Name:		Teilenummer: 1	
IMAT Institut für Metall-Struktur- Joining and Forming - TU Graz		Stückzahl: 2	

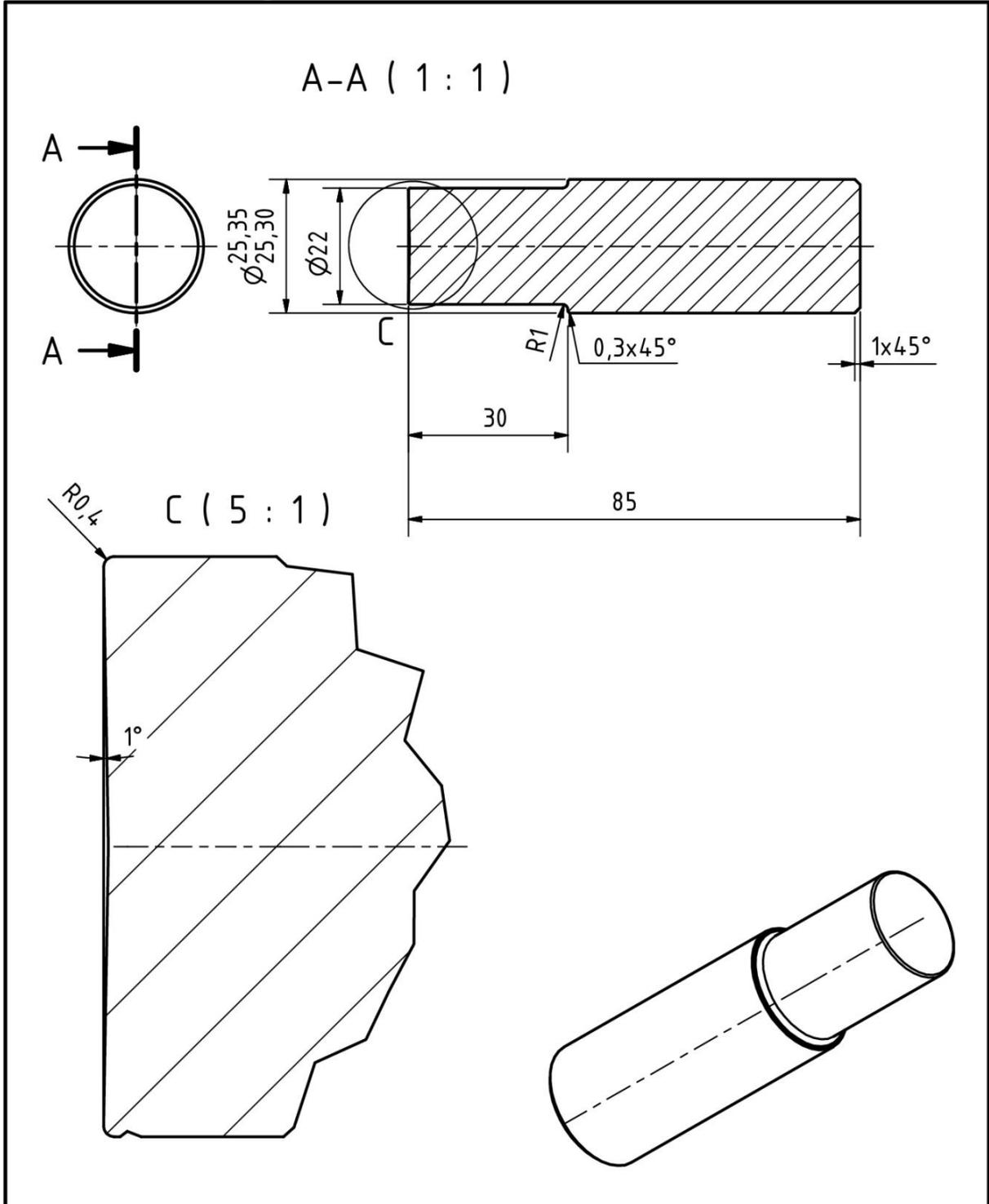
### 9.3 Werkzeuge

#### 9.3.1 Zusammenstellung und Stückliste

8	FSP_Schulter_W3.1	1	Wolframkarbid	Ø20x70			
7	FSP_Schulter_W3.2	1	Wolframkarbid	Ø20x70			
6	Gewindestift M12x30	2				ISO 4026-M12x30	
5	Gewindestift M10x10	2				ISO 4026-M10x10	
4	FSP_Pin_D22_B12_T2,2	3	1.2343 (W300)	Ø12x40			
3	FSP_Pin_D22_B12_T1,2	12	1.2343 (W300)	Ø12x40			
2	FSP_Schulter D22_B12	2	1.2343 (W300)	Ø30x90			
1	FSP_Schulter_D22	2	1.2343 (W300)	Ø30x90			
Pos.	Benennung	Stk.	Werkstoff	Maße	Hersteller/ Lieferant	Artikelnummer	Bemerkung
			Datum	Name	Benennung:		
		Gezeichnet	14.07.2017	Weiss Ch.	<b>Stückliste V1-V6</b>		
		Kontrolliert					
		Norm					
		 Institute of Materials Science, Joining and Forming – TU Graz		Teilenummer:		2/2	
						A4	
Status	Änderungen			Datum	Name	Projekt: FSP Werkzeug	

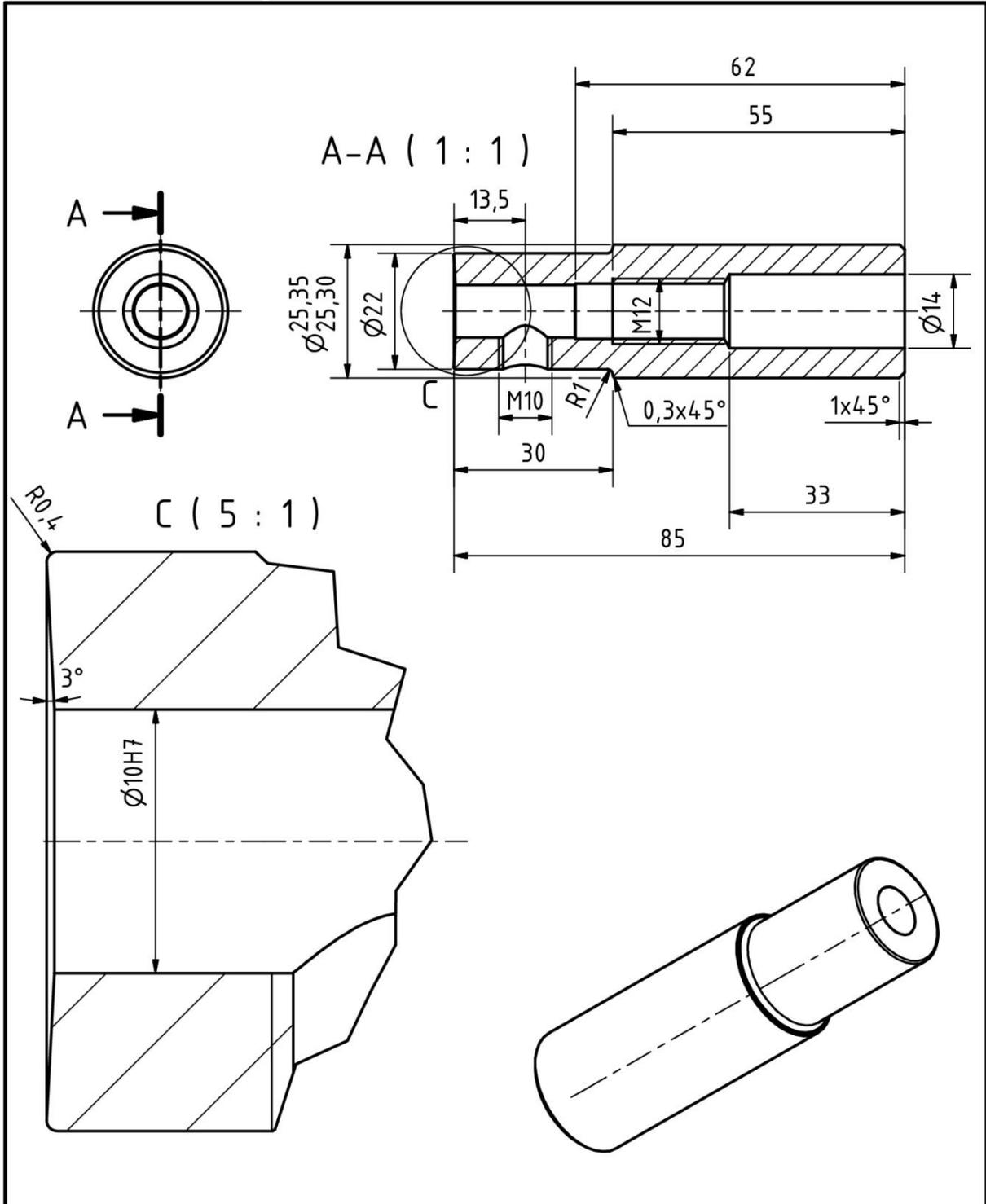


9.3.2 FSP\_Werkzeug\_1\_FSP\_Schulter\_D22



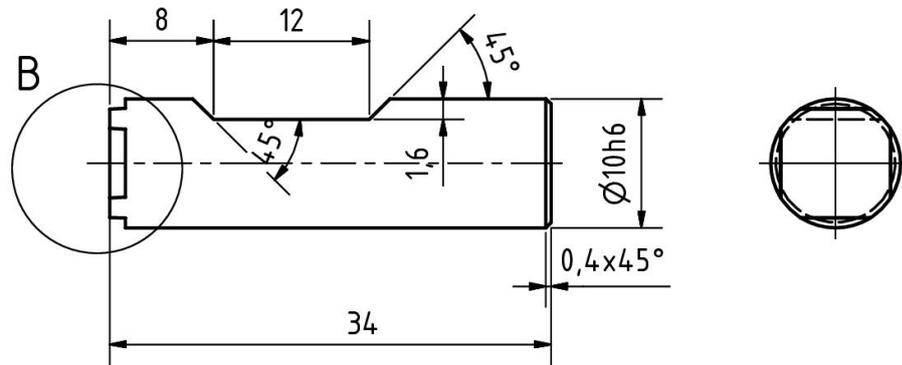
Oberflächenrauigkeit Standard Passung  1,6		Freimaßtoleranzen ISO 2768 - mH Schweißmaßtoleranzen ISO 13920 - B		Werkstoff: 1.2343 (Böhler W300)	Maßstab 1:1
Werkstückkanten ISO 13715 +0,5  -0,5		Datum Gezeichnet 14.07.2017 Weiss Ch. Kontrolliert Norm	Name Weiss Ch.	Behandlung: Durchhärten 53-55 HRC	
Status Änderungen Datum Name		Institute of Materials Science, Joining and Forming - TU Graz		Benennung: FSP_Schulter_D22	
				Teilenummer: 1	1 A4
				Projekt: FSP Werkzeug	Stückzahl: 2

9.3.3 FSP\_Werkzeug\_2\_FSP\_Schulter\_D22\_B12

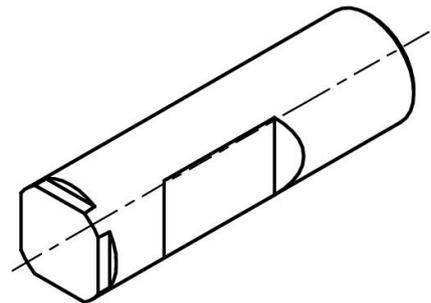
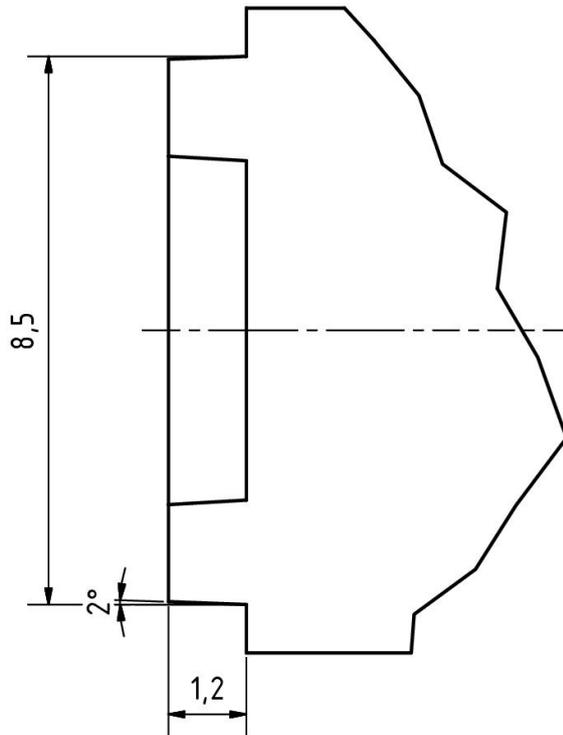


Oberflächenrauigkeit Standard $\sqrt{1,6}$ Passung		Freimaßtoleranzen ISO 2768 - mH Schweißmaßtoleranzen ISO 13920 - B		Werkstoff: 1.2343 (Böhler W300)		Maßstab 1:1	
Werkstückkanten ISO 13715 $+0,5$ $-0,5$		Datum Gezeichnet 14.07.2017 Weiss Ch. Kontrolliert Norm		Benennung: FSP_Schulter_D22_B12			
Status		Änderungen		Datum		Name	
IMAT Institute of Materials Science, Joining and Forming - TU Graz				Teilenummer: 2		1 A4	
Projekt: FSP_Werkzeug				Stückzahl: 2			

9.3.4 FSP\_Werkzeug\_3\_FSP\_Pin\_D22\_B12\_T1,2

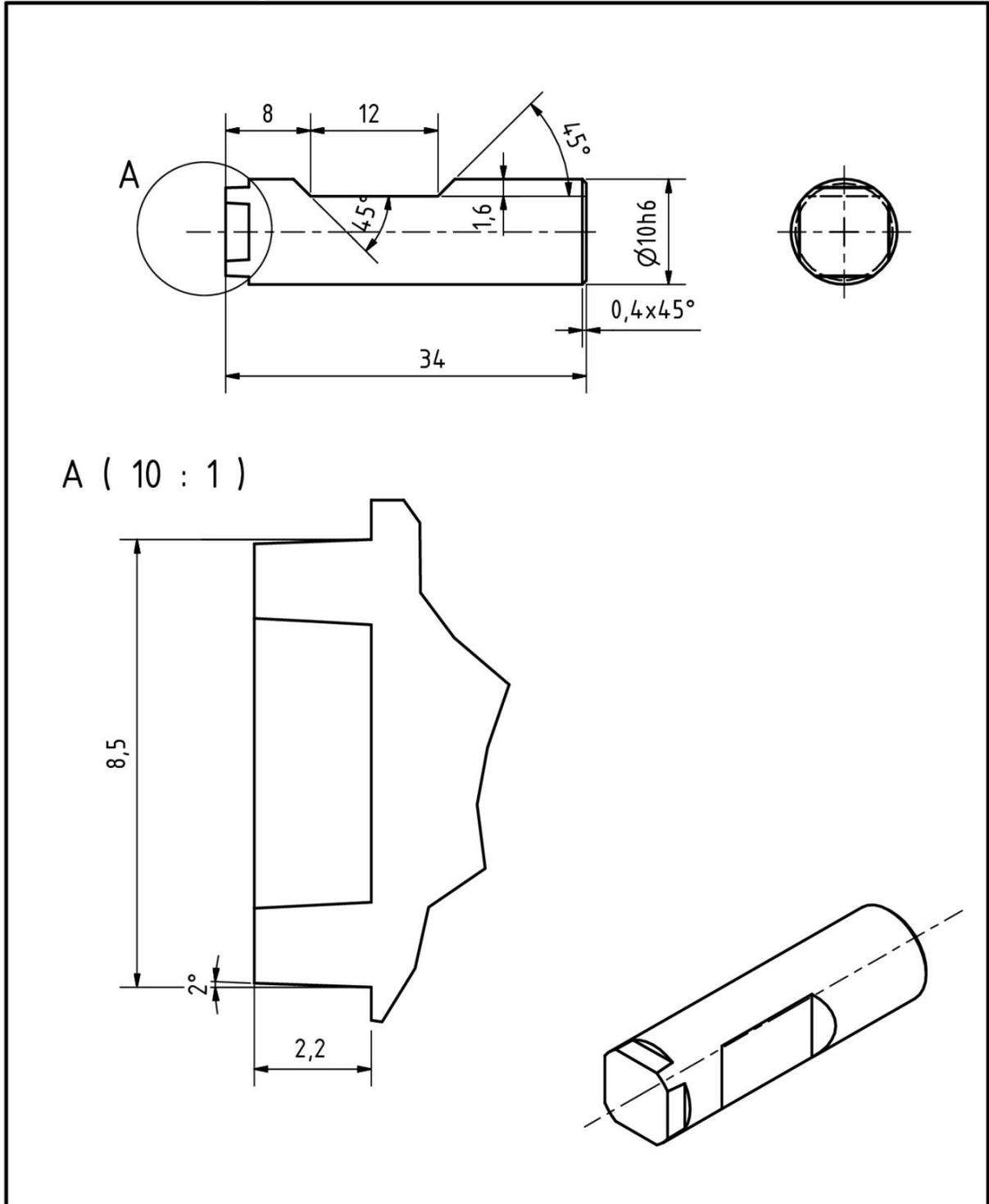


B ( 10 : 1 )



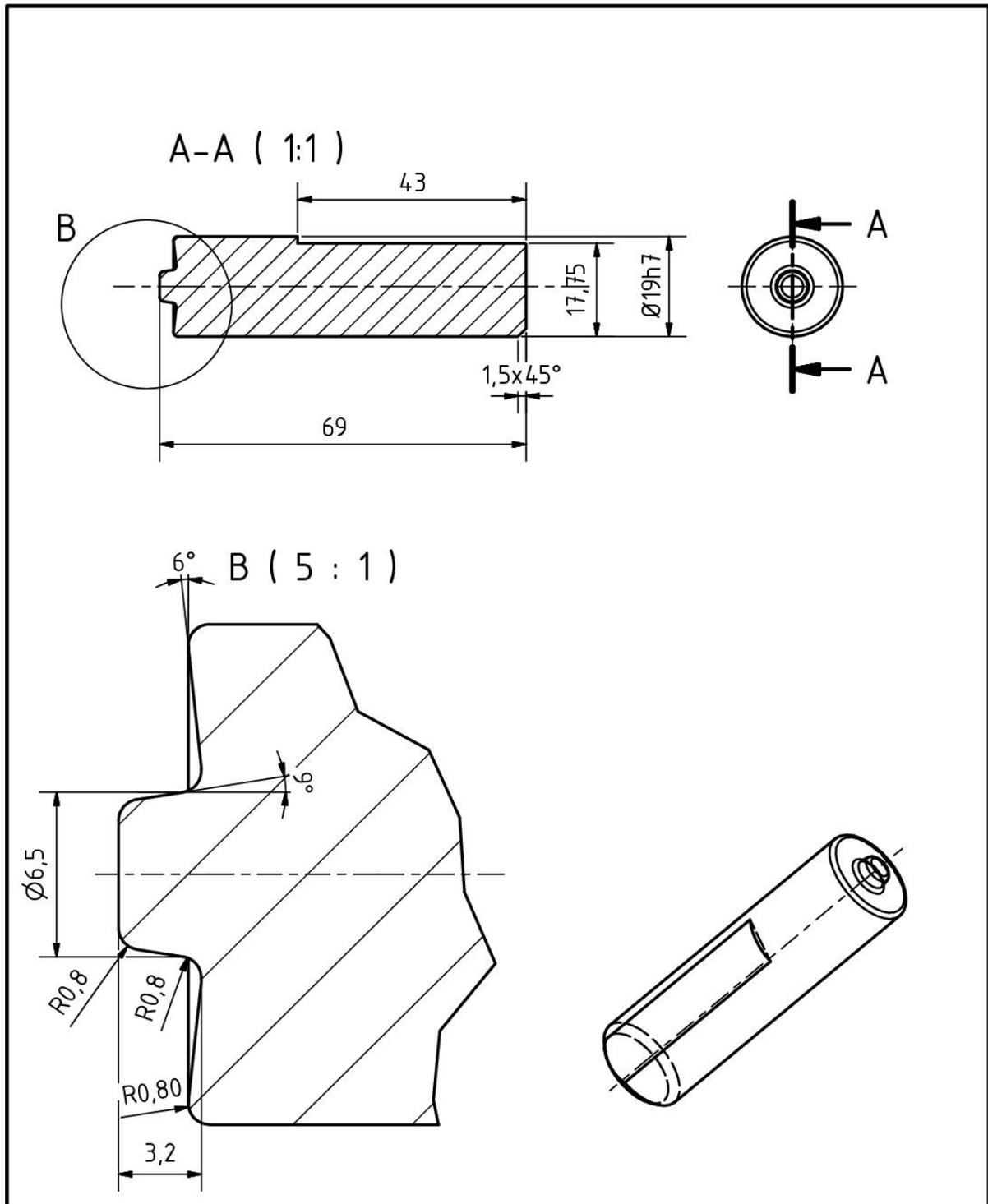
Oberflächenrauigkeit Standard $1,6$ Passung		Freimaßtoleranzen ISO 2768 - mH Schweißmaßtoleranzen ISO 13920 - B		Werkstoff: 1.2343 (Böhler W300)    Maßstab 2:1
Werkstückkanten ISO 13715 $+0,5$ $-0,5$		Gezeichnet: 22.06.2017    Name: Weiss Ch. Kontrolliert: Norm:	Datum: Name:	Behandlung: Durchhärten 53-55 HRC Benennung: FSP_Pin_D22_B12_T1,2
Status    Änderungen    Datum    Name		Institute of Materials Science, Joining and Forming - TU Graz		Teilenummer: 3
Projekt: FSP Werkzeug    Stückzahl: 12				1 A4

9.3.5 FSP\_Werkzeug\_4\_FSP\_Pin\_D22\_B12\_T2,2



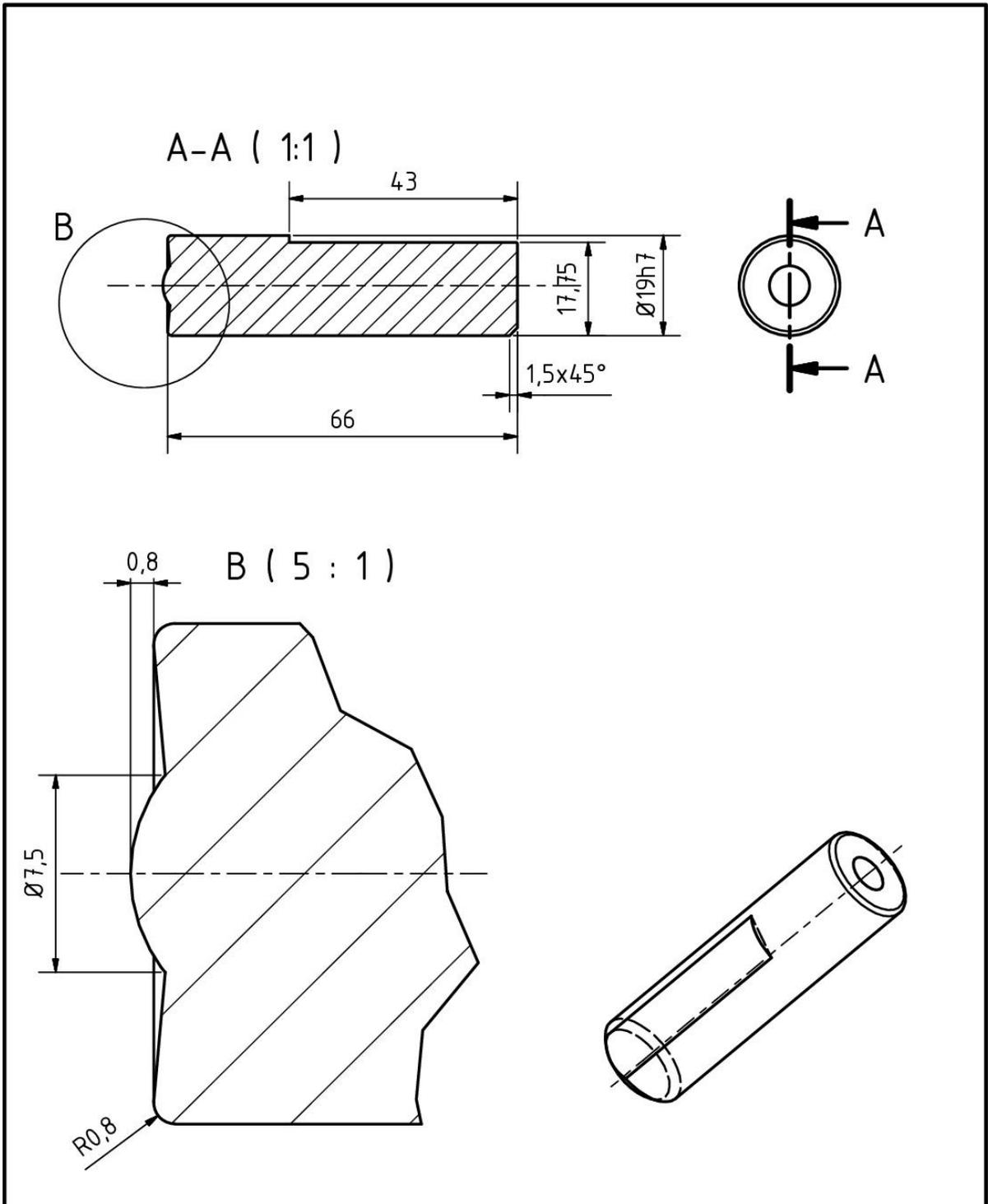
Oberflächenrauigkeit Standard $1,6$ Passung $1,6$		Freimaßtoleranzen ISO 2768 - mH Schweißmaßtoleranzen ISO13920 - B		Werkstoff: 1.2343 (Böhler W300)   Maßstab 2:1
Werkstückkanten ISO 13715 $+0,5$ $-0,5$		Datum Gezeichnet: 22.06.2017 Kontrolliert: Norm:	Name Weiss Ch.	Behandlung: Durchhärten 53-55 HRC Benennung: FSP_Pin_D22_B12_T2,2
Status   Änderungen   Datum   Name		Institute of Materials Science, Joining and Forming - TU Graz		Teilenummer: 4   1 A4
Projekt: FSP Werkzeug			Stückzahl: 3	

9.3.6 FSP\_Werkzeug\_W3.2



Oberflächenrauigkeit Standart 		Freimaßtoleranzen ISO 2768 - mH Schweißmaßtoleranzen ISO13920 - B		Werkstoff: Wolframkarbid Maßstab 1:1	
Werkstückkanten ISO 13715 		Datum Name Gezeichnet: 13.07.2017 Weiss Ch. Kontrolliert: Norm:		Benennung: FSP_Schulter_W3.2	
				Teilenummer: 7	
Status Änderungen Datum Name				1 A4	
				Projekt: FSP Werkzeug Stückzahl: 2	

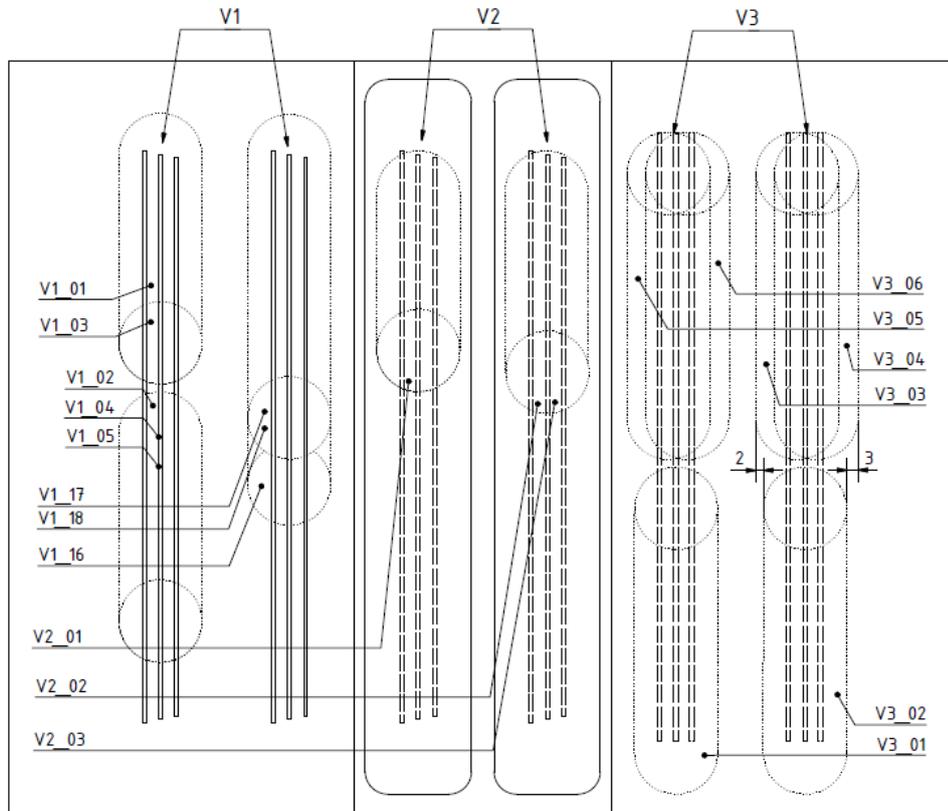
9.3.7 FSP\_Werkzeug\_W3.1



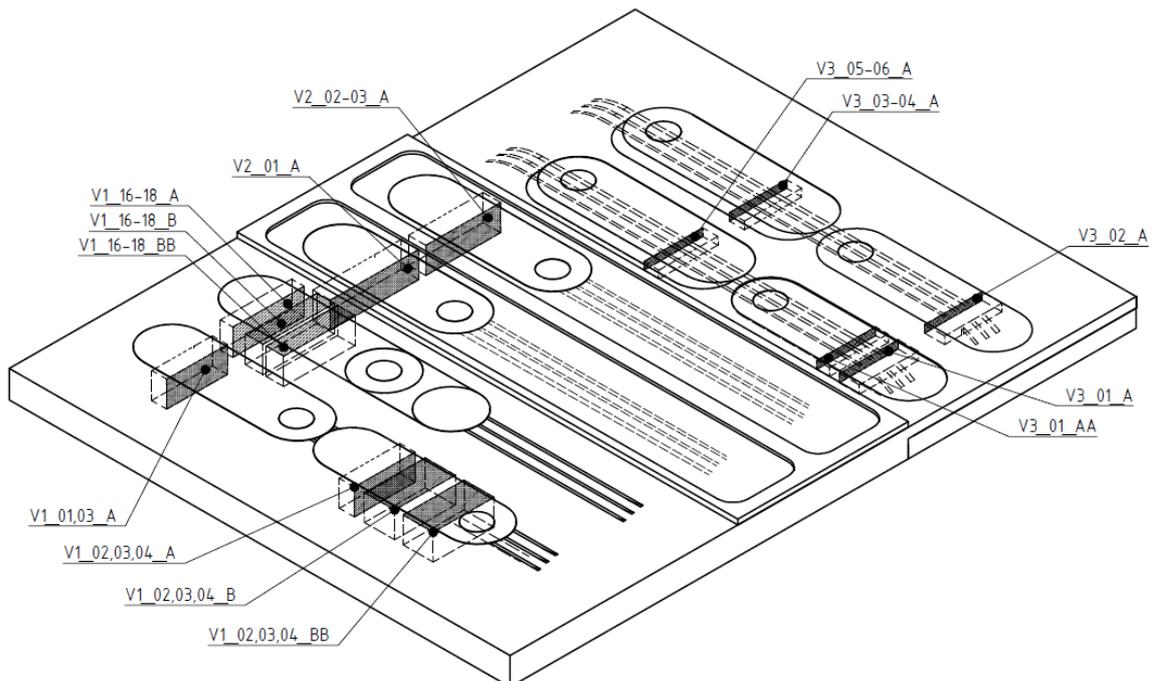
Oberflächenrauigkeit Standard Passung  1,6		Freimaßtoleranzen ISO 2768 - mH Schweißmaßtoleranzen ISO13920 - B		Werkstoff: Wolframkarbid Maßstab 1:1
Werkstückkanten ISO 13715 +0,5  -0,5		Datum Gezeichnet 13.07.2017 Weiss Ch. Kontrolliert Norm	Benennung: FSP_Schulter_W3.1	
Status Änderungen Datum Name		IMAT Institute of Materials Science, Joining and Forming - TU Graz		Teilenummer: 8 1 A4
Projekt: FSP Werkzeug			Stückzahl: 2	

## 9.4 Versuchsanordnung und Probenlokalisierung

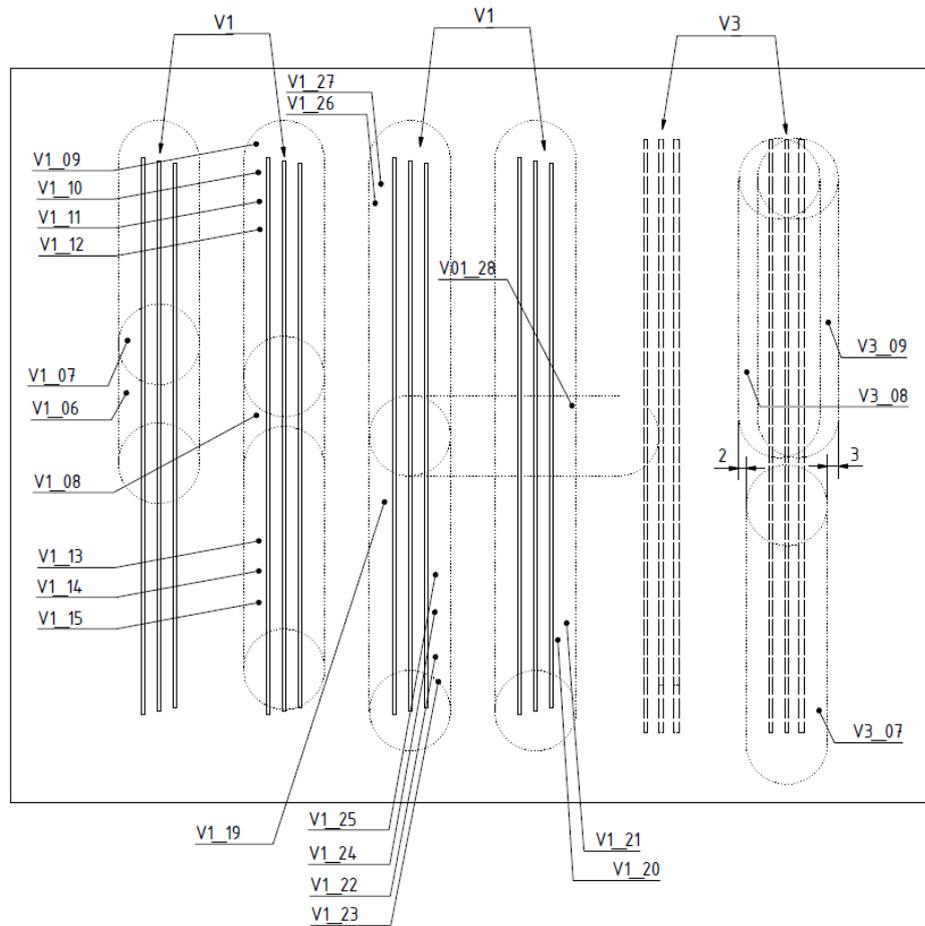
### 9.4.1 Versuchsanordnung Nutenplatte 1



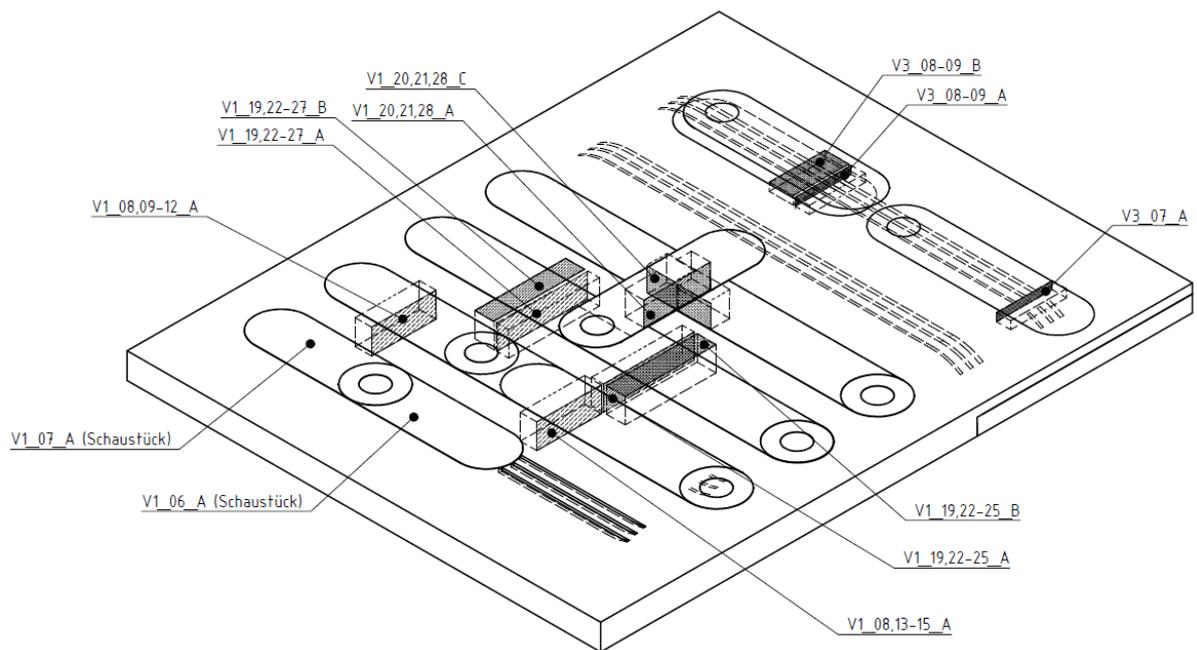
### 9.4.2 Probenlokalisierung Nutenplatte 1



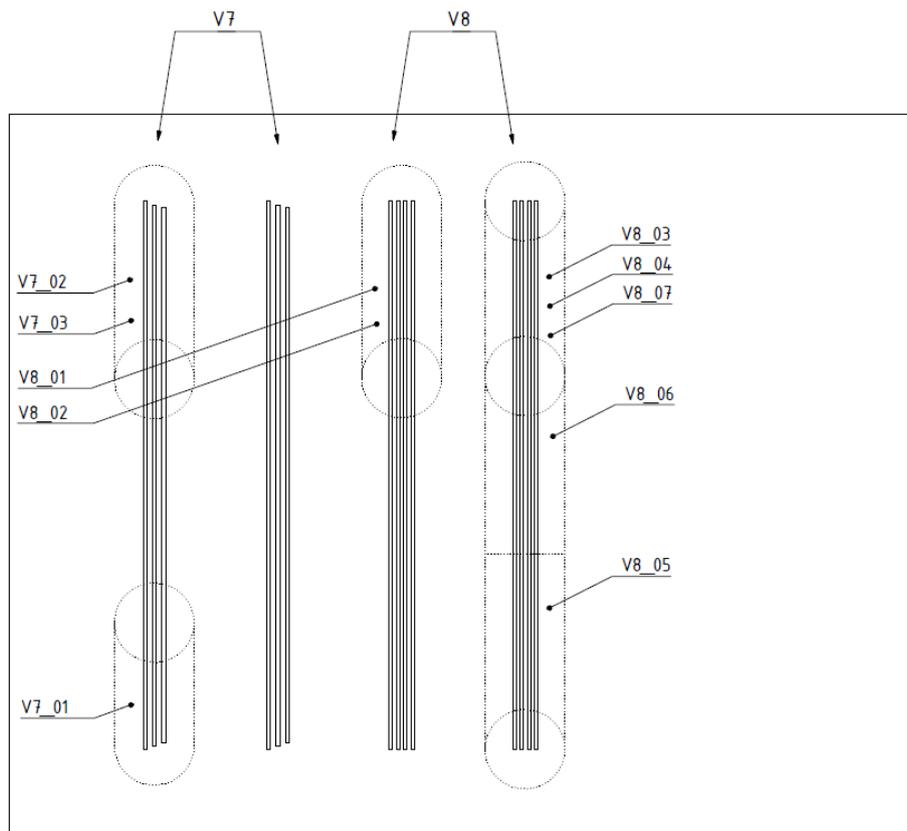
### 9.4.1 Versuchsanordnung Nutzenplatte 2



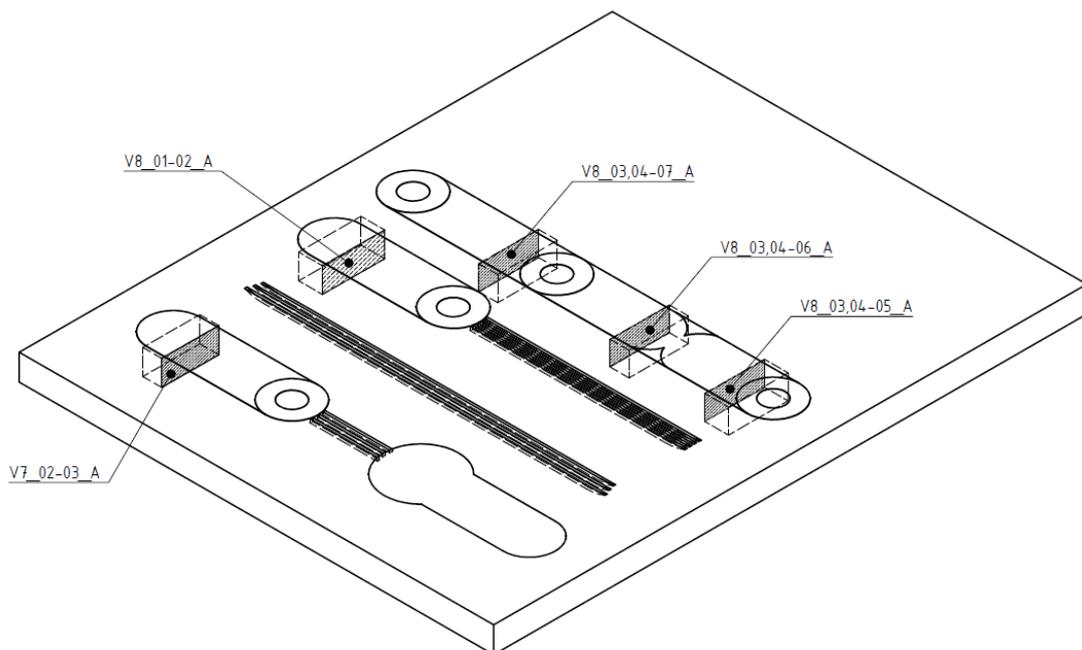
### 9.4.2 Probenlokalisierung Nutzenplatte 2



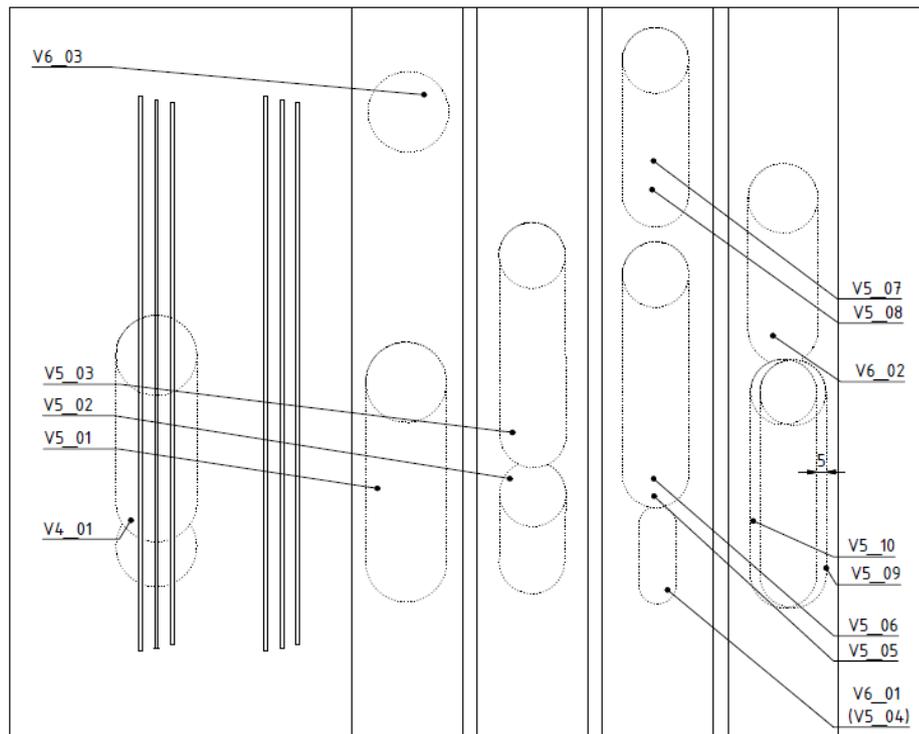
### 9.4.3 Versuchsanordnung Nutzenplatte 3



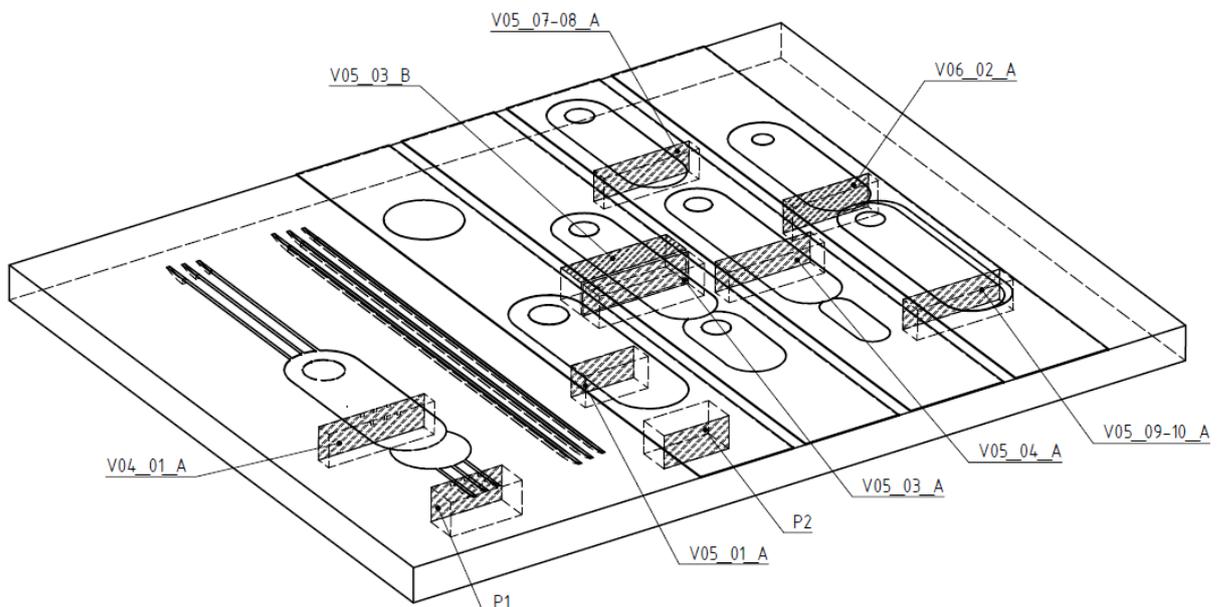
### 9.4.4 Probenlokalisierung Nutzenplatte 3



### 9.4.5 Versuchsanordnung Plasmaplatte 1



### 9.4.6 Probenlokalisierung Plasmaplatte 1



## 9.5 Versuchsparmeter

Einbringungs-Variante	Beschreibung	Pulver-einbringung	Partikel-größe [nm]	Platte	FSP-Nummer	n [u/min]	v [mm/min]	Schweiß-Winkel [°]	Kraft [kN]	Wiederhol-vorgänge	Werkzeug	Dreh-richtung	Bemerkung
Test		keine		Grundplatte	1	800	100	1,5	35	1	W2.2	CW	Error (maximale Kraft beim eindringen erreicht)
					2	800	100	1,5	35	1	W2.2	CW	Error (maximale Kraft nach 25mm erreicht)
					3	800	100	1,5	27	1	W2.2	CW	
					4	800	100	1,5	25	1	W2.2	CW	
					5	800	100	1,5	-	1	W2.2	CW	
					6	800	100	1,5	18-21	1	W2.2	CW	
					7	800	100	1,5	18-16	1	W2.2	CW	
					8	800	50	1,5	16-17	1	W2.1	CW	

Einbringungs-Variante	Beschreibung	Pulver-einbringung	Partikel-größe [nm]	Platte	FSP-Nummer	n [u/min]	v [mm/min]	Schweiß-Winkel [°]	Kraft [kN]	Wiederhol-vorgänge	Werkzeug	Dreh-richtung	Bemerkung
V1	Schließen mit FSP (3 Nuten)	Pulverförmig	20-30	Nutenplatte 1	1	800	50	1,5	4	1	W1.0	CW	Schließen der Nut (V1_03)
					2	800	50	1,5	4	1	W1.0	CW	Schließen der Nut (V1_04,05)
					3	800	50	1,5	16-18	1	W2.1	CW	Verrühren
					4	800	50	1,5	17	2x nicht versetzt	W2.1	CW	Verrühren
					5	800	50	1,5	16			CW	Verrühren (Wiederholvorgang)
					6	800	50	1,5	5	1	W1.0	CW	Schließen der Nut (V1_07) (Schaustück)
					7	800	50	1,5	16	1	W2.1	CW	Verrühren (Schaustück)
					8	800	50	1,5	5	1	W1.0	CW	Schließen der Nut (V1_09-12 u. V1_13-15)
					9	800	50	1,5	16			CW	Verrühren
				10	800	50	1,5	14-16	4x nicht versetzt	W2.1	CW	Verrühren (Wiederholvorgang)	
				11	800	50	1,5	11-13			CW	Verrühren (Wiederholvorgang)	
				12	800	50	1,5	11			CW	Verrühren (Wiederholvorgang)	
				13	800	50	1,5	14-16	3x nicht versetzt	W2.1	CW	Verrühren	
				14	800	50	1,5	11			CW	Verrühren (Wiederholvorgang)	
				15	800	50	1,5	11			CW	Verrühren (Wiederholvorgang)	
				16	800	50	1,5	4-5	1	W1.0	CW	Schließen der Nut (V1_17,18)	
				17	800	50	1,5	12-14	2x nicht versetzt	W2.1	CW	Verrühren (ident mit V1_05,06)	
				18	800	50	1,5	11			CW	Verrühren (Wiederholvorgang, ident mit V1_05,06)	

# Anhang

Einbringungs Variante	Beschreibung	Pulver-einbringung	Partikel-größe [nm]	Platte	FSP-Nummer	n [u/min]	v [mm/min]	Schweiß-Winkel [°]	Kraft [kN]	Wiederhol-vorgänge	Werkzeug	Dreh-richtung	Bemerkung			
V1	Schließen mit FSP (3 Nuten)	Pulverförmig	20-30	Nutenplatte 2	19	800	50	1,5	4-5	1	W1.0	CW	Schließen der Nut (22-25-27)			
					20	800	50	1,5	4-6	2	W1.1	CW	Schließen der Nut (V1_21)			
					21	800	50	1,5	12-14	kreuzweise	W2.1	CW	Verrühren (kreuzweise)			
					28	800	50	1,5	12-14							
					22											Verrühren (Wiederholvorgang)
					23	800	50	1,5	11-8	4x nicht versetzt	W2.1	CW	Verrühren (Wiederholvorgang)			
					24	800	50	1,5	9							
					25					9						Verrühren (Wiederholvorgang)
					26	800	50	1,5	9	6x nicht versetzt	W2.1	CW	Verrühren (Wiederholvorgang)			
27	800	50	1,5	9												

Einbringungs Variante	Beschreibung	Pulver-einbringung	Partikel-größe [nm]	Platte	FSP-Nummer	n [u/min]	v [mm/min]	Schweiß-Winkel [°]	Kraft [kN]	Wiederhol-vorgänge	Werkzeug	Dreh-richtung	Bemerkung
V2	Schließen mit Abdeck-platte	Pulverförmig	20-30	Nuten-platte 1	1	800	50	1,5	21	1	W2.2	CW	Verrühren
					2	800	50	1,5	17-18	2x nicht versetzt	W2.2	CW	Verrühren
					3				17-19		W2.2	CW	Verrühren (Wiederholvorgang)

Einbringungs Variante	Beschreibung	Pulver-einbringung	Partikel-größe [nm]	Platte	FSP-Nummer	n [u/min]	v [mm/min]	Schweiß-Winkel [°]	Kraft [kN]	Wiederhol-vorgänge	Werkzeug	Dreh-richtung	Bemerkung
V3	Nuten von Unterseite	Pulverförmig	20-30	Nutenplatte 1	1	800	100	1,5	25	1	W2.1	CW	
					2	800	100	1,5	25	1	W2.2	CW	
					3	800	100	1,5	23	2x versetzt um 2 bzw 5mm	W2.2	CW	
					4	800	100	1,5	23				
				5	800	100	1,5	23	2x versetzt um 2 bzw 5mm	W2.1	CW		
				6	800	100	1,5	23					
				7	800	50	1,5	16-14	1	W2.2	CW		
				8	800	50	1,5	15	2x versetzt um 2 bzw 5mm	W2.2	CW		
				9	800	50	1,5	15					

# Anhang

Einbringungs Variante	Beschreibung	Pulver-einbringung	Partikelgröße [nm]	Platte	FSP-Nummer	n [u/min]	v [mm/min]	Schweiß-Winkel [°]	Kraft [kN]	Wiederholvorgänge	Werkzeug	Drehrichtung	Bemerkung
V4	Nutenbeschichtung	Plasma	29 000	Plasma-platte 2	1	800	50	1,5	14-16	1	W2.1	CW	

Einbringungs Variante	Beschreibung	Pulver-einbringung	Partikelgröße [nm]	Platte	FSP-Nummer	n [u/min]	v [mm/min]	Schweiß-Winkel [°]	Kraft [kN]	Wiederholvorgänge	Werkzeug	Drehrichtung	Bemerkung
V5	Oberflächenbeschichtung, FSP mit Pin	Plasma	29 000	Plasma-platte 2	1	800	50	1,5	15	1	W2.1	CW	Werkzeug defekt
					2	800	50	1,5	35	1	W3.2	CW	Maximale Kraft erreicht
					3	800	50	1,5	15-13	1	W3.2	CW	
					4						W3.2		Werkzeug geschmolzen siehe V6_01
					5				13	2x nicht versetzt	W3.2	CW	
					6				15-13		W3.2	CCW	
					7				13	2x nicht versetzt	W3.2	CW	
					8				11		W3.2	CCW	
					9				13	2x versetzt um 5mm	W3.2	CW	
					10				11		W3.2	CW	

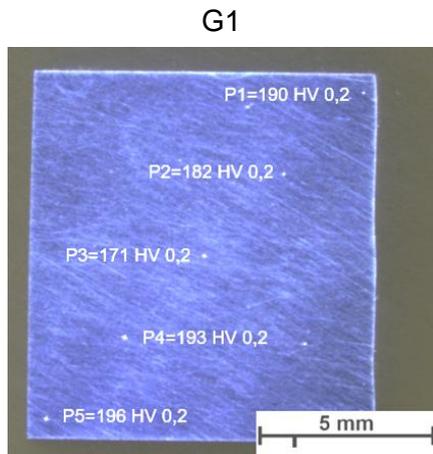
Einbringungs Variante	Beschreibung	Pulver-einbringung	Partikelgröße [nm]	Platte	FSP-Nummer	n [u/min]	v [mm/min]	Schweiß-Winkel [°]	Kraft [kN]	Wiederholvorgänge	Werkzeug	Drehrichtung	Bemerkung
V6	Oberflächenbeschichtung, FSP ohne Pin	Plasma	29 000	Plasma-platte 2	1	800	50	1,5	13	1	W1.0	CW	Werkzeug geschmolzen (V05_04)
					2	800	50	1,5	11	1	W3.1	CW	
					3	800	50	1,5	-	-	W1.0	CW	Temperaturmessung

Einbringungs Variante	Beschreibung	Pulver-einbringung	Partikelgröße [nm]	Platte	FSP-Nummer	n [u/min]	v [mm/min]	Schweiß-Winkel [°]	Kraft [kN]	Wiederholvorgänge	Werkzeug	Drehrichtung	Bemerkung
V7	Schließen mit FSP (enge Nuten)	Pulverförmig	20-30	Nutenplatte 3	1	800	50	1,5	2-3	1	W1.0	CCW	Werkzeug löste sich
					2	800	50	1,5	2-3	1	W1.0	CW	Schließen der Nut
					3	800	50	1,5	14-16	1	W2.1	CW	Verrühren der Nut

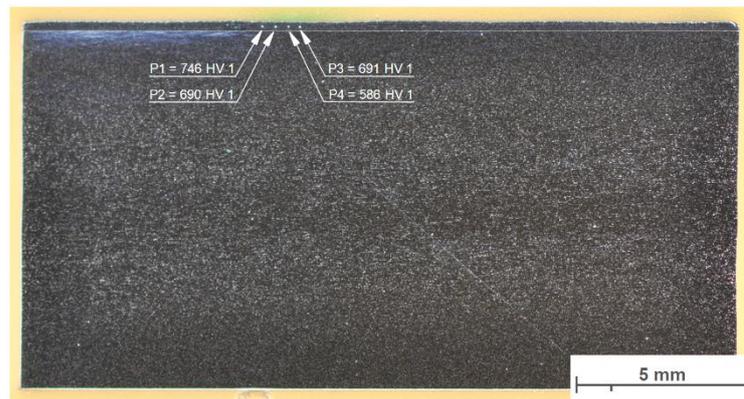
Einbringungs- Variante	Beschreibung	Pulver- einbringung	Partikel- größe [nm]	Platte	FSP- Nummer	n [u/min]	v [mm/min]	Schweiß- Winkel [°]	Kraft [kN]	Wiederhol- vorgänge	Werkzeug	Dreh- richtung	Bemerkung
V8	Schließen mit FSP (4 Nuten)	Pulver-förmig	20-30	Nuten-platte 3	1	800	50	1,5	5	1	W1.0	CW	Schließen der Nut (V8_02)
					2	800	50	1,5	16	1	W2.1	CW	Verrühren der Nut
					3	800	50	1,5	5	1	W1.0	CW	Schließen der Nute (V8_04-V8_08)
					4	800	50	1,5	16	2	W2.1	CW	Verrühren
					5	800	50	1,5	11-13	2	W2.1	CW	Verrühren (Wiederholvorgang), V/R gleich
					6	800	50	1,5	13	2	W2.1	CCW	Verrühren (Wiederholvorgang), V/R geändert
					7	800	50	1,5	12	2	W2.1	CW	Verrühren (Wiederholvorgang), V/R geändert

## 9.6 Härteprüfung

### 9.6.1 Härteprüfung Grundwerkstoff

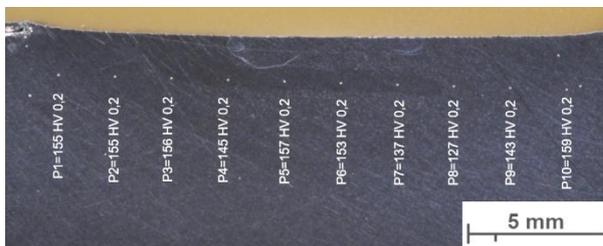


### 9.6.2 Härteprüfung Plasmabeschichtung

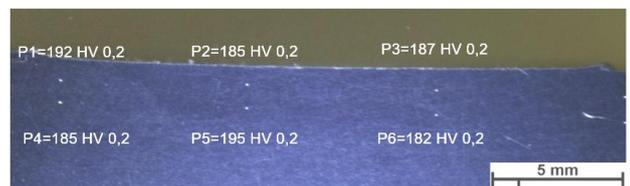


### 9.6.3 Härteprüfung T6

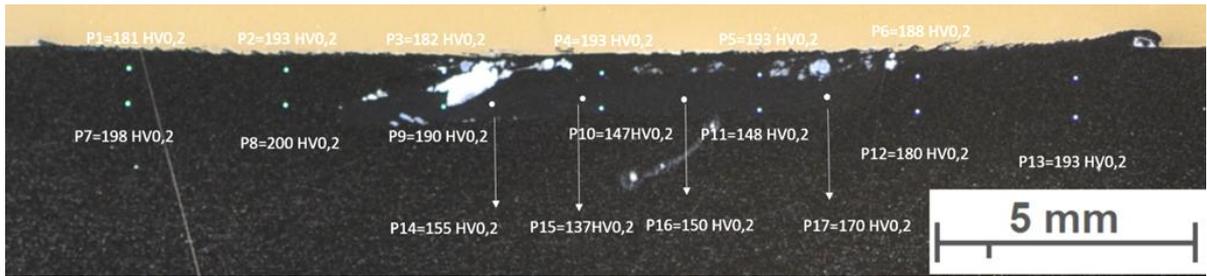
Nach Verrühren



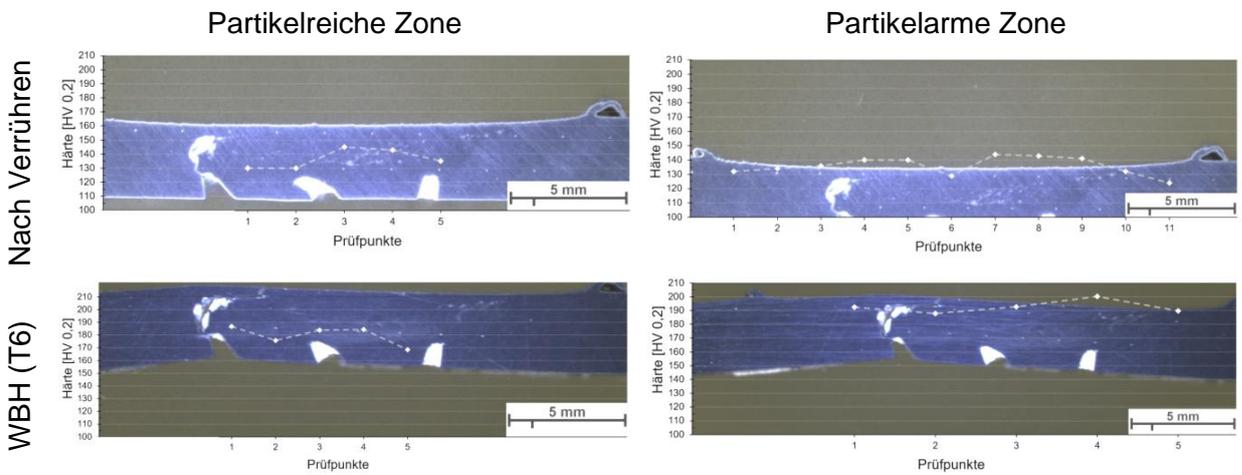
Nach Wärmebehandlung



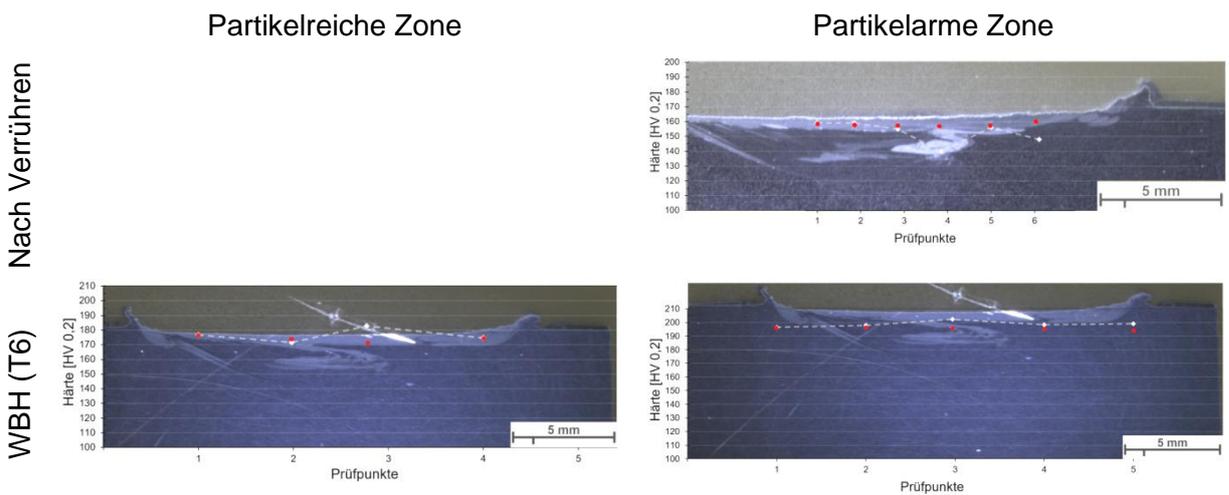
### 9.6.4 Härteprüfung V1\_1,3\_A nach Wärmebehandlung



### 9.6.5 Härteprüfung V3\_7\_A



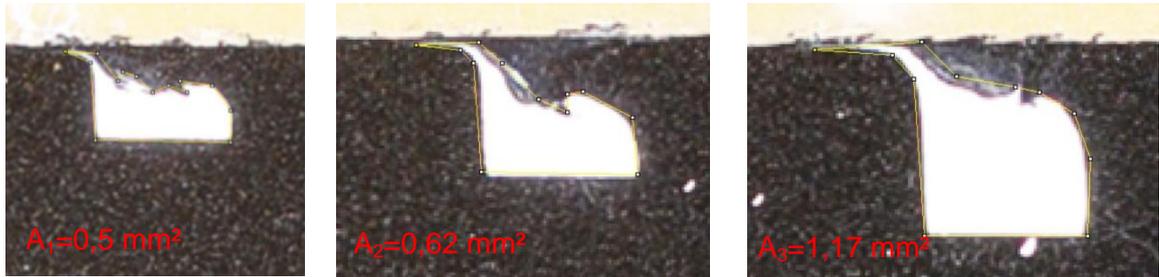
### 9.6.6 Härteprüfung V5\_5-6\_A



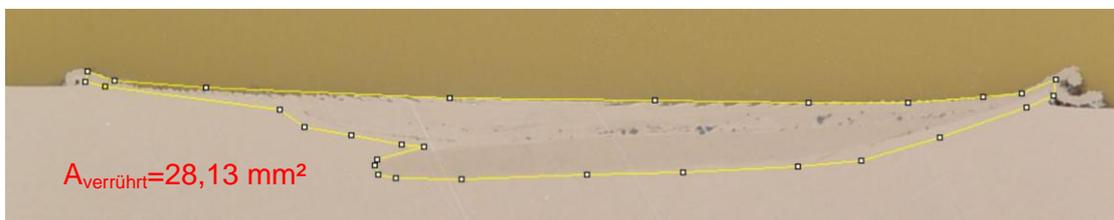
## 9.7 Konzentrationsberechnung

### 9.7.1 Flächenmessung

Fläche der befüllten Nuten



Fläche des verrührten Bereiches



### 9.7.2 Konzentrationsberechnung

$$A_{\text{Nuten}} = A_1 + A_2 + A_3 = 0,5 + 0,62 + 1,17 = 2,29 \text{ mm}^2$$

$$K_{\text{Titandioxid}} = \frac{A_{\text{Nuten}}}{A_{\text{verrührt}}} * 100 = \frac{2,29}{28,13} * 100 = 8,14 \%$$