

**In-situ Untersuchung
des Reibrührschweißprozesses
mittels hochenergetischer
Synchrotronstrahlung**

Dissertation
zur Erlangung des Doktorgrades
des Department Physik
der Universität Hamburg

vorgelegt von
Torben Fischer
aus Hamburg

Hamburg
2014

Gutachter der Dissertation:

Prof. Dr. A. Schreyer

Prof. Dr. A. Stierle

Gutachter der Disputation:

Prof. Dr. A. Schreyer

Prof. Dr. M. Müller

Datum der Disputation:

08.10.2014

Vorsitzender des Prüfungsausschusses:

Prof. Dr. D. Horns

Vorsitzender des Fach-Promotionsausschusses:

Prof. Dr. D. Pfannkuche

Leiter des Fachbereiches Physik:

Prof. Dr. P. Hauschildt

Dekan der MIN-Fakultät:

Prof. Dr. H. Graener

Zusammenfassung

Reibrührschweißen (engl. FSW) hat als modernes Fügeverfahren in den letzten Jahren Einzug in die industrielle Fertigung gehalten. Es gibt bereits vielfältige Anwendungen in der Flugzeug- und Schiffbauindustrie. Wenn metallische Werkstoffe gefügt werden, so beeinflußt der thermo-mechanische Prozeß deren Mikrostruktur und Eigenschaften. Im Bereich der Schweißnaht bildet sich eine Nicht-Gleichgewichtsphase aus, welche sich stark vom Grundwerkstoff unterscheidet. Unter anderem können Bruchlast und Zähigkeit der Materials herabgesetzt werden. Bei der Konstruktion integraler Strukturen wird versucht, diese Veränderung durch Vergrößerung der Bauteildimensionen oder durch komplexe Formen auszugleichen. Dies hat allerdings negative Folgen für Produktivität, Materialverbrauch und Preis der integralen Bauteile. Die Erkenntnisse über die Kinetik dieser Nicht-Gleichgewichtsphasen mußten bisher aus geschweißten Proben im Nachhinein (post-mortem) extrapoliert werden. Mit dem in-situ Experiment sind auch die Übergangsphasen während des Prozesses zugänglich und man erhält den direkten Blick auf deren Kinetik. Hierfür wurde am Helmholtz-Zentrum Geesthacht die portable Reibrührschweißanlage *FlexiStir* entwickelt und gebaut. Es ist so erstmals möglich, die Kinetik härtender Ausscheidungen im Werkstoff AA7449 während des Reibrührschweißens zu untersuchen. Mit Hilfe der Kleinwinkelstreuung können Volumenbruchteil und Radius dieser Partikel quantitativ für verschiedene Zonen der Schweißnaht bestimmt werden. Diese Daten sind eine wertvolle Stützstelle für das Prozeßmodell, welches das Reibrührschweißen beschreibt. Aufgrund der Streuergebnisse muß das Modell um die Ausscheidungen ergänzt werden, welche sich entlang der Korngrenzen während der Abkühlphase bilden. Zusätzliche wurden Eigenspannungsmessungen mittels Neutronenstreuung an reibrührgeschweißten Komponenten durchgeführt. Neutronen sind insbesondere zur Untersuchung großer Bauteile sehr gut geeignet. Die Ergebnisse können das Modell für das Ermüdungsverhalten geschweißter Bauteile validieren.

Abstract

Friction stir welding (FSW) has in a very short time found a multitude of high-tech applications in the transportation and energy industries. When metallic engineering materials are friction stir welded, thermo-mechanical processes alter the base metal microstructure and properties. The result is the formation of non-equilibrium microstructures in the joint region, which are significantly different from those found in the base material. Such non-equilibrium phases can reduce strength and toughness of the material and are normally compensated by increasing the dimensions or design complexity of integral structures with negative effects on material consumption, performance, and productivity of these structures. The present knowledge on such non-equilibrium metallurgical reactions has been extrapolated from investigations on specimens in 'as welded' (i.e. post mortem) condition. However, the intermediate stages of precipitation or phase transformations in the weld zone during welding can only be registered by in-situ experiments. Therefore, a new transportable FSW system *FlexiStir*, for in-situ measurements was developed and patented by the Helmholtz-Zentrum Geesthacht (HZG). Quantitative results of precipitation and recrystallisation phenomena have been achieved by an in-situ monitoring of a weld of aluminium alloy AA7449. Small-angle X-ray scattering (SAXS) at high photon energies was used to obtain time resolved results on volume fractions and sizes of precipitates at different locations in the weld zone. The results give unique information about the FSW process. The process model describing precipitations phenomena during high-speed FSW has to be optimized according to den scattering results. The precipitation at the grain boundaries must be included into the model. Also the residual stress state of friction stir welds of aluminium can be described by numerical methods. Residual stress measurements by scattering experiments have been carried out, to validate the results of the process model. Neutron scattering is very well suited for the investigation of thick components.

Danksagung

Ich möchte zunächst Prof. Dr. Andreas Schreyer dafür danken, daß er mir die Möglichkeit geben hat, meine Doktorarbeit am Helmholtz-Zentrum Geesthacht zuschreiben.

Ich bedanke mich sehr herzlich bei Peter Staron, der mich in die Thematik der Kleinwinkelstreuung eingeführt und bei Problemen und Diskussionsbedarf immer ein offenes Ohr hat. Ohne Peters unermüdlichen Einsatz und seine wertvolle Unterstützung wäre diese Arbeit nicht entstanden.

Ich danke meinen Bürogenossen dafür, daß sie es mit mir ausgehalten haben. Julia Herzen ist nicht nur eine hilfsbereite Kollegin, sondern auch eine Freundin geworden. Danke dafür, daß Du mich eingeladen hast den nassen Winter zu verlassen und mit Euch nach Mallorca zu reisen. Diese Reise werde ich nie vergessen. René Kirchof ist immer da, wenn Not am Mann ist und packt mit an. Danke für die Hilfe und Deine Ideen bei der Konstruktion und beim Aufbau der Experimente.

Viele der Kollegen von der HZG-Außenstelle am DESY haben zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen. Ich danke Lars Lottermoser und Felix Beckmann für die gemeinsame Zeit. Ich habe von Euch viel über die Arbeit an der Beamline gelernt und im Turnier seid Ihr harte Gegner. Christian Lathe danke ich für die sportliche Ausbildung. Ich danke Malte Blankenburg, Hilmar Burmester, Thomas Dose und Thomas Lippmann für ihre Unterstützung bei meiner Arbeit an HARWI.

Ich danke den Kollegen der Abteilung WMP. Ohne ihre Erfahrung und ihren Einsatz wäre die Arbeit mit *FlexiStir* nicht möglich gewesen. Insbesondere danke ich Luciano Bergmann, Jakob Hilgert und Jorge dos Santos für Ihre Unterstützung bei den gemeinsamen Meßzeiten.

Ich möchte mich sehr herzlich bei meiner Familie bedanken. Insbesondere meine Eltern haben mich all die Jahre unterstützt und sind immer da, wenn ich sie brauche. Auch Wiebke möchte ich für Ihre Geduld und Unterstützung danken. Es ist wundervoll, daß Du in mein Leben getreten bist.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	3
2	Stand der Erkenntnisse	5
2.1	Der Reibrührschweißprozeß	5
2.2	In-situ Untersuchungen an Schweißverbindungen mit Streumethoden	8
2.2.1	In-situ Untersuchung von Phasenübergängen in Stahl . . .	8
2.2.2	In-situ Untersuchung von Temperatur und Spannungsentwicklung während des Reibrührschweißens	10
2.3	Ausscheidungsgehärtete Aluminiumwerkstoffe	12
2.4	Entmischungstheorie	15
2.4.1	Keimbildung von Ausscheidungen	15
2.4.2	Wachstum von Ausscheidungen	16
2.4.3	Vergrößerung von Ausscheidungen	17
2.5	Untersuchung des Reibrührschweißens mit Streumethoden	18
2.6	Simulation der Ausscheidungsprozesse in Aluminium	20
3	Experiment	25
3.1	Streutheorie	25
3.2	Der Synchrotronmeßplatz HARWI II	31
3.3	In-situ Reibrührschweißen mit FlexiStir	33
3.3.1	Die FlexiStir-Einheit	33
3.3.2	SAXS-Aufbau	36
3.3.3	Diffractionsaufbau	39
3.4	In-situ Ofen Neutronenkleinwinkelstreuung	41
3.5	Synchrotronversuch am Dilatometer	43
3.6	Das Eigenspannungsdiffraktometer ARES-2	43
4	Ergebnisse und Diskussion	49
4.1	Nicht-isotherme Ausscheidungsprozesse	49
4.1.1	In-situ Schweißversuche mit FlexiStir	50
4.1.2	Dilatometerversuche mit AA7449	62
4.2	Isotherme Ausscheidungsprozesse	67
4.2.1	Isotherme Auslagerung im Dilatometer	67
4.2.2	SANS-Untersuchung der isothermen Auslagerung	69
4.3	Untersuchung weiterer Werkstoffe mit FlexiStir	70

Inhaltsverzeichnis

4.4	Eigenspannungsanalyse an Reibrührschweißnähten	77
5	Zusammenfassung und Ausblick	81
	Literaturverzeichnis	85
	Eigene Veröffentlichungen	93

1 Einleitung

Wird ein metallischer Werkstoff einem thermischen Einfluß wie Heizen, Kühlen oder Abschrecken oder aber einer plastischen Verformung ausgesetzt, so kann dies die Bildung von Ausscheidungen, Rekristallisation und Phasenumwandlungen sowie weitere metallurgische Reaktionen auslösen. Der Bearbeitungsprozeß hat somit einen Einfluß auf Mikrostruktur und Materialeigenschaften des Werkstoffes. Diese Strukturveränderungen wurden in der Vergangenheit detailliert untersucht. Die Chemie und Mikrostruktur der Werkstoffe wird ständig weiterentwickelt. Die Werkstoffe werden nicht nur an die Anforderungen der jeweiligen Einsatzbedingungen sondern auch an die Bedürfnisse thermo-mechanischer Bearbeitungsverfahren angepaßt. Auf diese Weise entsteht eine für das jeweilige Anwendungsfeld optimierte Werkstoffpalette.

Beim Fügen metallischer Werkstoffe werden diese einem im Schweißbereich lokalisierten Temperaturgradienten ausgesetzt. Im Fall des Reibrührschweißens wird dieser zusätzlich von einer Warmumformung überlagert. In der Region der Schweißnaht bildet sich eine Mikrostruktur aus, die in Morphologie und Materialeigenschaften stark von den Werten des Grundwerkstoffes abweichen kann. Diese Ungleichgewichtsphasen können das Widerstandsvermögen einer metallischen Verbindung schwächen, zum Beispiel können sie Zähigkeit und Bruchlast des Werkstoffes herabsetzen. Im Flug- und Fahrzeugbau werden diese Mängel im allgemeinen durch eine Verstärkung der Bauteile oder durch die Konstruktion komplexer integraler Strukturen behoben. Dies hat allerdings negative Folgen für die Leistungsfähigkeit der Bauteile, die Produktivität des Fügeprozesses und den Materialeinsatz.

Informationen über Bildung von Ungleichgewichtsphasen während eines Fügeprozesses konnten in der Vergangenheit nur von der Untersuchung geschweißter Proben abgeleitet werden. Die Untersuchung findet in diesem Fall nach dem Schweißen (post mortem) und im erkalteten Zustand statt. Um Informationen von den Werkstoffen während des Schweißprozesses zu erhalten, sind in-situ Untersuchungen der Prozesse z.B. mit Streumethoden nötig. Die Sonden, beispielsweise Neutronen oder hochenergetische Synchrotronstrahlung [1], haben bei metallischen Werkstoffen ein hohes Eindringungsvermögen. Rekristallisation, die Bildung und Umlösung von Ausscheidungen [2], Phasenübergänge, Textur und Eigenspannungsentwicklung [3] können während des Prozesses auf diese Weise untersucht werden.

Aus diesem Grund ist im Rahmen des virtuellen Institutes ISPUS (*Improving Performance and Productivity of Intergal Structures through Fundamental Un-*

1 Einleitung

derstanding of Metallurgical Reactions in Metallic Joints) die portable Reibrührschweißeinheit *FlexiStir* [4] von der Gruppe J. dos Santos *et al.* entwickelt worden. Hierbei handelt es sich um eine vollwertige und dabei sehr flexible Schweißanlage, welche unter anderem die Erprobung moderner Schweißköpfe erlaubt. Desweiteren kann die *FlexiStir* an den Synchrotronmeßplätzen des Helmholtz-Zentrum Geesthacht eingesetzt werden. J. Robson *et al.* (University of Manchester) und P. Colegrove *et al.* (Cranfield University) arbeiten seit Jahren an der Modellierung von Temperaturverteilung und Mikrostrukturentwicklung während des Reibrührschweißens. Durch die Zusammenarbeit im IPSUS-Projekt besteht erstmals die Möglichkeit, Modelle mit einem in-situ Schweißexperiment weiterzuentwickeln und zu validieren.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde erstmals die *FlexiStir*-Anlage genutzt, um das Werkstoffverhalten während des Reibrührschweißens in-situ mit hochenergetischer Synchrotronstrahlung zu untersuchen. Von besonderem Interesse ist das Verhalten moderner Leichtbauwerkstoffe aus der Luftfahrtindustrie. Aluminiumlegierungen, insbesondere der Werkstoff AA7449, werden auf die Verteilung und Kinetik härtender Ausscheidungen hin untersucht. Grundlegende Untersuchungen zum Werkstoffverhalten bei einer nicht-isothermen Umwandlung werden mit in-situ Dilatometer-Experimenten durchgeführt. Mit Hilfe dieser einzigartigen Ergebnisse der Röntgenexperimente konnte das numerische Modell der Ausscheidungskinetik für den Reibrührschweißprozeß validiert und weiterentwickelt werden. Der Vergleich von in-situ Messungen mit dem Modell hat ergeben, daß auch die Ausscheidungen an den Korngrenzen gesondert betrachtet werden müssen. Erst wenn diese Ausscheidungen in der Simulation berücksichtigt werden, können die Meßergebnisse qualitativ beschrieben werden.

Desweiteren wurden Eigenspannungsanalysen an reibrührgeschweißten Proben durchgeführt. Die Eigenspannungsverteilung innerhalb eines Bauteils ist entscheidend für dessen Ermüdungsverhalten im Einsatz. Auch im Bereich der Ermüdungsversuche macht die Werkstoffsimulation entscheidende Fortschritte [5]. Die gemessenen Eigenspannungsprofile sind ein wichtiger Eingangsparameter für das Modell.

2 Stand der Erkenntnisse

2.1 Der Reibrührschweißprozeß

Der Reibrührschweißprozeß (engl. *friction stir welding*, kurz *FSW*) wurde 1991 von W. Thomas am englischen TWI (*The Welding Institute*) entwickelt und patentiert [6–8]. Der Prozeß ist eine Weiterentwicklung des Reibschweißens. Jedoch reiben beim Reibrührschweißen nicht die Fügepartner direkt aneinander, sondern die Prozessenergie wird vom einem rotierendem Werkzeug aufgebracht. Das Werkzeug besteht aus einem breiten, zylindrischen Teil, der Werkzeugschulter (engl. *shoulder*), welches auf der Oberfläche des Schweißgutes reibt und einen Großteil der benötigten Energie erzeugt. Mittig unterhalb der Schulter sitzt ein Stift (engl. *pin*), welcher zunächst bei rotierendem Werkzeug in die Nahtmitte gepreßt wird und das umgebende Material verformt (vgl. Abb. 2.2). Das Werkzeug wird dann entlang der Schweißnaht bewegt (vgl. Abb. 2.1). Die Seite des Werkstücks, auf der die Rotation des Werkzeugs und die Vorschubrichtung gleichgerichtet sind, wird als *advancing side* bezeichnet. Die gegenüberliegende Seite wird *retreating side* genannt. Der Wärmeeintrag führt zur lokalen plastischen Verformung des Schweißgutes. Die Prozeßtemperatur während des Schweißens wird so gewählt, daß kein Schmelzen des Materials eintritt. Es handelt sich um einen Fügeprozeß in der festen Phase. Die Wärme wird aufgrund von Reibung und lokaler plastischer Deformation an der Grenze zwischen Schulter und Werkstück erzeugt. Die Schweißtemperatur wird von diversen Faktoren beeinflusst. Die Reibkoeffizienten von Werkzeug und Werkstück sowie die Zähigkeit des Schweißgutes sind entscheidende Kennwerte für einen optimalen Schweißprozeß. Schulterdurchmesser und die Rotationsgeschwindigkeit des Werkzeugs, Anpreßkraft und Vorschubgeschwindigkeit sind die wesentlichen Parameter, mit denen die Prozeßtemperatur optimiert werden kann. Die Geometrie des Werkzeuges, zum Beispiel Länge und Querschnitt des Pins, hat einen entscheidenden Einfluß auf die Nahtqualität. Die Reibrührschweißnaht wird durch drei unterschiedliche Zonen charakterisiert (vgl. Abb. 2.3):

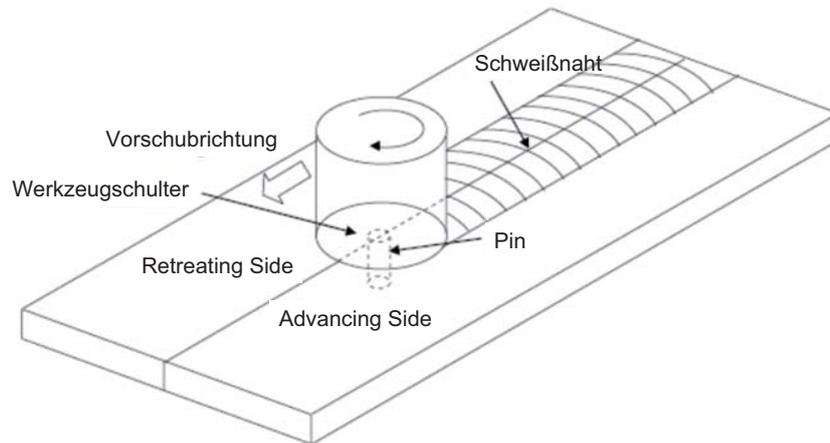


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung des Reibrührschweißens [9]

1. Die Rührzone

Die Rührzone (engl. *stir zone*, SZ) bezeichnet den Bereich der Schweißnaht, der durch den Stift stark verformt wird. Hohe Temperaturen und dynamische Rekristallisation führen zu einer isotropen Kornstruktur mit einer Korngröße von wenigen Mikrometern.

2. Die thermo-mechanisch beeinflusste Zone

Die thermo-mechanisch beeinflusste Zone (engl. *thermo-mechanical affected zone*, TMAZ) wird durch eine weniger stark deformierte Mikrostruktur beschrieben. Der Temperatureinfluss ist geringer als in der SZ.

3. Die Wärmeeinflusszone

Die Wärmeeinflusszone (engl. *heat affected zone*, HAZ) bezeichnet die Umgebung der Schweißnaht, welche nur durch die Wärmeleitung beeinflusst wird.

Die Vorteile des Reibrührschweißens gegenüber den konventionellen Schmelzschweißverfahren liegen in der hohen Reproduzierbarkeit der Nahtgüte, dem geringen Energieverbrauch und der Herstellbarkeit von Mischverbindungen. Der geringe Energieeintrag führt zu geringen Schweißspannungen und zu geringem Verzug. Eine aufwendige Nachbehandlung der Werkstücke entfällt, eine Porenbil-



Abbildung 2.2: Foto des verwendeten Werkzeugs; der schmale Stift sitzt mittig auf der Werkzeugschulter.

dung wird nicht beobachtet. Zusatzwerkstoffe werden für das Reibrührschweißen nicht benötigt [9]. Der Reibrührschweißprozeß ermöglicht das Fügen von Aluminiumlegierungen, die mit konventionellen Schmelzschweißverfahren nicht verschweißt werden können. Vielfältige Anwendungen findet der FSW-Prozeß im Fahrzeug- und Schiffbau sowie in der Luft- und Raumfahrtindustrie [10]. Zum Beispiel wurden die Treibstofftanks des Space Shuttle Programms mit diesem Verfahren gefügt [11].

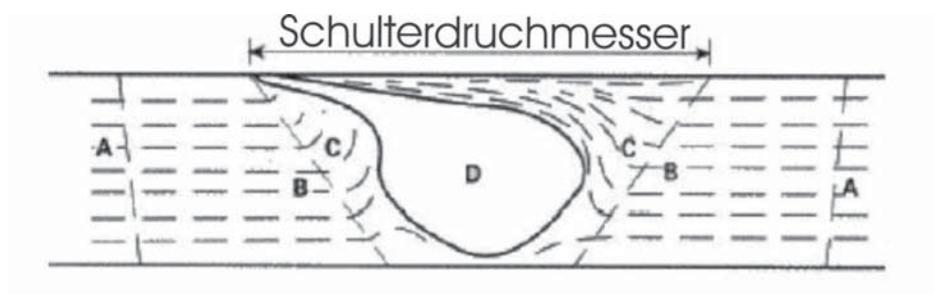


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung des Aufbaus einer Reibrührschweißnaht: Grundmaterial (A), Wärmeeinflußzone (B), thermo-mechanisch beeinflusste Zone (C) und Rührzone (D) [9].

2.2 In-situ Untersuchungen an Schweißverbindungen mit Streumethoden

Die in-situ Untersuchung von Schweißprozessen mit Streumethoden, seien es Synchrotron- oder auch Neutronenexperimente, ist noch nicht weit verbreitet. In der Literatur finden sich nur wenige Experimente aus diesem Bereich, beginnend mit Elmer *et al.* aus dem Jahr 1998 [12–20]. In diesem Kapitel werden an Hand von zwei Beispielen die Experimente aus diesem Bereich vorgestellt.

2.2.1 In-situ Untersuchung von Phasenübergängen in Stahl

Dieser Abschnitt bezieht sich auf die in-situ Versuche von Palmer und Elmer [15–17].

Bei der Wärmebehandlung bzw. beim Schweißen von Stählen können bei hohen Temperaturen Phasenübergänge stattfinden. Entweder sind diese Phasenübergänge reversibel oder das Werkstoffverhalten wird durch die Wärmebehandlung dauerhaft verändert. Zwar können die Temperaturfelder und die von ihnen verursachten Phasentransformationen simuliert werden, jedoch können sich bei unterschiedlichen Kohlenstoffanteilen im Stahl verschiedene Gefüge wie z.B. Perlit oder Bainit (beides Gemische aus Ferrit und Zementit) ausbilden. Mit der Synchrotronuntersuchung ist es möglich, die einzelnen Phasenanteile zu bestimmen. Um auch die Evolution der Gefügeumbildung untersuchen zu können, ist es nötig, den Prozeß in-situ zu betrachten. Die in-situ Schweißversuche wurden am Synchrotronmeßplatz 10-2 am SSRL (Stanford Synchrotron Radiation Lightsource, Stanford, USA) durchgeführt. In den Versuchen wurde das Wolfram-Inertgasschweißen (WIG-Schweißverfahren) untersucht. Mit einem Lichtbogen wird ein rotierender Stahlzylinder lokal aufgeschmolzen. Der Röntgenstrahl (12 keV) wird durch eine Lochblende (260 μm) auf die Probe geführt. Der Strahl hat während der Messung einen festen Abstand zum Schmelzbad und das Streusignal wird über eine Schweißnahtlänge von 2,4 mm gemittelt. Auf diese Weise wurde die Wärmeeinflußzone um die Wärmequelle kartiert. Die Messungen erfolgten in einer Reflexionsgeometrie unter einem Einfallswinkel von 25° (vgl. Abb. 2.4). An das Diffraktogramm werden Gaußprofile angepaßt und somit die Phasenanteile nach der Rietveldt-Methode bestimmt [21]. Für die Versuche wurde unter anderem der Kohlenstoffstahl AISI 1045 (C-Mn Stahl) verwendet.

Die Auswertung der Phasenanteile in dem Bereich nahe des Schmelzbads zeigt, daß sich das ferritische Grundmaterial komplett von der α -Phase in die γ -Phase umwandelt. Die komplette Umwandlung in Austenit erfolgt in einer 3 mm breiten Zone (s. Abb. 2.5) um das Schmelzbad. Auf diese Zone wirkt eine höhere Maximaltemperatur von 765°C ein. Aus diesem Grund bildet sich während des Abkühlens bei hohen Abkühlraten (bis 50°C/s) ein 2 mm breiter Bereich mit bainitischem Gefüge aus. Außerhalb dieser 2 mm breiten Zone ist die Abkühlrate

2.2 In-situ Untersuchungen an Schweißverbindungen mit Streumethoden

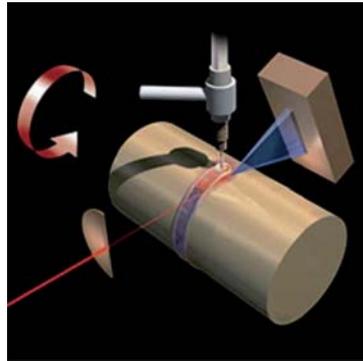


Abbildung 2.4: Schematische Darstellung des Synchrotronexperiments von Elmer *et al.* für die in-situ Untersuchung von Phasenumwandlungen im Stahl während des Schweißens. Der Röntgenstrahl passiert eine Lochblende und wird nach Beugung an der Probe detektiert [17].

geringer (40 °C/s) und die Kornstruktur gröber, so daß sich in diesem Bereich eine perlitische Struktur ausbildet. Mit Hilfe des in-situ Experimentes konnten

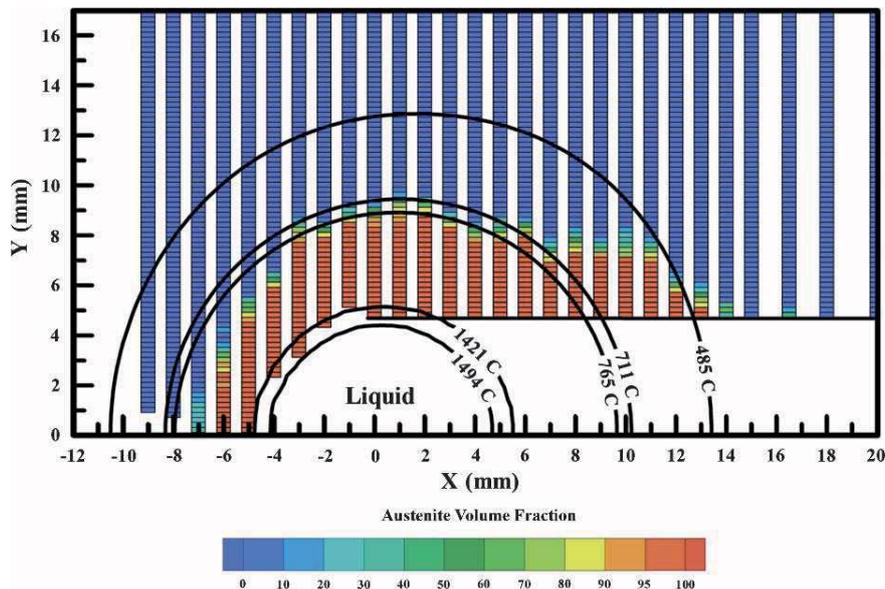


Abbildung 2.5: Volumenanteile von Ferrit und Austenit in der Wärmeeinflußzone des Stahls (AISI 1045). Zudem werden die berechneten Isothermen für den Schweißprozeß gezeigt. Der Schweißbrenner befindet sich bei der Position $X=0$. Negative X-Positionen geben den Bereich vor der Wärmequelle an [17].

die Umwandlungstemperaturen der verschiedenen Phasen in den Stählen AISI

1045 und AISI 1005 bestimmt werden. Die in der Prozeßsimulation bestimmten Isothermen um das Schmelzbad liegen in guter Übereinstimmung mit den experimentellen Ergebnissen (vgl. 2.5).

2.2.2 In-situ Untersuchung von Temperatur und Spannungsentwicklung während des Reibrührschweißens

Daß sich auch die Neutronenstreuung trotz von Haus aus geringer Primärstrahlintensitäten für die in-situ Charakterisierung von Schweißprozessen eignet, haben Woo *et al.* gezeigt [18, 22]. Am Spektrometer SMARTS (Spectrometer for Materials Research at Temperature and Stress) am LANSCE (Los Alamos Neutron Science Center, USA) wurden Experimente zur Temperatur- und Eigenspannungsentwicklung während des Reibrührschweißens durchgeführt. Bei den bisher beschriebenen Experimenten wurde der Aluminiumwerkstoff AA6061-T6 untersucht.

Für die in-situ Versuche wurden die grundlegenden Teile einer FSW-Schweißapparatur im Labor rekonstruiert. Das Vorschubsystem bewegt das Werkstück relativ zum feststehenden Werkzeug. Dadurch wird es ermöglicht, das Streusignal über die Schweißnahtlänge zu mitteln. Dieses ist zulässig, da der FSW-Prozeß nach einer kurzen Aufwärmphase einen quasi-stationären Zustand erreicht [23]. Das Werkstück bei den Versuchen ist 965 mm lang, 178 mm breit und hat eine Dicke von 6,35 mm. Die Energiezufuhr durch das Werkzeug wird durch den Wärmeabfluß in die Grundplatte sowie durch die ständige Zufuhr kalten Materials ausgeglichen. In der Umgebung des Werkzeuges bildet sich ein quasi-stationäres Temperaturfeld aus [24]. In Abbildung 2.6 ist zu erkennen, daß nach der Aufwärmphase der Quasi-Gleichgewichtszustand erreicht wird und der Gitterparameter d konstant bleibt.

Da der Fluß an der Neutronenquelle limitiert ist, müssen die Belichtungszeiten mit 30 Min. pro Meßpunkt entsprechend lang gewählt werden. Die Nahtlänge ist durch den Aufbau vorgegeben, so daß dies einer Vorschubgeschwindigkeit von $0,42 \text{ mm s}^{-1}$ entspricht. Das Werkzeug hat einen Schulterdurchmesser von 25,4 mm, der gewundene Stift einen Durchmesser von 6,3 mm. Die Rotationsfrequenz des Werkzeuges beträgt 156 min^{-1} . Das hohe Durchdringungsvermögen der Neutronen ermöglicht es, auch unterhalb der Schulter in der Rührzone zu messen (vgl. Abb. 2.7). Die Diffraktogramme wurden für die drei Dehnungsrichtungen, longitudinale (LD), transversale (TD) und normale (ND) Richtung, bestimmt und mit dem Rietveld-Verfahren [21] analysiert. Unter der Annahme, daß die Eigenspannungen innerhalb der Schweißnaht zweidimensional sind, läßt sich aus der dritten gemessenen Dehnungsrichtung die Temperaturverteilung bestimmen [18]. Unterhalb der Schulter gilt diese Annahme natürlich nicht. Hier haben die Autoren als erste Näherung einen gleichbleibenden Spannungszustand, der durch die Anpreßkraft des Werkzeuges bestimmt wird, angenommen.

2.2 In-situ Untersuchungen an Schweißverbindungen mit Streumethoden

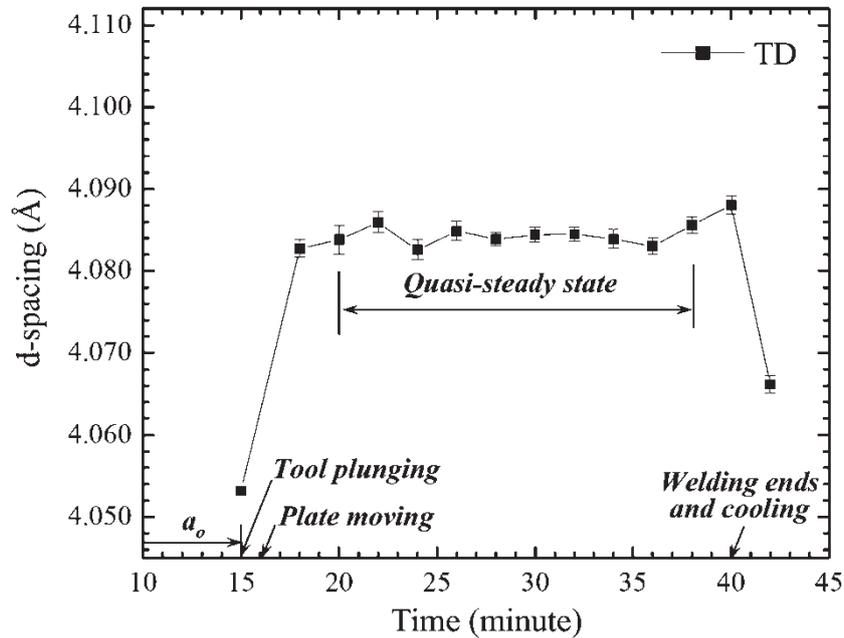


Abbildung 2.6: Variation des Gitterparameters d während des Schweißversuchs von Woo *et al.* an der Position 15 mm hinter dem Stift [18].

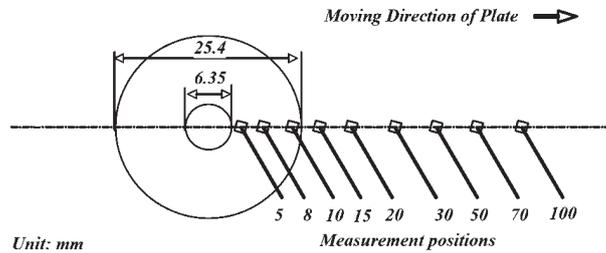


Abbildung 2.7: Schematische Darstellung der Meßpositionen im Bereich unterhalb der Schulter und der Rührzone [18]

Das ermittelte Temperaturprofil innerhalb der Schweißnaht steigt zu dem Werkzeug hin monoton an, die maximale Temperatur unterhalb der Schulter wird auf 635 K (362°C) bestimmt. In Abb. 2.8 sind die longitudinalen (σ_x) und transversalen (σ_y) Eigenspannungen innerhalb der Schweißnahtmitte gegenüber dem Abstand vom Werkzeug aufgetragen. Im Bereich unterhalb der Schulter sind die Druckspannungen im Bereich von ca. 50 MPa verzeichnet. Dies entspricht etwa der Fließgrenze von AA6061 bei 600 K. Außerhalb der Schulterkante wechseln die thermischen Spannungen vom Druck- in den Zugbereich, da der Werkstoff abkühlt und sich dabei zusammenzieht.

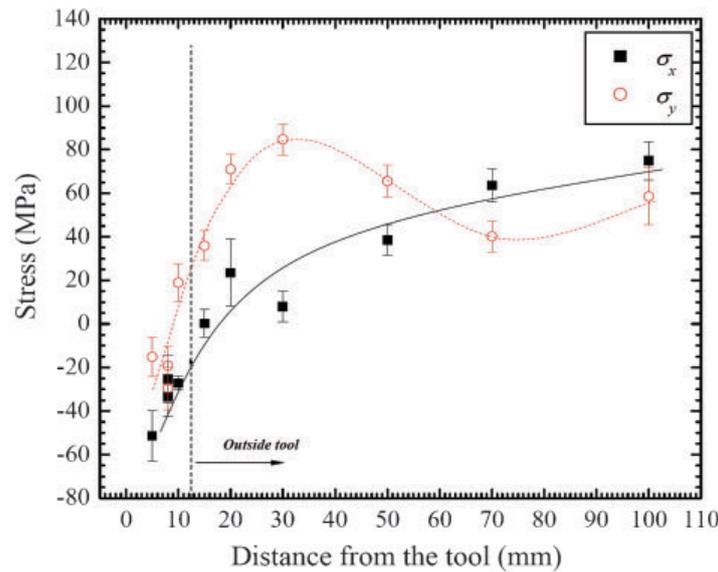


Abbildung 2.8: Verteilung der Eigenspannungen in der Rührzone hinter dem Werkzeug,
 σ_x - longitudinale Spannungen, σ_y - transversale Spannungen [18].

Bei den gewählten experimentellen Ansätzen handelt es sich um starke Vereinfachungen der Schweißprozesse. Die gewählten Prozeßparameter sind im allgemeinen durch die experimentellen Rahmenbedingungen vorgegeben und nicht ohne weiteres auf die realen Anwendungen übertragbar. Insbesondere die Vorschubgeschwindigkeit ist in diesen Versuchen um einen Faktor 10 bis 100 geringer als in der industriellen Fertigung. Dies ist darin begründet, daß die Schweißgeometrien für die Laborversuche stark vereinfacht werden (s. 2.2.1) oder aber die genutzte Sonde ungewöhnliche Prozeßparameter vorgibt (vgl. 2.2.2).

2.3 Ausscheidungsgehärtete Aluminiumwerkstoffe

Die ausscheidungsgehärteten Aluminiumlegierungen gehören zu einer Gruppe hochfester und leichter Werkstoffe, die unter anderem im Bereich der Luftfahrtindustrie ein weites Anwendungsspektrum finden. In diesem Bereich sind eine hohe Korrosionsbeständigkeit, ein gutes Ermüdungsverhalten und mechanische Stabilität besonders wichtig. Hochfeste Aluminiumwerkstoffe werden beim Flugzeugbau vorzugsweise in den strukturell stark belasteten Sektionen verbaut. Beispiele hierfür sind Fahrwerksgestelle, Hauptlastrahmen oder die Leitwerke. Der in dieser Arbeit hauptsächlich untersuchte Werkstoff AA7449 wird insbesondere im Bereich der Außenhaut auf den Tragflächenoberseiten sowie den Rippen und

2.3 Ausscheidungsgehärtete Aluminiumwerkstoffe

Stringern in den Tragflächen verwendet [25, 26]. Im Flugzeugbau kommen vor allem die Werkstoffe der 2xxx-er und 7xxx-er Serien zum Einsatz. Die AA2xxx sind im wesentlichen mit Kupfer legierte Aluminiumwerkstoffe. Zink und Magnesium sowie Kupfer sind die Hauptlegierungselemente der 7xxx-er Serie. Die Materialeigenschaften dieser Werkstoffe werden insbesondere durch die Bildung von nm-großen Ausscheidungen bestimmt. Die Ausscheidungen wechselwirken mit den Versetzungen im Material und behindern deren Bewegungsmöglichkeit. Kohärente Ausscheidungen haben die gleiche kristallografische Orientierung wie die Matrix. Es bildet sich aber eine leichte Verzerrung der Matrix aus. Auch die Versetzungen bewegen sich entlang der kristallografischen Ebenen und müssen die Partikel schneiden. Hierfür wenden sie Energie auf. Je größer die Ausscheidungen sind, desto größer ist auch die aufzubringende Energie und desto größer ist der Widerstand gegen die plastische Verformung. Entscheidend für die Festigkeit und Plastizität des Werkstoffes sind Größen- sowie räumliche Verteilung der Partikel und der Volumenbruchteil der Ausscheidungen. Mit einer Reihe von Wärmebehandlungsschritten können die Ausscheidungszustände und somit auch die Materialeigenschaften optimal an das Anwendungsspektrum angepaßt werden [27, 28]:

1. Lösungsglühen

Beim Lösungsglühen wird der Werkstoff über mehrere Stunden auf eine Temperatur von 450-500 °C erwärmt. Dies führt dazu, daß sich die Ausscheidungen auflösen. Die Legierungselemente (Zn, Mg, Cu) verteilen sich homogen in der Matrix. Durch das Lösungsglühen wird die Leerstellendichte in der Matrix erhöht. Die Leerstellen erhöhen die Mobilität der gelösten Atome in der Matrix und erleichtern somit den Prozeß der Nukleation neuer Ausscheidungen, wenn beim Abschrecken eine signifikante Menge eingefroren werden kann.

2. Abschrecken

Beim Abschrecken wird der Werkstoff schnell durch kaltes Wasser oder Öl auf Raumtemperatur herabgekühlt. Der Prozeß friert die gelösten Atome in der Matrix ein und unterdrückt den Diffusionsprozeß.

3. Natürliches Altern

Der Werkstoff wird über mehrere Tage (normalerweise 3-5) bei Raumtemperatur gelagert. Die Atome in der übersättigten Lösung beginnen zu diffundieren und bilden Cluster. Diese metastabilen Cluster werden Guinier-Preston-Zonen (GP-Zonen) genannt. Bei Raumtemperatur ist der kritische Radius für die Nukleation klein, somit bildet sich eine homogene Verteilung der GP-Zonen aus, die dann für eine optimierte Ausscheidungsverteilung genutzt werden kann.

4. Auslagern

Anschließend wird der Werkstoff künstlich ausgelagert. Es wird zwischen

2 Stand der Erkenntnisse

Kalt- und Warmauslagern unterschieden. Während beim Kaltauslagern in der Regel Temperaturen von 60 °C nicht überschritten werden, wird beim Warmauslagern der Werkstoff für etwa 12 bis 48 Stunden auf eine Temperatur von 120 - 200 °C erwärmt. Während der Auslagerung können sich neue Phasen in Form von Ausscheidungen aus den GP-Zonen bilden. Die Temperatur und Zeit der Auslagerung sind entscheidend für die Größenverteilung, den Volumenbruchteil und die Phasenanteile der Ausscheidungen.

Abhängig von Auslagerungstemperatur und Auslagerungszeit werden die Werkstoffzustände in unterschiedliche Gruppen eingeteilt. Unter anderem gibt es die Zustände:

- T4 : kaltausgelagert, natürlich gealtert
- T6 : warmausgelagert, Zustand höchster Festigkeit
- T7 : warmausgelagert, überalterter Zustand
- TAF: warmausgelagert, unteralterter Zustand zur Vorbereitung weiterer Wärmebehandlungsschritte

Bei den Zn-Mg-Cu-Legierungen der 7xxx Serie können sich Ausscheidungen von vier unterschiedlichen Phasen bilden [29]. Diese sind:

- η (MgZn_2)
- T ($\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$)
- S (Al_2CuMg)
- θ (Al_2Cu)

Entscheidend für ihre Bildung sind die Mengenverhältnisse der Legierungselemente, insbesondere das Verhältnis von Magnesium zu Zink [30]. Die untersuchte Legierung AA7449 enthält nur einen geringen Kupferanteil, somit können sowohl die Phasenanteile S als auch θ vernachlässigt werden [29]. Die T -Phase bildet sich erst bei Auslagerungstemperaturen von 190 °C. Somit ist die Bildung der η -Phase der entscheidende Prozeß:



2.4 Entmischungstheorie

2.4.1 Keimbildung von Ausscheidungen

Der folgende Abschnitt über die klassische Keimbildungstheorie und die Entmischung einer binären Legierung folgt im wesentlichen der Argumentation aus [28] und [31]. Eine binäre Legierung besteht aus den Atomsorten A und B . Die Konzentration von Atomen der Sorte B in der Legierung ist c_0 . Die Löslichkeit c_e von B -Atomen in der A -Matrix ist abhängig von der Temperatur T .

Bei der Temperatur T_H sind alle B -Atome in der Matrix gelöst und es liegt somit ein einphasiger Legierungszustand α vor. Bei der niedrigen Temperatur T_L sinkt die Gleichgewichtslöslichkeit c_e und die Konzentration der B -Atome in der Legierung. Das heißt, daß die Legierung übersättigt bzw. unterkühlt ist. Als Übersättigung ξ definiert man das Verhältnis aus mittlerer Matrixkonzentration c_0 und der Gleichgewichtskonzentration c_e .

$$\xi = \frac{c_0}{c_e} \quad (2.1)$$

Die Atome der Sorte B können nicht vollständig in der Matrix A gelöst sein, und es bilden sich somit Ausscheidungen einer zweiten Phase β . Man geht zunächst davon aus, daß sich die Ausscheidungen als kugelförmige Keime mit Radius r bilden. Die Ausbildung einer zweiten Phase führt zu einer Senkung der freien Energie F .

$$\Delta F(r) = -\Delta f \cdot \frac{4\pi}{3}r^3 + \tilde{E}_{\alpha\beta} \cdot 4\pi r^2 \quad (2.2)$$

Der Volumenterm ist abhängig von der Änderung der freien Energie pro Volumeneinheit Δf . Der zweite Term entspricht der spezifischen Energie der Phasengrenzfläche $\tilde{E}_{\alpha\beta}$ für eine Kugeloberfläche. Ist $\Delta f < 0$, so ist der entmischte Zustand energetisch günstiger. Die Grenzflächenenergie ist größer Null ($\tilde{E}_{\alpha\beta} > 0$). Wachstumsfähige Keime müssen zunächst die Grenzflächenenergie aufbringen, es gilt $d(\Delta F)/dr < 0$. Als Extremwert erhält man aus Gleichung 2.2:

$$\Delta F^* = \frac{16\pi\tilde{E}_{\alpha\beta}}{3\Delta f^2} \quad (2.3)$$

und zwar beim Erreichen des kritischen Radius r^*

$$r^* = \frac{2\tilde{E}_{\alpha\beta}}{\Delta f} \quad (2.4)$$

Dies bedeutet, daß Ausscheidungen mit einem größeren Radius als dem kritischen Radius unter Energiegewinn wachsen. Da die Änderung der freien Energiedichte proportional zur Temperaturänderung ist ($\Delta f \sim \Delta T$), sinkt r^* umso mehr, je

2 Stand der Erkenntnisse

größer die Unterkühlung wird. Keime mit kritischer Größe entstehen durch eine lokale Fluktuation der Konzentration der B -Atome.

Die Bildung einer zweiten Phase führt zu einer Verzerrung der kristallinen Matrix. Um diesen Effekt auch energetisch zu berücksichtigen, wird die elastische Verzerrungsenergie Δf_δ pro cm^3 Ausscheidung definiert. Δf_δ ist positiv und behindert somit die Ausscheidungsbildung. Die Verzerrungsenergie hängt von der Zusammensetzung der Legierung ab, insbesondere von den Atomgrößenfaktoren, dem Elastizitätsmodul, der Querkontraktionszahl und dem Formfaktor für die Ausscheidungen selbst. Für Gl. 2.2 ergibt sich:

$$\Delta F(r) = (-\Delta f + \Delta f_\delta) \cdot \frac{4\pi}{3} r^3 + \tilde{E}_{\alpha\beta} \cdot 4\pi r^2 \quad (2.5)$$

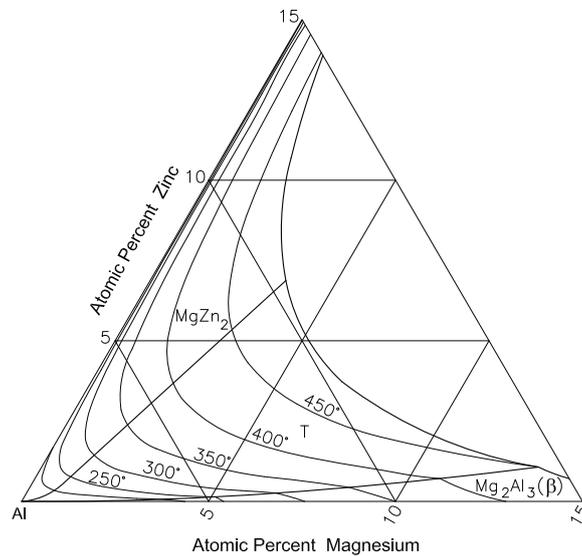


Abbildung 2.9: Löslichkeit von Al-Mg-Zn in einem Aluminium-Mischkristall [32].

In Abbildung 2.9 ist exemplarisch die Löslichkeit des ternären Systems Al-Mg-Zn dargestellt. Das Lösungsdiagramm gibt an, bei welcher Temperatur ein bestimmter Prozentsatz von Magnesium und Zink in einem Aluminium-Mischkristall gelöst werden kann.

2.4.2 Wachstum von Ausscheidungen

Nach der Bildung der ersten Ausscheidungen aufgrund thermischer Fluktuation überlappen die Einzugsbereiche der Partikel einander nicht. Die Konzentration von B -Atomen im Gleichgewicht der Ausscheidung sei \bar{c} . c_0 sei die Anfangskonzentration von Atomen der Sorte B in der Matrix. Partikel mit einem Radius

$r_0 > r^*$ können mit der Zeit durch die Diffusion von B -Atomen wachsen. Im Umfeld der Partikel gilt für das Konzentrationsprofil von B -Atomen:

$$c_B(r) = \bar{c} - (\bar{c} - c_R) \cdot \frac{r_0}{r}, \quad \text{für } r \geq r_0 \quad (2.6)$$

Die Gibbs-Thomson-Gleichung [31] liefert die Randkonzentration c_R

$$c_R = c_e \cdot \exp\left(\frac{2\tilde{E}_{\alpha\beta}V_m}{R_gTr_0}\right) \quad (2.7)$$

Wobei V_m das molare Volumen der ausgeschiedenen Phase angibt. Das Wachstum der Partikel aufgrund des Diffusionsstromes läßt sich mit

$$\frac{dr_0}{dt} = \frac{\bar{c}(t) - c_R}{c_k - c_R} \cdot \frac{D}{r_0} \quad (2.8)$$

beschreiben. Die Integration führt zu der zeitabhängigen Wachstumsgleichung:

$$r_0(t) = \left(2D \cdot \frac{c_0 - c_e}{c_k - c_e}\right)^{1/2} \cdot t^{1/2} \quad (2.9)$$

Dies gilt nur bei einer geringen Übersättigung, da in dieser Näherung als Randkonzentration die Gleichgewichtskonzentration c_e und $\bar{c}(t) = c_0$ angenommen wurden.

2.4.3 Vergrößerung von Ausscheidungen

Aufgrund des Teilchenwachstums sinkt die Matrixkonzentration ab, bis die Gleichgewichtskonzentration c_e erreicht ist. Große Ausscheidungen können nur dann weiter wachsen, wenn sich kleinere Ausscheidungen wieder auflösen. Dieser Prozeß wird als Vergrößerung oder auch Ostwald-Reifung [33] bezeichnet und kann durch die LSW-Theorie [34] beschrieben werden. Die Oberflächenverringerung während des Prozesses führt zu einem energetisch günstigeren Zustand und fördert somit den Prozeß. In der Theorie wird die Gibbs-Thomson-Gleichung (2.7) in ihrer linearisierten Form verwendet. Diese Näherung ist bei großen Radien r_0 gültig.

$$c_R = c_e \cdot \left(1 + 2\frac{\tilde{E}_{\alpha\beta}V_m}{R_gTr_0}\right) \quad (2.10)$$

Das Wachstum der Teilchen ist bei der Vergrößerung proportional zu $t^{1/3}$:

$$\bar{r}^3 - \bar{r}_0 = \alpha \cdot (t - t_0), \quad \alpha = \frac{8DV_m\tilde{E}_{\alpha\beta}}{9R_gT} \cdot \frac{c_e}{c_k - c_e} \quad (2.11)$$

\bar{r}_0 ist der mittlere Radius zur Zeit t_0 .

2.5 Untersuchung des Reibrührschweißens mit Streumethoden

Eine wichtige Möglichkeit zur Untersuchung der Ausscheidungsverteilung bieten Röntgen-Diffraktionsexperimente. Erste Streuexperimente an Al-Zn-Mg-Systemen wurden von Graf *et al.* [35] durchgeführt. Mit der Röntgenstreuung ist es möglich, direkte Informationen über die Struktur der GP-Zonen zu gewinnen. Für die Untersuchung von Ausscheidungen bietet sich die Röntgen-Kleinwinkelstreuung (SAXS) (z.B. [2, 36, 37]) an. Insbesondere bei Al-Zn-Mg-Legierungen bieten sich SAXS-Untersuchungen aufgrund des hohen Streukontrastes an. Mit dieser Technik ist es möglich, auch in größeren Probenbereichen den Volumenbruchteil und die Partikelgröße der Ausscheidungen zu bestimmen. Dumont *et al.* haben die verschiedenen Bereiche einer Reibrührschweißnaht [38] kartiert. Für die Untersuchung wurden Reibrührschweißnähte aus der kommerziellen Aluminiumlegierung AA7449 hergestellt. Das Material wurde in den Zuständen T3 (natürlich gealtert) und T79 (leicht überaltert) ausgelagert. Zudem wurde der Einfluß des Wärmeintrags anhand einer langsamen und einer schnellen Vorschubgeschwindigkeit untersucht (vgl. Abb. 2.10).

Der Bereich der Wärmeeinflußzone ist gekennzeichnet durch eine Abnahme des Volumenbruchteils der Ausscheidungen. Die hohen Temperaturen während des Schweißens führen zum Auflösen der härtenden Partikel. Die Größe der Partikel ändert sich in diesem Bereich nicht. Während der Wärmebehandlung können sowohl eine Auflösung als auch eine Vergrößerung der Ausscheidungen auftreten. In-situ Versuche einer nicht-isothermen Auslagerung [2] haben ergeben, daß der Zeitraum, in dem das Material auf hoher Temperatur ist, nicht ausreicht, um eine Partikelvergrößerung herbeizuführen.

Im äußeren Bereich der thermo-mechanisch beeinflussten Zone nimmt der Volumenbruchteil wieder leicht zu. Die starke Deformation des Materials durch den Reibrührschweißprozeß begünstigt unter Umständen die Bildung neuer Ausscheidungen an den Versetzungen [39]. Im Inneren Bereich der TMAZ sinkt der Volumenbruchteil stark ab. Die maximale Temperatur ist hier im Bereich der Lösungstemperatur der Ausscheidungen. Die Partikelgröße wächst in der TMAZ stark an. Bestehende Ausscheidungen wachsen und die GP-Zonen können sich zu stabilen Ausscheidungen umbilden.

In der Rührzone bestehen die ursprünglichen Ausscheidungen nicht mehr. Sie werden während des Prozesses aufgelöst. In der Abkühlphase bilden sich zu einem geringen Volumenbruchteil neue η -Partikel aus. Da die Temperatur schnell absinkt, wachsen diese nicht sehr stark. Im weiteren Verlauf der Abkühlphase bilden sich GP-Zonen, welche durch das natürliche Kaltauslagern wachsen.

2.5 Untersuchung des Reibrührschweißens mit Streumethoden

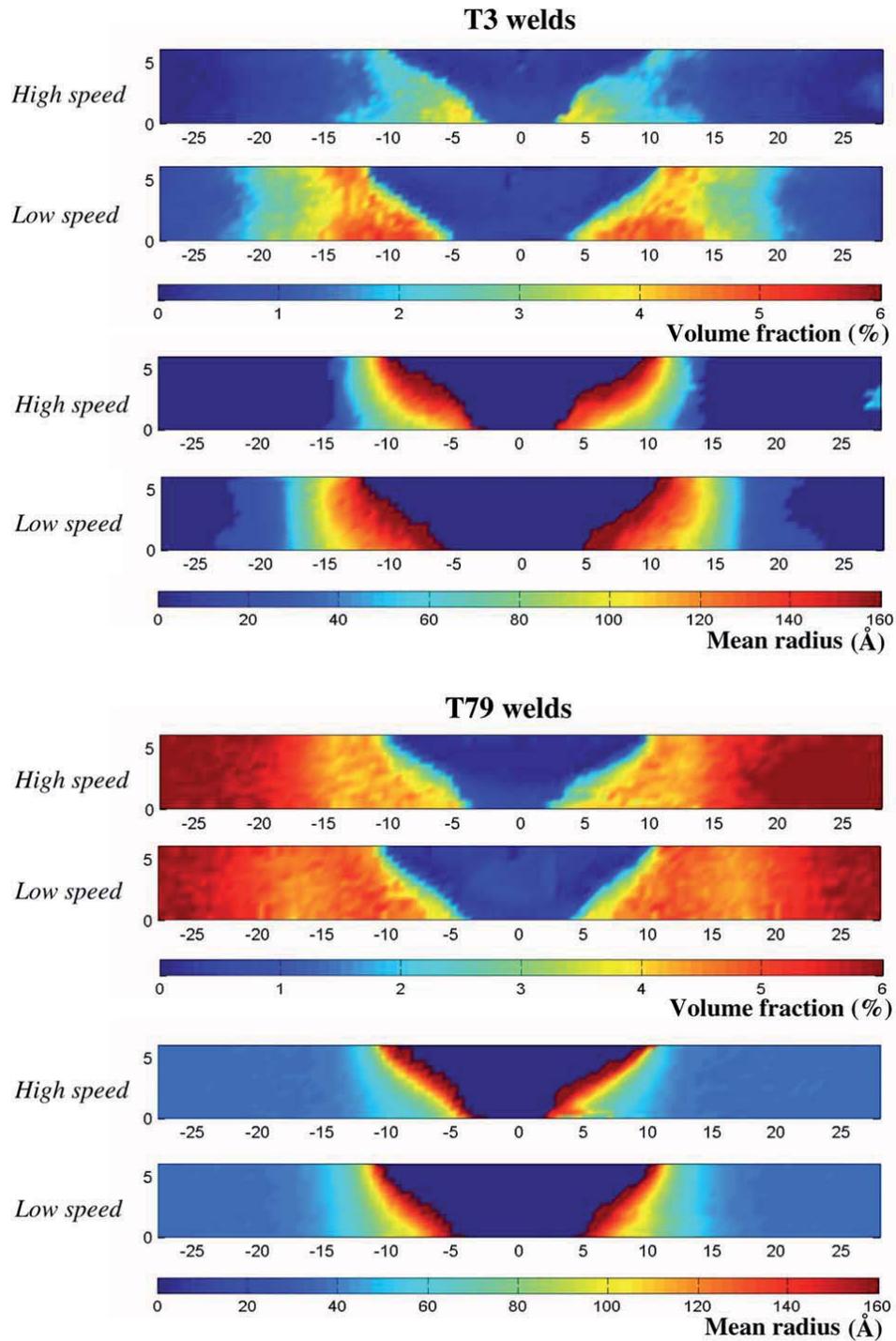


Abbildung 2.10: Verteilung und Größe der η -Partikel in einer Reibrührschweißnaht. Es wurden die Auslagerungszustände T3 und T79 sowie zwei Vorschubgeschwindigkeiten untersucht [38].

2.6 Simulation der Ausscheidungsprozesse in Aluminium

Ein wesentliches Argument für die Arbeit im VI-IPSUS ist die Verknüpfung von Prozeßsimulation und dem Experiment (vgl. Kap. 1). Erst wenn beide Komponenten miteinander verbunden werden, kann die Metallphysik hinter einem komplexen Fügeprozeß vollständig beschrieben werden. Aus diesem Grund wird an dieser Stelle kurz auf die grundlegenden Mechanismen der Werkstoffsimulation eingegangen.

Die Ausscheidungen einer zweiten Phase bestimmen bei vielen technischen Legierungen ihre Eigenschaften. Deswegen ist die Simulation dieser Ausscheidungsprozesse von großem Interesse für die Metallurgie. Es entstanden verschiedene Theorien zur Keimbildung, Wachstum und Vergrößerung der Partikel (vgl. 2.4). Kampmann und Wagner haben die Theorie zur Tröpfchenbildung von Flüssigkeiten [40] zur Beschreibung der Ausscheidungsbildung weiterentwickelt. Das MLS-Modell [41] beschreibt die Entwicklung von Partikelgröße und Volumenbruchteil für eine bestimmte Größenverteilung von Ausscheidungen. Dessen Weiterentwicklung, das KWN Modell [31], ermöglicht es, in einem numerischen Modell die komplette Entwicklung einer Größenverteilung vorherzusagen. Aufbauend auf Kapitel 2.4 ergibt sich für die Keimbildungsrate J [42]:

$$J = n_0 Z \beta e^{-\frac{4\pi \tilde{E}_{\alpha\beta} r_c^{*2} N_A}{3RT}} \cdot e^{-\frac{\tau}{t}} \quad (2.12)$$

Hierbei ist n_0 die Anzahl von Keimstellen im Volumen und Z der sog. Zeldovich-Faktor [43]. Unter der Annahme kugelförmiger Ausscheidungen gilt:

$$Z = \frac{V_m}{2\pi r^{*2} \sqrt{N_A}} \cdot \sqrt{\frac{\tilde{E}_{\alpha\beta}}{RT}} \quad (2.13)$$

$$\beta = \frac{4\pi r^{*2} c D}{a^4} \quad (2.14)$$

$$\tau = \frac{4}{2\pi \beta Z^2} = \frac{2RT N_A r^{*2} a^4}{V_m^2 \tilde{E}_{\alpha\beta} c D} \quad (2.15)$$

V_m bezeichnet das Volumen pro Atom, τ ist die Inkubationszeit und R ist die Boltzmann-Konstante. c bezeichnet die Konzentration von Fremdatomen in der Matrix und a die Gitterkonstante der ausgeschiedenen Phase. Die Diffusionskonstante D ist nach dem Arrhenius-Gesetz [44] abhängig von der Temperatur T . Bei bekannter Aktivierungsenergie Q_d gilt:

$$D = D_0 \cdot e^{-\frac{Q_d}{RT}} \quad (2.16)$$

2.6 Simulation der Ausscheidungsprozesse in Aluminium

Um dieses Modell auch für ausscheidungsgehärtete Aluminiumwerkstoffe einsetzen zu können, wurde es um die Beschreibung von homogenen und heterogenen Ausscheidungen erweitert [45]. Zudem kann die Vergrößerung beginnen, bevor die Keimbildung abgeschlossen ist, wenn die Grenzflächenenergie den kritischen Wert übersteigt. Beide Prozesse treten gleichzeitig auf.

Die Wachstumsgeschwindigkeit von Partikeln einer zweiten Phase wird durch Gleichung 2.8 beschrieben. Im ternären System Aluminium-Magnesium-Zink wird die Wachstumsrate durch das Element mit der geringsten Diffusionsrate bestimmt, dem Magnesium. So gilt nach Gl. 2.8:

$$v = \frac{dr}{dt} = \frac{c^{\text{Mg}} - c_R^{\text{Mg}}}{c_k^{\text{Mg}} - c_R^{\text{Mg}}} \cdot \frac{D^{\text{Mg}}}{r_0} = \frac{c^{\text{Zn}} - c_R^{\text{Zn}}}{c_k^{\text{Zn}} - c_R^{\text{Zn}}} \cdot \frac{D^{\text{Zn}}}{r_0} \quad (2.17)$$

In diesem Fall kann folgende Näherung angenommen werden [2]:

$$2D^{\text{Mg}} (c^{\text{Mg}} - c_R^{\text{Mg}}) = 2D^{\text{Zn}} (c^{\text{Zn}} - c_R^{\text{Zn}}) \quad (2.18)$$

Die Randkonzentration wird durch die Gibbs-Thomson-Gleichung (vgl. Abschnitt 2.4.2, Gl. 2.7) beschrieben. Mit der Randkonzentration kann das Löslichkeitsprodukt für das ternäre System Al-Mg-Zn in Abhängigkeit von der Partikelgröße r bestimmt werden:

$$K(r) = \left((c^{\text{Zn}})^2 (c^{\text{Mg}}) \right) \cdot \exp \left(\frac{2\tilde{E}_{\alpha\beta} V_m}{R_g T r_0} \right) \quad (2.19)$$

Dies gilt für Partikel mit der Zusammensetzung MgZn_2 , also auch die η -Ausscheidungen.

Das Reibrührschweißen ist durch eine hohe Deformation der Mikrostruktur geprägt. In diesem Fall sind nicht nur Ausscheidungen von Interesse, die homogen in der Matrix verteilt sind. An Korngrenzen und Versetzungen können sich zusätzlich heterogene Ausscheidungen bilden, die schneller wachsen können als die Ausscheidungen im Inneren der Körner. Dieser Effekt kann bei der Modellierung des Reibrührschweißens nicht vernachlässigt werden und wurde in das Modell aufgenommen [46–48]. Für die Korngrenzen muß eine modifizierte Keimbildungsrate J' angenommen werden [49]:

$$J' = n'_0 Z \beta' e^{-\frac{4\pi\tilde{E}'_{\alpha\beta} c^{*2} N_A}{3RT}} \cdot e^{-\frac{\tau}{t}} \quad (2.20)$$

Zudem muß auch die Diffusion im Bereich der Korngrenzen abgebildet werden.

2 Stand der Erkenntnisse

Für die Diffusionsgeschwindigkeit im Bereich der Korngrenze G gilt [46]:

$$v = \frac{dr}{dt} = \frac{c - c_R}{c_k - c_R} \frac{A_v \sqrt{D_v t}}{2\pi^{3/2} r} \quad (2.21)$$

D_v und D_g sind die Diffusionskonstanten für das Volumen bzw. für die Korngrenzen. A_v bezeichnet das Volumen, aus dem gelöste Atome aus dem Korninneren zu den Korngrenzen transportiert werden können.

$$A_v = 4\pi D_g \cdot \Delta t \quad (2.22)$$

Mit diesem Modell ist es möglich, die Entwicklung der η -Ausscheidungen für die verschiedenen Zonen einer Reibrührschweißnaht vorherzusagen. Im Rahmen der Arbeit des VI-IPSUS wurde das Modell an die experimentellen Bedingungen der *FlexiStir* angepaßt. Die in-situ Experimente haben gezeigt, daß insbesondere auch Ausscheidungen entlang der Korngrenzen berücksichtigt werden müssen. Erst wenn diese gesondert in dem Modell berücksichtigt werden, ist es möglich, die experimentellen Ergebnisse vollständig zu beschreiben.

Auch Wärmeerzeugung und Wärmeverteilung können unter Berücksichtigung der Materialeigenschaften des Schweißgutes, der Geometrie des Werkzeugs und des Werkstücks sowie den Prozeßparametern simuliert werden [50]. Hierfür wird der Materialfluß um das Werkzeug in einem zweidimensionalen, asymmetrischen Modell abgebildet und mit einem dreidimensionalen Temperaturmodell verbunden. Um das grundlegende Werkstoffverhalten unter starker plastischer Verformung zu bestimmen, können mit einer thermomechanischen Gleeble-Prüfanlage Kompressionsexperimente bei hohen Temperaturen durchgeführt werden. Die Temperaturen und Verformungsraten entsprechen in etwa den Bedingungen in der Rührzone einer Reibrührschweißnaht. Auf diese Weise können werkstoffspezifische Parameter wie die Zähigkeit und Belastbarkeit für das thermomechanische Modell ermittelt werden [51]. Die Simulationsergebnisse können mit Thermoelementmessungen während des Reibrührschweißprozesses validiert werden [52, 53]. Abbildung 2.11 zeigt den Vergleich von der Simulation der Temperaturverteilung mit Ergebnissen von Thermoelementmessungen, die an der *FlexiStir*-Anlage durchgeführt wurden. Das Modell liefert für verschiedene Bereiche der Wärmeeinflußzone gute Übereinstimmung mit dem Experiment. Die Vorhersage der dreidimensionalen Temperaturverteilung kann für die Mikrostruktur-Modellierung genutzt werden [54–56].

2.6 Simulation der Ausscheidungsprozesse in Aluminium

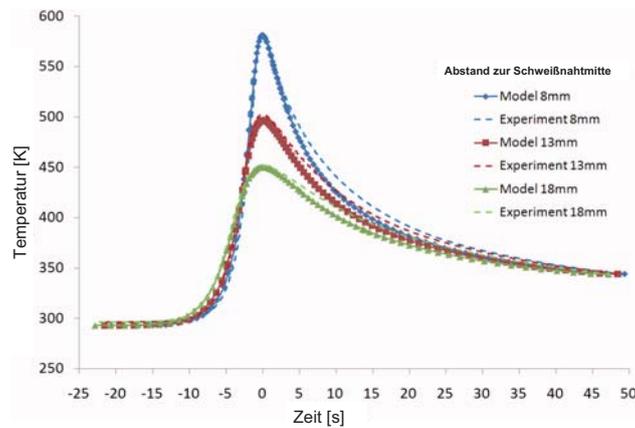


Abbildung 2.11: Simulation von Temperaturprofilen für verschiedene Abstände zur Mitte einer Reibrührschweißnaht. Im Vergleich dazu werden mittels Thermoelementen gemessene Temperaturprofile gezeigt. Die modellierte Temperaturverteilung wird durch die Messungen bestätigt [52].

3 Experiment

3.1 Streutheorie

Die wichtigsten Sonden zur Untersuchung der kondensierten Materie sind Elektronen, Neutronen sowie Röntgenstrahlung. Mit ihrer Hilfe ist es möglich, Informationen über Struktur und Zusammensetzung zu erlangen. Die Bragg-Streuung erlaubt die Analyse von Kristallstrukturen [57]. Zur Untersuchung von schwach geordneten Systemen wie zum Beispiel Makromolekülen, Gläsern, Porenverteilungen oder auch Kristalldefekten eignet sich die Kleinwinkelstreuung [58–60]. Die mathematische Grundlage dieser Streuprozesse bildet die klassische Streutheorie nach J.J. Thomson [61] und P. Debye [62].

Für eine allgemeine Beschreibung des Beugungsphänomens können im Falle von Photonen bzw. Neutronen folgende Annahmen gemacht werden: Zum einen geht man davon aus, daß ein gestreuter Strahl nicht ein zweites Mal gestreut wird. Dies bedeutet, daß Mehrfachstreuungen von der Beschreibung ausgenommen bleiben. Zum zweiten wird die kohärente Streuung der einlaufenden Wellen vorausgesetzt [58]. Diese kinematische Theorie entspricht der Born'schen Näherung, welche in der quantenmechanischen Beschreibung der Streuung verwendet wird. Diese Näherung ist für die Beugung von Elektronen nicht zulässig, da in diesem Fall auch die Mehrfachstreuung in Betracht gezogen werden muß.

Ein Bündel Photonen bzw. Neutronen mit der Energie E kann durch den Wellenvektor \vec{k} beschrieben werden. Für die Energie der Photonen gilt:

$$E = \hbar \vec{k} c = \frac{hc}{\lambda} \quad (3.1)$$

Dabei ist c die Lichtgeschwindigkeit im Vakuum, h das Planck'sche Wirkungsquantum und λ steht für die Wellenlänge der Strahlung. Für Neutronen mit der Masse m_n gilt folgende Beziehung:

$$E = \frac{\hbar^2 |\vec{k}|^2}{2m_n} = \frac{h^2}{2m_n \lambda^2} \quad (3.2)$$

Am Ort Q wird eine Kugelwelle ausgestrahlt. Diese kann in großer Entfernung (\vec{L}) zum Quellpunkt als ebene Wellenfront angenommen werden. Wenn die Wellenfront am Ort P auf ein Streuzentrum trifft, dann gilt für die Amplitude A zur

3 Experiment

Zeit t :

$$A_P(t) = A_0 \cdot e^{i\vec{k}(\vec{L}+\vec{r})-i\omega_0 t} \quad (3.3)$$

Dabei beschreibt ω_0 die Kreisfrequenz der einlaufenden Welle und A_0 deren Amplitude. An jedem Streuzentrum werden erneut Kugelwellen erzeugt, deren Zeitabhängigkeit von der einlaufenden Wellenfront bestimmt wird. Die Amplitude und relative Phase der gestreuten Wellen werden durch die komplexe Phase $\rho(\vec{r})$ beschrieben. Für einen außenstehenden Beobachter am Punkt B stellt sich folgendes Bild dar:

$$A_B(t) = A_P(\vec{r}) \cdot t \cdot \rho(\vec{r}) \cdot \frac{e^{ik'|\vec{L}'+\vec{r}|}}{|\vec{L}' + \vec{r}|} \quad (3.4)$$

Ist der Abstand vom Beobachter zum Streuzentrum hinreichend groß, so läßt sich Gleichung 3.4 vereinfachen:

$$A_B(t) = A_P(\vec{r}) \cdot t \cdot \rho(\vec{r}) \cdot \frac{e^{ik'|\vec{L}'+\vec{r}|}}{L'} \quad (3.5)$$

Um die Gesamtstreuamplitude am Punkt B zu erhalten, integriert man über das gesamte Probenvolumen am Punkt P :

$$A_B(t) \propto e^{-i\omega_0 t} \int \rho(\vec{r}) e^{i(\vec{k}-\vec{k}')\vec{r}} d^3r \quad (3.6)$$

Ausgehend von der elastischen Streuung sind die Beträge des einfallenden Wellenvektors \vec{k} und des ausgehenden Wellenvektors \vec{k}' gleich.

$$|\vec{k}| = |\vec{k}'| = \frac{2\pi}{\lambda} \quad (3.7)$$

Der Wellenvektorübertrag oder auch Streuvektor \vec{q} ist die Differenz der Wellenvektoren und schließt den Streuwinkel 2θ ein.

$$\vec{q} = \vec{k}' - \vec{k} \quad (3.8)$$

Dies entspricht der Streuung an einem starren Gitter mit einer zeitunabhängigen Streudichte $\rho(\vec{r})$.

Durch das Streuexperiment im Labor ist allerdings nur die Streuintensität $I(\vec{q})$ zugänglich. Es folgt also mit Gleichung 3.6:

$$I(\vec{q}) = |A(\vec{q})|^2 = I_0 \left| \sum_r \rho(\vec{r}) \cdot e^{i\vec{q}\vec{r}} \right|^2 \quad (3.9)$$

I_0 stellt die Primärintensität des einfallenden Strahls dar. Die meßbare Streuintensität ist also das Absolutquadrat der Streudichte nach einer Fourier-Transformation. Aus einer direkten Messung kann somit keine Phaseninformation gewonnen werden. Um aus der gemessenen Intensität die Streudichte zu errechnen, muß eine wahrscheinliche Modellstruktur an die Intensitätsdaten angepaßt werden. Die Streudichte $\rho(\vec{r})$ einer Kristallstruktur kann als Faltung der Streufunktion der Basis $\rho_B(\vec{r})$ und der Gitterfunktion $g(\vec{r})$ beschrieben werden. Die Gitterfunktion $g(\vec{r})$ bildet eine Summe von Deltafunktionen aller Gitterpunkte \vec{R} des Bravais-Gitters:

$$g(\vec{r}) = \sum_{\vec{R}} \delta(\vec{r} - \vec{R}) \quad (3.10)$$

Eingesetzt in den Faltungssatz ergibt dies:

$$A_B \propto FT(g \otimes \rho_b) = FT(g) \cdot FT(\rho_b) \quad (3.11)$$

Damit erhält man die Fouriertransformierte der Gitterfunktion $g(\vec{r})$:

$$FT(g) = \int \sum_{\vec{R}} \delta(\vec{r} - \vec{R}) e^{-t\vec{q}\vec{R}} d^3r = \sum_{\vec{R}} e^{t\vec{q}\vec{R}} \quad (3.12)$$

Gleichung 3.12 liefert die Anzahl aller Gitterpunkte N des Bravais-Gitters für den Fall, daß $\vec{q} = \vec{G}$ ist, andernfalls ist das Ergebnis 0. Ist diese sog. von-Laue-Bedingung erfüllt, so spricht man auch von konstruktiver Interferenz. Für den Fall der elastischen Streuung ($q = 0$) gilt nach Gleichung 3.12:

$$|\vec{G}| = 2k \cdot \sin \theta \quad (3.13)$$

Mit (3.1) folgt hieraus die Bragg-Gleichung [57]:

$$n \cdot \lambda = 2d^{hkl} \sin \theta^{hkl} \quad (3.14)$$

Hierbei ist n eine ganze, positive Zahl und d stellt den Abstand der Gitternetzebenen dar. Die Bragg-Gleichung beschreibt äquivalent zur von-Laue-Bedingung die Streuung eines Röntgenstrahls an der Netzebenenschar eines Kristallgitters. Ein Röntgenreflex tritt also nur bei einer konstruktiven Interferenz auf. Über die Messung des Streuwinkels θ^{hkl} läßt sich der Gitternetzebenenabstand d^{hkl} bestimmen. Die Netzebenenschar wird durch die Miller'schen Indizes (hkl) identifiziert. Durchdringt die Sonde die Probe, wird sie zu einem Teil absorbiert. Die Absorption wird bestimmt durch den sog. Absorptionsquerschnitt σ^{Abs} . Da Photonen durch Photoabsorption mit den Hüllenelektronen wechselwirken, nimmt der Absorptionsquerschnitt mit steigender Kernladungszahl Z zu [63]. Der Absorptionsquerschnitt ist zudem abhängig von der Energie der streuenden Teilchen. Je höher

3 Experiment

deren Energie ist, desto geringer ist der Absorptionsquerschnitt.

$\frac{\mu}{\rho}$ beschreibt die Massenabsorption, die von der chemischen Zusammensetzung des Materials abhängt. Ausgehend von der Primärintensität I_0 kann die absorbierte Intensität bestimmt werden.

$$I = I_0 e^{-\frac{\mu}{\rho} \cdot D} \quad (3.15)$$

D bezeichnet die Dicke des Materials, das durchdrungen werden muß.

Die Streudichte ρ ist im allgemeinen auch abhängig von \vec{q} . Für die Vorwärtsstreuung, also $q \approx 0$, kann dieser Anteil vernachlässigt werden und es gilt:

$$\rho = Z r_e = \frac{Z e^2}{m_e c^2}; e^2 = \frac{q_e^2}{4\pi \epsilon_0} \quad (3.16)$$

e und m_e stellen die Ladung des Elektrons und die Elektronenmasse dar. q_e und ϵ_0 sind die Einheitsladung des Elektrons und die Dielektrizitätskonstante des Vakuums. Diese Näherung liefert gemeinsam mit Gl. 3.9 die nach Thomson benannte Streuintensität [61]:

$$I = \frac{I_0}{a^2} \frac{e^2}{m_e c^2} \frac{1 + \cos^2(2\theta)}{2} \quad (3.17)$$

Im Falle der Kleinwinkelstreuung kann $\cos^2(2\theta)$ jedoch zu Null gesetzt werden. Die Intensität besitzt keine 2θ Abhängigkeit.

Für Neutronen ist der Absorptionsquerschnitt nicht proportional zu Z , da die Neutronen mit den Atomkernen wechselwirken. Bereits für verschiedene Isotope eines Elementes ist ρ unterschiedlich. Die Werte für die Streulänge b können aus Tabellen [64] entnommen werden.

Der Wirkungsquerschnitt σ gibt die Wahrscheinlichkeit dafür an, daß ein Teilchen gestreut wird. Er ist definiert als Quotient aus der Anzahl der gestreuten Teilchen und der Zahl einfallender Teilchen pro Fläche. Der makroskopische Wirkungsquerschnitt Σ errechnet sich aus der Multiplikation des mikroskopischen Wirkungsquerschnitts σ mit der Anzahl der Streuer im Volumen. Die Intensität der gestreuten Teilchen im Raumwinkel Ω wird dann als differentieller Wirkungsquerschnitt $d\Sigma/d\Omega$ angegeben:

$$\frac{d\Sigma}{d\Omega} = \frac{1}{V_{at}} \cdot \frac{d\sigma}{d\Omega} \quad (3.18)$$

V_{at} ist das Atomvolumen.

In Abbildung 3.1 ist der schematische Aufbau eines Kleinwinkelstreuexperimentes dargestellt. Im idealen Fall müßte zur Messung der exakten Streuintensität die genutzte Strahlung rein monochromatisch und kollimiert sein. Die Detektorpixel müßten hingegen für eine optimale Winkelauflösung unendlich klein sein. Die Detektorfläche besteht im realen Experiment aus einer endlichen Anzahl von Pi-

xeln. Diese haben bei modernen 2D-Detektoren eine Größe von 30 - 150 μm . Der Röntgenstrahl ist divergent und hat eine endliche Energieverteilung. Zusätzlich wird das Kleinwinkelstreusignal von einem isotropen Untergrund überlagert (vgl. Abb. 3.2).

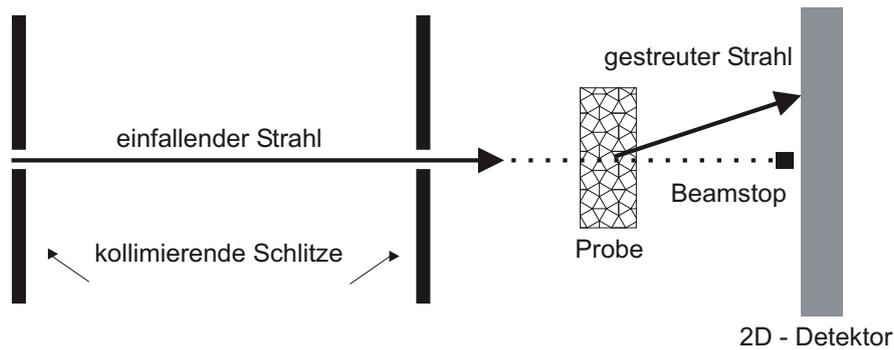


Abbildung 3.1: Schematischer Aufbau eines Kleinwinkelstreuexperiments. Der Strahl fällt senkrecht zur Probenoberfläche ein. Der Detektor befindet sich in großer Entfernung zur Probe.

Im Experiment wird die in das Raumwinkelement $\Delta\Omega$, also ein Pixel, gestreute Intensität I im Verhältnis zur Primärintensität I_0 gemessen. Nach Gleichung 3.18 kann daraus der makroskopische differentielle Streuquerschnitt bestimmt werden.

$$\frac{d\Sigma}{d\Omega} = \frac{1}{V_{at}} \cdot \frac{I(\sigma)}{I_0 D \Delta\Omega T} \quad (3.19)$$

Als Eigenschaften der Probe gehen die Probendicke D und die materialabhängige Probentransmission T in die Gleichung ein.

Aus den gemessenen Streukurven kann die Größenverteilung der streuenden Partikel bestimmt werden, da die Größenverteilung $p(r)$ den Streuquerschnitt bestimmt:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega}(q) = 4\pi N \int p(r) \frac{\sin(qr)}{qr} dr \quad (3.20)$$

N ist hierbei die Teilchenanzahl.

Der Prozeß der Streuung kann im mathematischen Modell auch als Fourier-Transformation beschrieben werden. Durch die Fourier-Transformation ist es prin-

3 Experiment

ziell möglich, die Informationen der streuenden Partikel aus den Streukurven zu ermitteln. Aufgrund der experimentellen Einschränkungen (s.o.) müssen indirekte Methoden genutzt werden, um die Transformation durchzuführen [65]. Die Methode der indirekten Fourier-Transformation (IFT) wurde 1977 von O. Glatter vorgestellt [66] und von Moore [67] weiterentwickelt. Die Größenverteilung $p(r)$ wird nicht direkt transformiert, sondern zunächst parametrisiert. $p(r)$ kann durch eine Linearkombination endlich vieler Basisfunktionen $\varphi_v(r)$ angenähert werden:

$$p_A(r) = \sum_{v=1}^N c_v \cdot \varphi_v(r) \quad (3.21)$$

Als Basisfunktion können unter anderem kubische B-Splines [68] genutzt werden. Damit kann auch der Wirkungsquerschnitt für jedes streuende Teilchen j auf die gleiche Weise berechnet werden:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega}(q_j) = \sum_{v=1}^N c_v \left[\frac{d\sigma}{d\Omega}(q_j) \right]_v \quad (3.22)$$

Mit der Methode der Minimierung der Fehlerquadrate kann Gleichung (3.22) an die gemessene Streukurve angepaßt werden. Dadurch gewinnt man einen Satz Koeffizienten c_v , mit deren Hilfe aus Gleichung (3.21) die entsprechende Größenverteilung $p(r)$ berechnet werden kann.

Abbildung 3.2 zeigt simulierte Streukurven für unterschiedliche Größenverteilungen. Verglichen wird eine Größenverteilung mit einem mittleren Radius von 4 nm (Abb. 3.2.a) mit der Streukurve von Teilchen mit einem mittleren Radius von 80 nm. Das Maximum der Streukurve verschiebt sich hierbei zu kleineren q -Werten. Im realen Experiment wird das gemessene Signal durch einen isotropen Untergrund überlagert (Abb. 3.2.c+d). Gelb hinterlegt ist der q -Bereich, der durch die Kleinwinkelstreuexperimente am Meßplatz HARWI II zugänglich ist. Ist die Partikelverteilung zu groß, kann nur noch der Abfall der Streukurve mit q^{-4} gemessen werden. Eine Bestimmung der Größenverteilung nach Gleichung (3.22) ist in diesem Fall nicht möglich. Es können am Meßplatz nur Größenverteilungen bis ca. 20 nm Radius bestimmt werden.

3.2 Der Synchrotronmeßplatz HARWI II

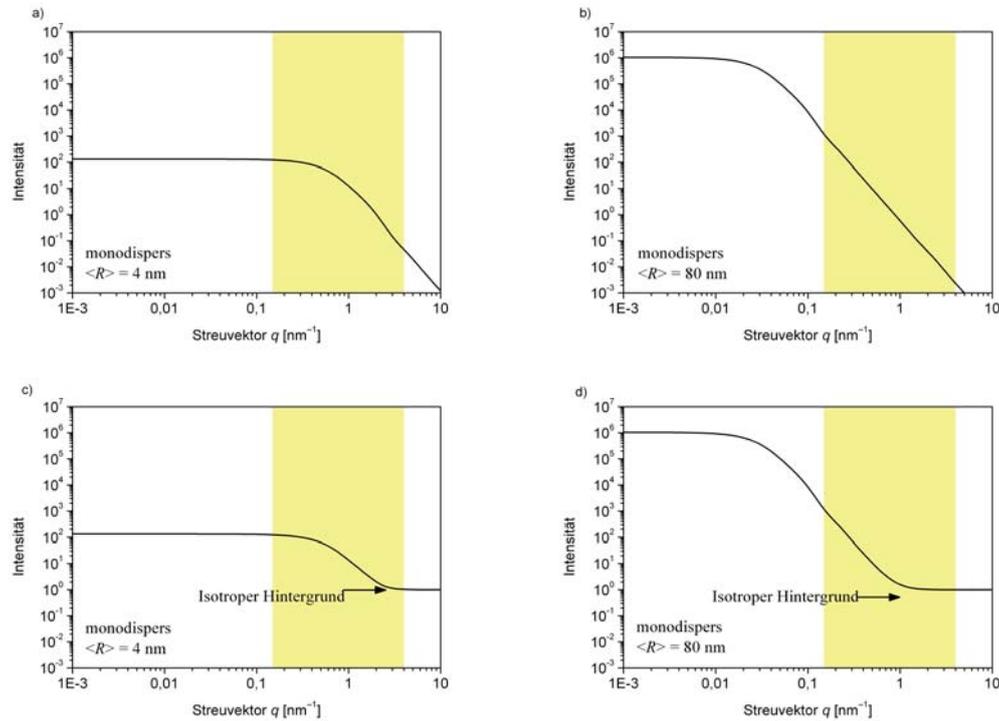


Abbildung 3.2: Simulierte Streukurven für Partikel zweier Größenverteilungen, der mittlere Radius beträgt 4 nm (a) bzw. 80 nm (b). Zusätzlich wird der Einfluß eines isotropen Untergrundes auf die Streukurven dargestellt (c & d). Der gelb hinterlegte Bereich markiert den im Experiment zugänglichen q -Bereich.

3.2 Der Synchrotronmeßplatz HARWI II

Die in dieser Arbeit vorgestellten Synchrotronmessungen wurden an dem Hamburger Synchrotron Strahlungslabor (HASYLAB) am Deutschen Elektronen-Synchrotron (DESY, Hamburg) durchgeführt. Der Speicherring DORIS III wird seit 1993 ausschließlich zur Erzeugung von Synchrotronstrahlung genutzt. Der Speicherring ist eine Röntgenquelle der zweiten Generation und hat einen Umfang von etwa 289 m. DORIS III wird mit Positronen (e^+) mit einer Energie von 4,45 GeV betrieben. Der Strahlstrom von 140 mA fällt in etwa 8 Stunden exponentiell auf 90 mA ab. Der genutzte Meßplatz HARWI II (W2) wird vom Helmholtz-Zentrum Geesthacht (HZG) betrieben. Als Hochenergie-Meßplatz wird er hauptsächlich für materialwissenschaftliche Fragestellungen genutzt. Die technischen Details wurden z.B. in [69, 70] veröffentlicht. Die Abb. 3.3 zeigt den schematischen Aufbau von HARWI II, beginnend mit dem Wiggler für harte Röntgenstrahlung im Speicherring DORIS III. Auf ihn folgen die Strahlführung zur Beamline und eine große Optikhütte. In dieser befindet sich der große Monochromatortank. Anschließend

3 Experiment

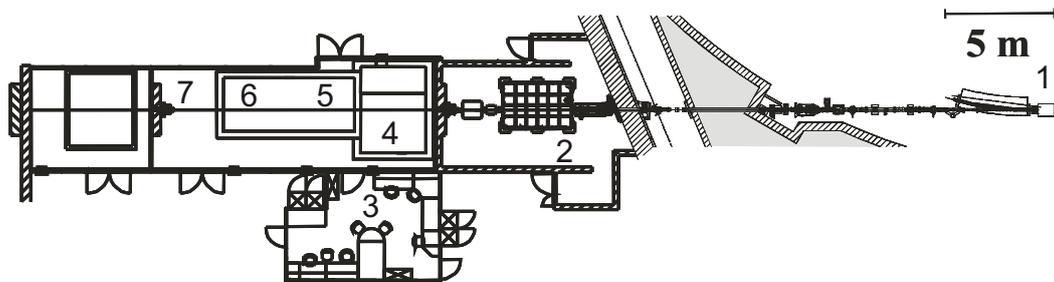


Abbildung 3.3: Schematischer Aufbau des Synchrotronmeßplatzes HARWI II,

- 1 - Wiggler 2 - Monochromator
- 3 - Kontrollhütte 4 - Schwerlastdiffraktometer
- 5 - FlexiStir Aufbau 6 - Beamstop-Position
- 7 - Detektor in SAXS-Position

folgt die erste Experimentierhütte. In der Hütte befinden sich ein Schwerlastdiffraktometer und zwei Tomographieaufbauten. Letztere sind auf Hubtischen montiert und können im Boden versenkt werden. Die Experimentierhütte hat eine Länge von etwa 12 m und eine Breite von 6 m. Diese Abmessungen ermöglichen es, sowohl große Probenumgebungen wie *FlexiStir* in der Hütte zu betreiben, als auch Kleinwinkelstreuexperimente durchzuführen. Den Abschluß bildet eine große Stempelpresse für geophysikalische Hochdruckexperimente. Diese wird vom Geoforschungszentrum Potsdam (GFZ) betrieben. Der Betrieb der Experimente erfolgt aus der Kontrollhütte.

Am Meßplatz HARWI II sind zwei unterschiedliche Monochromatoren installiert. Beide befinden sich in dem gleichen Vakuumtank. Ein vertikal reflektierender Monochromator in Laue-Laue bzw. Laue-Bragg Geometrie, welcher für die tomographischen Anwendungen verwendet wird. Für die Diffraktionsexperimente steht ein Doppel-Laue Monochromator in horizontaler Geometrie zur Verfügung. Zur Zeit werden imperfekte Silizium (Si(111)) Kristalle und mit Germanium dotierte Siliziumgradientenkristalle verwendet. Der maximal nutzbare Strahlquer-

schnitt beträgt $10 \times 10 \text{ mm}^2$ für Diffraktionsexperimente. Der Monochromator ist für einen Energiebereich von 60 - 200 keV optimiert.

DORIS III		
Positronenenergie	GeV	4,45
Ringstrom	mA	140 - 70
Wiggler HARWI II		
Länge	m	4
Periodenlänge	mm	110
Anzahl der Pole		35
Minimales Gap	mm	14
Maximale Feldstärke B_0	T	1,98
Gesamtleistung	W/mA	193
maximaler K-Wert		20,3
Kritische Energie	keV	26,7
Quellgröße hor. / vert.	mm	1,797 / 0,514
Divergenz hor. / vert.	mrad	0,144 / 0,066
Filter		
Kohlenstoff	mm	3 / 7
Kupfer	mm	1 / 2
Monochromator		
Typ		Doppel-Laue in Vakuum
Kristallpaare		Si-111 & Si-Ge-Gradientenkristalle
Energiebereich	keV	60 - 200
maximale Strahlgröße	mm^2	10×10
Weißstrahloption	mm^2	$0,5 \times 0,5$

Tabelle 3.1: Kenndaten des Meßplatzes HARWI II [71]

3.3 In-situ Reibrührschweißen mit FlexiStir

3.3.1 Die FlexiStir-Einheit

Die *FlexiStir*-Anlage [4] ist eine kompakte und mobile Reibrührschweißeinheit, welche am Helmholtz-Zentrum Geesthacht gebaut und patentiert wurde. Die Maschine ist mit einem variabel einsetzbaren Schweißkopf und Kraftsensoren ausgerüstet. Mit ihrer Hilfe ist es möglich, den Reibrührschweißprozeß selbst in verschiedenen Konfigurationen zu untersuchen. Die kleinen Abmessungen der Anlage

3 Experiment

machen auch einen Einsatz von *FlexiStir* am Meßplatz HARWI II möglich. Die Anlage verfügt über ein Gelenk, welches es ermöglicht, die komplette Anlage anzukippen (s. Abb. 3.6). Seit dem Sommer 2010 ist dieser Freiheitsgrad motorisiert, was die Ausrichtung von *FlexiStir* zum Röntgenstrahl sehr vereinfacht. Die *FlexiStir* besitzt zwei parallele Vorschubeinheiten. Der Hauptvorschub bewegt das zu schweißende Blech gegenüber dem Werkzeug. Er definiert Nahtlänge und Vorschubgeschwindigkeit. Die Justage der Position gegenüber dem Synchrotronstrahl erfolgt mit dem Nebenvorschub. Dieser ist unter dem Hauptvorschub montiert und bewegt so die komplette Schweißeinheit inklusive Schweißkopf. An der Basis der Anlage sitzt der Querhub. Mit ihm ist es möglich, die Anlage seitlich zum Röntgenstrahl auszurichten.

Für die in-situ Schweißexperimente stehen zwei Modi zur Verfügung:

- Im stationären Modus dient der Nebenvorschub lediglich zur Positionierung des Aufbaus und steht während des Schweißens still. In diesem Fall bleibt der Abstand des Synchrotronstrahls zum Werkzeug während der Belichtung konstant. Der Strahl überstreicht die Naht der Länge nach und die erhaltene Information wird über die Nahtlänge gemittelt (vgl. Abschnitt 2.2.2).
- Im transienten Modus wird die Bewegung des Hauptvorschubes während des Schweißens vom Nebenvorschub ausgeglichen. Beide Vorschübe fahren gegengekoppelt. Auf diese Weise wird immer dasselbe Probenvolumen vom Röntgenstrahl beleuchtet. Bei schneller Bildfolge ist so die thermo-mechanische Geschichte eines bestimmten Probenvolumens zugänglich.

Für die in-situ Untersuchungen mit *FlexiStir* wird die Maschine oberhalb der Hubtische von HARWI II aufgebaut (Abb. 3.3). Um die Probe während des Schweißens in der Nähe des Werkzeugs durchdringen zu können, werden der Haupt- und der Nebenvorschub um $57,5^\circ$ angekippt. Diese Geometrie ist in der Abbildung 3.4 skizziert. Der Abstand zwischen dem Meßvolumen und der Schulterkante wird mit d_k bezeichnet.

In die Unterlage sind eine Nut und ein 3 mm breiter Spalt eingefräst. Dieser Spalt wird mit einem 1,5 mm starken Streifen aus reinem (99,9%) Kupfer abgedeckt. Die Kupferunterlage verhindert, daß plastisches Material in den Spalt fließen kann. Jedoch kann diese Unterlage bei geeigneter Photonenenergie vom Röntgenstrahl durchdrungen werden. Reines Kupfer enthält zudem keine Ausscheidungen, deren Streuung den Signaluntergrund während der Messungen erhöhen würde. Vergleichend wurde eine Unterlage aus Edelstahl untersucht. Diese enthält zwar auch keine sichtbaren Ausscheidungen, liefert aber aufgrund der höheren Absorption die schlechteren Ergebnisse (vgl. Abb. 3.5).

Auf der Unterlage liegt das eigentliche Werkstück. Um das Spannen des Werkstücks zu erleichtern, werden nicht zwei Bleche miteinander verschweißt, sondern

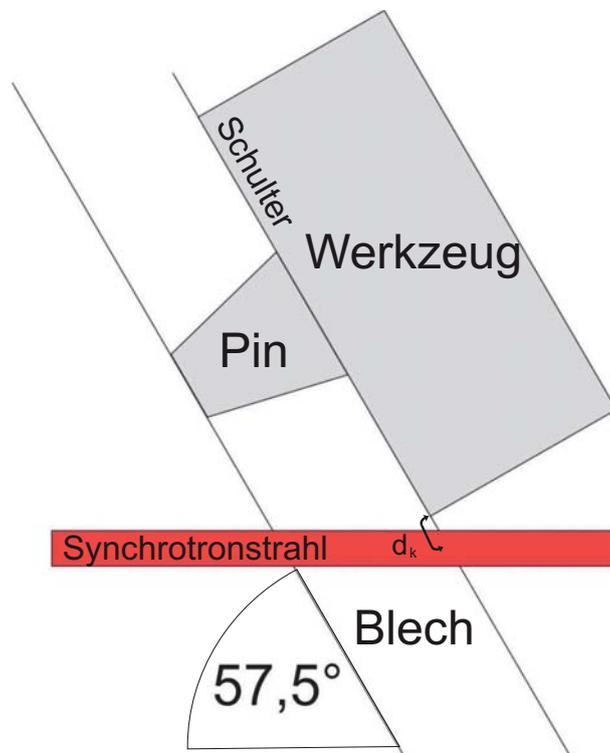


Abbildung 3.4: Skizze des Strahlenganges (rot) bei aufgeklappter *FlexiStir*. Benannt ist zudem das Werkzeug mit dem Schulterbereich und dem Pin. Mit d_k wird der Abstand zwischen dem Meßvolumen und der Schulterkante bezeichnet.

lediglich ein Blech plastifiziert. Hierdurch kann ein möglicher Einfluß durch Spannen der Bleche weitestgehend ausgeschlossen werden. Bei unsauberem Spannen der Bleche könnten sich diese beim Eindringen des Werkzeugs aufwölben. Dies führt zu erhöhten Drehmomenten während des Prozesses. Für die Messungen wurde jeweils eine Schweißnaht im mittleren Bereich des Bleches produziert. Anschließend kühlt das Werkstück bei Raumtemperatur ab. Für die Schweißversuche an Aluminiumlegierungen wird ein Werkzeug mit einem an drei Seiten abgeflachten, konischen Pin verwendet (s. Abb. 2.2). Der Pin-Durchmesser beträgt 5 mm. Die Werkzeugschulter hat einen Durchmesser von 13 mm (vgl. Abb. 2.2). Die Schultergeometrie ist gerundet, es wird ohne Anstellwinkel geschweißt. Die Eindringtiefe des Werkzeugs erfolgt positionsgesteuert. Dies hat zur Folge, daß eventuelle Unebenheiten des Werkstücks nicht ausgeglichen werden und es somit zu einem Kraftanstieg kommen kann. Die Messungen haben ergeben, daß reproduzierbare Schweißnähte gleicher Güte erzeugt werden konnten (vgl. Abschnitt

3 Experiment

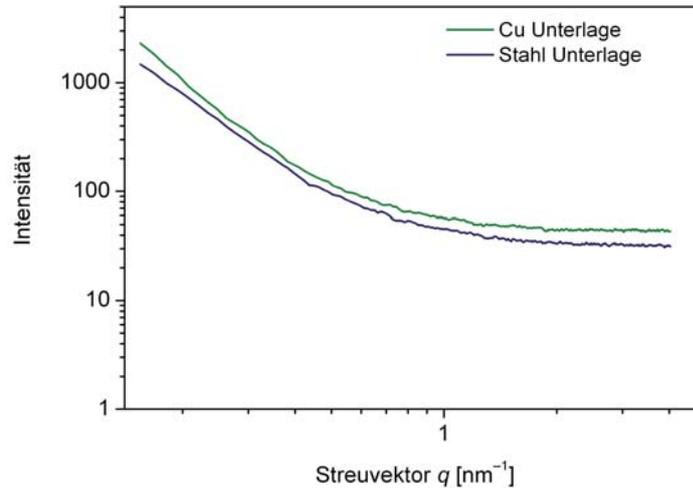


Abbildung 3.5: Messung des Streuuntergrunds, vergleichend für eine Kupfer- sowie eine Stahlunterlage. Die Dicke der Unterlage beträgt jeweils 1,5 mm.

4.1.1). Eine Kraftregelung stand zum Zeitpunkt der Versuchsdurchführung noch nicht zur Verfügung. Diese ist mittlerweile nachgerüstet worden, um den Prozeßverlauf zu optimieren.

3.3.2 SAXS-Aufbau

Der Detektor wurde für die Kleinwinkelstreuexperimente in dem maximal möglichen Abstand vom Probenort positioniert. Dieser betrug 7065 mm. Aufgrund des geringen Strahlungsuntergrundes wurde für die SAXS-Messungen ein mar345 Image Plate Detektorsystem verwendet. Die Pixelgröße des Detektors beträgt $150 \mu\text{m}$. Der Nachteil dieses Systems war seine lange Auslesezeit von ca. 100 s. Aus diesem Grund konnten zunächst nur Messungen im stationären Modus der *FlexiStir* durchgeführt werden. Die Belichtungszeit der Aufnahmen beträgt 10 s. Dies bedeutet, daß das gestreute Signal über eine Schweißnahtlänge von 20 mm bis 80 mm gemittelt wurde, je nach Vorschubgeschwindigkeit. Es wurde sichergestellt, daß sich im Bereich der Messung ein quasi-stationärer Zustand ausgebildet hatte. Nach dem Eindringen des Pins und der Aufwärmphase mit Schulterkontakt wurde zunächst der Vorschub gestartet. Erst 8 s später wurde mit der Belichtung begonnen, in dieser Zeit wurden etwa zwei Drittel der Gesamtlänge der Schweißnaht erzeugt.

In einem Abstand von 3145 mm hinter der Probe wurde der Strahlfänger (engl. *Beamstop*) aufgebaut. Die Aufgabe dieses 2 mm breiten Bleizylinders ist es, den

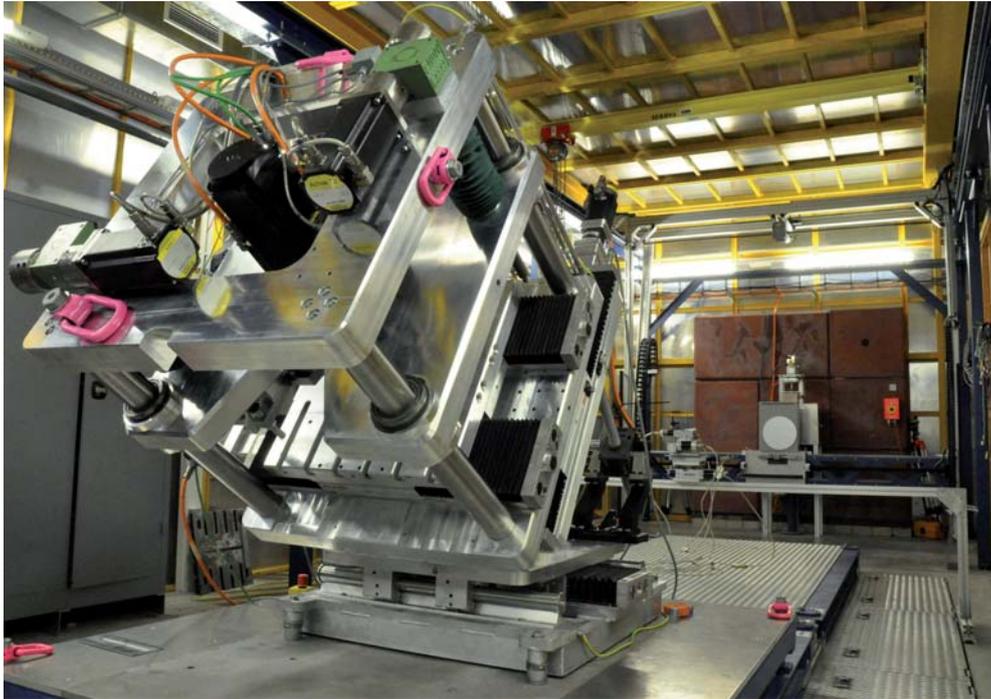


Abbildung 3.6: *FlexiStir* am Meßplatz HARWI II, im Hintergrund Beamstop und der mar345 Detektor

direkten Röntgenstrahl vom Detektor abzuschirmen. Andernfalls würde der Detektor unmittelbar gesättigt bzw. zerstört. Der Durchmesser des Beamstops ist möglichst klein zu wählen, um den sichtbaren q-Bereich zu maximieren. Gleichzeitig ist bei zeitaufgelösten Messungen abzuwägen, ob der geringe Strahlquerschnitt ausreichend Fluß am Probenort liefert. Gerade bei Synchrotronquellen der zweiten Generation mit ihren relativ großen Quellgrößen und hoher Divergenz geht ein Großteil des Flusses verloren. Der Strahlquerschnitt wurde mittels dreier Blendenpaare eingestellt. Die Backen der Blenden bestehen aus Wolframkarbid und besitzen eine gerundete und polierte Oberfläche. Das zweite Blendenpaar schneidet den Strahl auf $200 \times 200 \mu\text{m}^2$ zu. Der Querschnitt der dritten Blende wird so groß gewählt, daß die Blende zwar die Streuung der zweiten Blende fängt, nicht jedoch den Primärstrahl berührt. Die Streuung an den Blendenbacken führt zu kräftigen Reflexen, welche den Detektor schnell sättigen und das Nutzsignal überlagern. Abbildung 3.8 demonstriert den Einfluß der justierten Blenden. In diesem Fall wurde für Blende 3 eine Größe von $380 \times 480 \mu\text{m}^2$ gewählt. Im Laufe der Meßzeiten wurden die Backen des zweiten Blendenpaares gegen Backen aus reinem Wolfram getauscht. Es zeigte sich (s. Abb. 3.9), daß diese angeschrägten Wolframblenden deutlich weniger streuten.

Für die Experimente wurden Photonen mit einer Energie von 70 keV gewählt, dies entspricht einer Wellenlänge von $0,177 \text{ \AA}$.

3 Experiment



Abbildung 3.7: Blick auf den Probenort der *FlexiStir*. Das Werkzeug setzt auf das Aluminiumblech auf und der grüne Laserpunkt deutet die Meßposition in der Wärmeeinflußzone seitlich zum Werkzeug an.

Für die Schweißversuche wurde der Aluminiumwerkstoff AA7449 verwendet. Hierbei handelt es sich um eine auslagerbare Al-Zn-Mg-Legierung. Der Werkstoff liegt in der Wärmebehandlungsstufe TAF (*tempered for age forming*) vor. Dies ist eine Vorstufe zur eigentlichen Auslagerung für maximale Härte. Die genaue Legierungszusammensetzung ist der Tabelle 3.2 zu entnehmen. Die Bleche haben eine Stärke von 3,2 mm, die Blechgröße beträgt $150 \times 300 \text{ mm}^2$.

Abbildung 3.10 zeigt die Rohdaten der Kleinwinkelstreuung, die mit der Image Plate aufgenommen wurden. Die Meßdaten wurden mit Hilfe des Programms Fit2D [72] normalisiert und um den direkten Strahl azimutal integriert. Die Streukurven wurden anschließend mit dem Programm SANSFitStd [73] analysiert. Aus den angepaßten Größenverteilungen erhält man den mittleren Radius sowie den Volumenbruchteil der Partikel. Als Größenverteilung wurde eine logarithmische

Zn	Mg	Cu	Zr	Al
8,4	2,1	1,8	0,1	Rest

Tabelle 3.2: Legierungsbestandteile des Werkstoffes AA7449 in Gewichtsanteilen

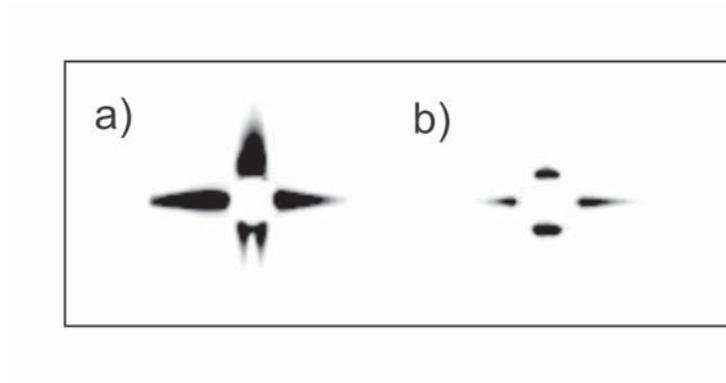


Abbildung 3.8: Sternförmige Reflexe der Blendenbacken, a) Blende 3 unjustiert
b) Blende 3 justiert

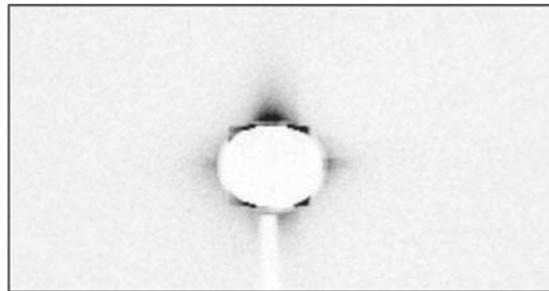


Abbildung 3.9: Aus Wolfram gefertigte Blendenbacken führen zur deutlichen Reduzierung der Streuung

Normalverteilung angenommen.

3.3.3 Diffraktionsaufbau

Für den Werkstoff Ti-6Al-4V wurde der Diffraktionsaufbau gewählt, um aus den gemessenen Kristallreflexen Aussagen über die Phasenumwandlungen während des Schweißens treffen zu können. Hierzu wurde ein Probe-Detektor-Abstand von 1505 mm gewählt. Auch in diesem Fall wurde aufgrund des geringen Untergrundes das mar345 Image Plate Detektorsystem gewählt. Zur Monochromatisierung wurden wegen der geringeren Dispersion imperfekte Siliziumkristalle verwendet, um geringe Änderungen der Reflexlage detektieren zu können. Die Strahlgröße beträgt $0,5 \times 0,5 \text{ mm}^2$. Die Meßposition lag 0,5 mm hinter der Schulterkante und es wurde eine Belichtungszeit von 25 s gewählt.

Die Stärke des geschweißten Materials betrug 2,5 mm. Als Unterlage wurde ein schmaler Streifen des gleichen Werkstoffes verwendet. Somit wurden während des Experiments Überlappverbindungen geschweißt. Die Schweißgeschwindigkeit betrug 1 mm/s. Das Werkzeug rotierte mit einer Frequenz von 1000 min^{-1} . Während

3 Experiment

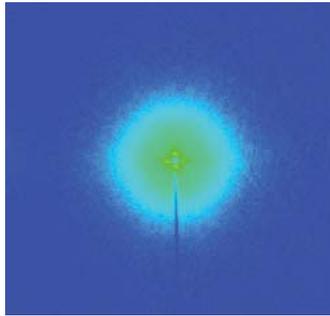


Abbildung 3.10: Detektorbild der Kleinwinkelstreuung von Ausscheidungen in der Aluminiumlegierung AA7449-TAF.

des Schweißens wurde das Werkzeug mit dem Schutzgas Argon umspült (5 bar). Aus den Diffraktionsbildern wurden mit Hilfe des Softwarepakets Fit2D [72] Diffraktogramme erzeugt.

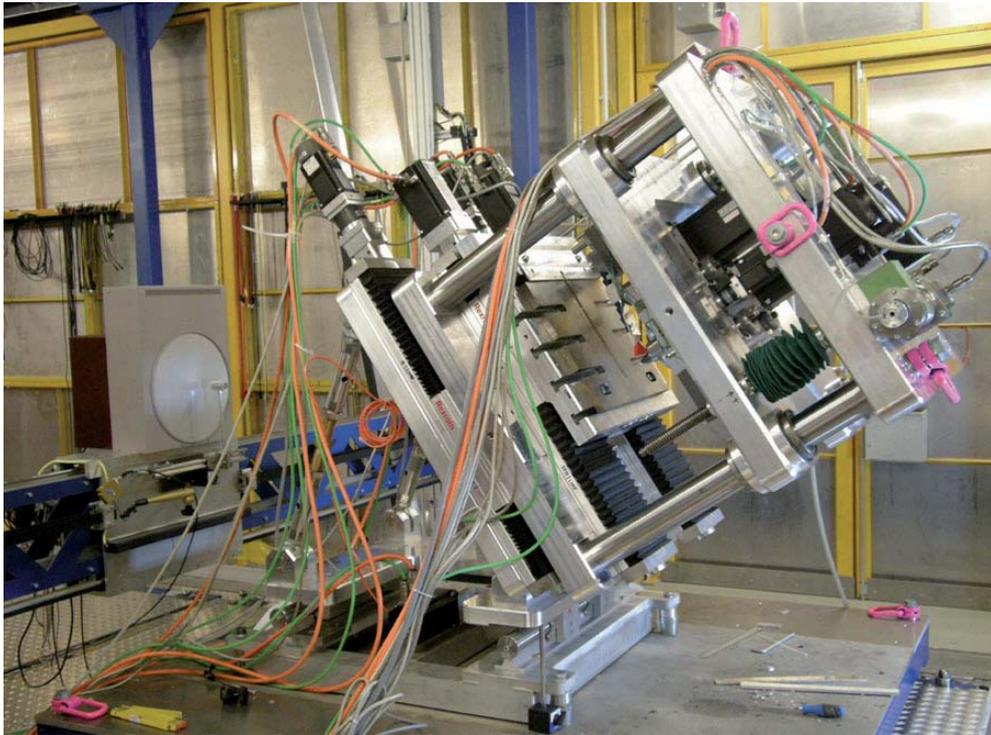


Abbildung 3.11: Aufbau von *FlexiStir* für Diffraktionsexperimente, Nov. 2009

3.4 In-situ Ofen Neutronenkleinwinkelstreuung

Um die Entwicklung der Ausscheidungen im Werkstoff AA7449 im Detail untersuchen zu können, wurden weitere Untersuchungen am Kleinwinkelstreumeßplatz SANS-2 durchgeführt. An diesem Meßplatz ist ein größerer q -Bereich zugänglich, so daß auch die Entwicklung größerer Ausscheidungen untersucht werden kann. Der Meßplatz SANS-2 befindet sich an der Geesthacht Neutron Facility (GeNF) am Forschungsreaktor FRG-1 am Helmholtz-Zentrum Geesthacht [69]. Mittels Geschwindigkeitsselektor wurden Neutronen mit einer Wellenlänge von 0,57 nm ausgewählt. Der Detektor wurde in Abständen von 800 mm und 2800 mm positioniert. Dies entspricht einem q -Raum von $0,12 \text{ nm}^{-1}$ bis $3,52 \text{ nm}^{-1}$. Zur Kalibrierung des Aufbaus bezüglich der absoluten Intensitäten wurde eine Vanadiumprobe verwendet. Diese hatte eine Dicke von 1,52 mm und somit eine Transmission von 81,5%. Im Experiment wurden Proben des Werkstoffes AA7449-TAF untersucht. Das Material stammte aus derselben Serie wie das aus den Schweißversuchen. Aus den Blechen wurden quadratische Proben mit einer Fläche von $25 \times 25 \text{ mm}^2$ geschnitten. Die Proben hatten eine Dicke von 3,2 mm und eine Transmission von 98%. Für das in-situ Experiment wurde der an SANS-2 verfügbare Ofen verwendet (s. Abb. 3.12).

Die Probe wurde zwischen zwei keramische Heizelemente geklemmt. In der Nähe

3 Experiment

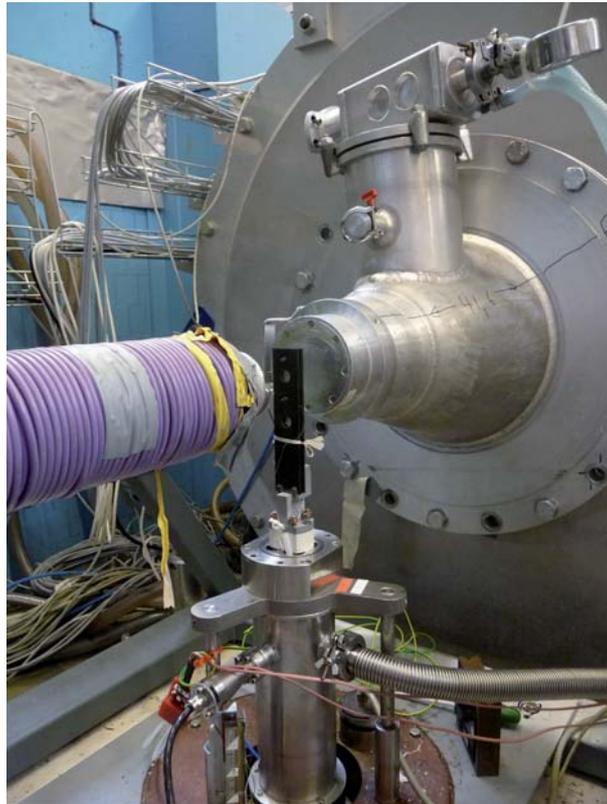


Abbildung 3.12: In-situ Ofen am Kleinwinkelstreumeßplatz SANS-2. Für das Foto wurde das umgebende Aluminiumgehäuse abgenommen.

des Meßvolumens wurde ein Thermoelement angebracht. Während der Messung wurde der Ofen mit einer Aluminiumhaube verschlossen und evakuiert. Für die Experimente wurde die maximale Heizrate des Ofens von 25 °C/s verwendet. Nach Erreichen der Solltemperatur wurde diese weiter gehalten und die Messung gestartet. Die Belichtungszeit pro Bild betrug 300 Sekunden. Ein Teil der Proben wurde vor Beginn der Messung homogenisiert, um die Bildung neuer Ausscheidungen aus der Matrix studieren zu können. Hierfür wurden die Proben in einem Röhrenofen auf 450 °C erwärmt, bei der Temperatur etwa eine Stunde gehalten und anschließend unmittelbar in Wasser abgeschreckt.

Die Meßdaten wurden mit der Software Sandra [74, 75] normalisiert und aufbereitet. Anschließend wurde die Größenverteilung der Partikel mit dem Programm SANSFitStd [73] an die Streukurve angepaßt und auf diese Weise der mittlere Radius und der Volumenbruchteil der Ausscheidungen bestimmt.

3.5 Synchrotronversuch am Dilatometer

Um den Einfluß der hohen Temperatur auf die Ausscheidungen in AA7449 unabhängig von der plastischen Deformation untersuchen zu können, wurden zusätzliche in-situ Experimente mit einem Dilatometer durchgeführt. Am Meßplatz HARWI II steht seit 2009 ein Abschreckdilatometer der Firma Bähr [76] zur Verfügung (s. Abb. 3.13). Dieses wird auf das Schwerlastdiffraktometer montiert, so daß die Probe leicht zum Strahl justiert werden kann. Das Dilatometer wurde mit zwei zusätzlichen Kapton-Fenstern ausgestattet, so daß es möglich ist, die Probe während der Wärmebehandlung zu durchstrahlen. Die angepaßte Geometrie der Induktionsspule (vgl. Abb. 3.14) verhindert eine Abschattung des Streukegels. Das Dilatometer ist mit einem Gasinjektionssystem ausgerüstet, so daß auch steile Temperaturgradienten (maximal 4000 K/s) realisiert werden können. Gemessen wurde in der SAXS-Konfiguration (vgl. Abb. 3.1), d.h. der Detektor befand sich am Ende der Experimentierhütte in einem Abstand von 9870 mm zur Probe. Allerdings wurde für die Dilatometermessungen der schnellere Mar555 Flat Panel Detektor verwendet. Mit einer Belichtungszeit von 1 s gelang es, die Umwandlung im Abstand von 3-4 s zu messen. In einem Abstand von 6000 mm zur Probe wurde der Beamstop positioniert, dieser hatte in diesem Fall einen Durchmesser von 4 mm. Dies ermöglichte es, größere Strahlquerschnitte des einfallenden Strahls zuzulassen und mehr Fluß auf die Probe zu bringen. Zur Festlegung der Strahlgröße wurden die angeschrägten Blendenpaare verwendet (vgl. Abschnitt 3.3.2). Der Strahlquerschnitt beträgt $300 \mu\text{m} \times 250 \mu\text{m}$.

Für die Versuche wurden aus einem Blech des ungeschweißten Grundmaterials Quader mit einer Kantenlänge von $4 \times 10 \times 3,2 \text{ mm}^3$ präpariert. Zur Temperaturregelung des Dilatometers wurden an diese zwei Thermolemente geschweißt. Mit Hilfe von Quarzstäben wurde die Probe in der Mitte der Induktionsspule gehalten. Die Thermolemente saßen in unmittelbarer Nähe des untersuchten Probenvolumens. Die gewählten Temperaturprofile wurden in Bezug auf Maximaltemperatur und Peakbreite an die Meßkurven von dos Santos *et al.* [52] angeglichen (vgl. Abb. 2.11). Sie entsprachen somit den Temperaturverläufen für reale Schweißversuche.

3.6 Das Eigenspannungsdiffraktometer ARES-2

Zur Untersuchung der Eigenspannungsverteilung in Schweißproben wurde das Diffraktometer ARES-2 genutzt. Dieses befindet sich am Forschungsreaktor Geesthacht (FRG-1). Der Swimmingpoolreaktor besitzt einen kompakt gepackten Kern und eine thermische Leistung von 5 MW. Für die Experimente wurden die Neutronen mit elastisch gebogenen und doppelt fokussierenden Silizium-Kristallen monochromatisiert. Es wurde der Si(311)-Reflex genutzt. Die Wellenlänge betrug $1,64 \text{ \AA}$. Die Positionierung der Proben erfolgte über eine motorisierte xyz-

3 Experiment



Abbildung 3.13: Das Dilatometer am Meßplatz HARWI II

Verstellung (s. Abb. 3.15). Das Diffraktometer kann Lasten bis zu 200 kg tragen. Die Position des Detektors und somit des Beugungswinkels kann im Bereich von 0° bis 120° eingestellt werden. Es wurden zwei ^3He -Flächendetektoren mit einem Sichtfeld von $300 \times 300 \text{ mm}^2$ verwendet. Die Winkelauflösung im Experiment betrug bei dieser Geometrie $0,12^\circ$. Der Helium-Partialdruck im Detektor lag bei ca. 1,5 bar. An die Detektordrähte wurde ein Potential von +3,7 kV angelegt.

Das Meßvolumen wurde durch Cadmium-Blenden definiert. Die Größe des Probenvolumens betrug $3 \text{ mm} \times 3 \text{ mm} \times 6 \text{ mm}$. Die lange Richtung des Meßvolumens lag dabei in der Richtung der Schweißnaht, in der eine homogene Spannungsverteilung zu erwarten war. Zur Positionierung der Proben konnte eine Laserdiode in den Strahl gefahren werden.

Die Meßzeit pro Punkt betrug aufgrund der schwachen Streuung von Aluminium 35 Minuten. Die Dehnungsmessung wurde in dieser Zeit durch Temperaturschwankungen kaum beeinflusst, da die Experimentierhalle über eine Klimatisierung verfügte. Für jede Probe wurden in drei Messungen die Dehnungen longitudinal und transversal zur Schweißnaht sowie in Normalenrichtung bestimmt. Aufgrund des isotropen Spannungs-Dehnungsverhaltens wurde der Al(311)-Reflex für die Experimente untersucht.

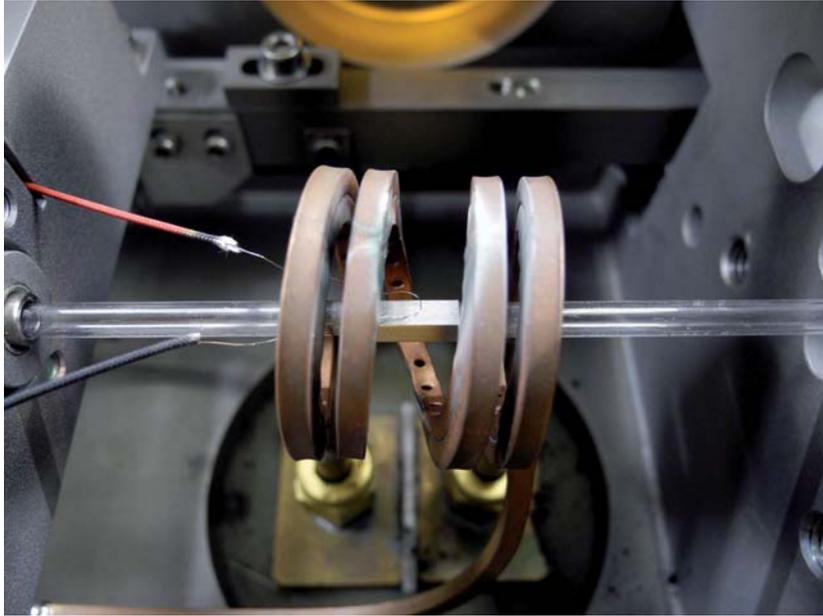


Abbildung 3.14: Die Probe wurde in der Induktionsspule durch zwei Quarzstäbe gehalten. Die Temperatur wurde über ein angeschweißtes Thermoelement geregelt.

Die Detektorrohdaten wurden mit dem Programm ADR33 [77] aufbereitet und die Reflexlage durch Anpassen einer Pseudo-Voigt-Verteilung bestimmt. Hierfür wurde das Programm AFIT33 [78] verwendet.

Aus den gemessenen Beugungswinkeln kann über die Bragg-Gleichung (3.14) der Gitternetzebenenabstand für eine Netzebenenschar d^{hkl} bestimmt werden. Mit Hilfe des dehnungsfreien Gitterparameters d_0 läßt sich die Verzerrung des Kristallgitters bestimmen [79, 80]:

$$\Delta d = d^{hkl} - d_0 \quad (3.23)$$

Damit kann für die Richtung hkl die relative Dehnung bestimmt werden:

$$\epsilon_{hkl} = \frac{\Delta d}{d_0} = \frac{d^{hkl} - d_0}{d_0} \quad (3.24)$$

Ist die Dehnung elastisch, so gilt das Hooksche Gesetz. Mit dem Elastizitätsmodul E kann der Spannungstensor σ bestimmt werden.

$$\sigma_{ij} = E \cdot \epsilon_{ij} \quad (3.25)$$

Im allgemeinen Fall sind die Dehnungskomponenten in einem Kristall nicht un-

3 Experiment



Abbildung 3.15: Der Meßplatz ARES-2 am Forschungsreaktor Geesthacht. In der Mitte das Schwerlastdiffraktometer mit dem Probenort

abhängig voneinander. Wirkt eine Zugspannung auf einen Körper ein, so dehnt er sich. Gleichzeitig schnürt er in der Querrichtung ein. Die relative Dickenänderung unter Zug- oder Druckspannungen wird durch die Poisson-Zahl ν beschrieben.

$$\epsilon_{ii} = -\frac{\nu}{E} \cdot \sigma_{jj}, \text{ mit } i \neq j \quad (3.26)$$

In einem kubischen System ergibt sich unter Berücksichtigung von Scherdehnungen die Spannungs-Dehnungs-Beziehung [81]:

$$\sigma_{ij} = \frac{E}{1 + \nu} \epsilon_{ij} + \delta_{ij} \sum_k \frac{\nu \cdot E}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)} \epsilon_{kk}, \text{ mit } i \neq j \neq k \quad (3.27)$$

Für den Fall eines ebenen Spannungszustandes kann dies weiter vereinfacht werden:

$$\sigma_x = \frac{E}{1 - \nu^2} (\epsilon_x + \nu \epsilon_y) \text{ und } \sigma_y = \frac{E}{1 - \nu^2} (\epsilon_y + \nu \epsilon_x) \quad (3.28)$$

Für Aluminium ist die Anisotropie des Dehnungsverhaltens gering. Aus diesem Grund werden für die Berechnung der Spannungen die makroskopischen Werte für den Elastizitätsmodul ($E = 73 \text{ GPa}$) und die Poissonzahl ($\nu = 0.33$) verwendet.

Mit der Neutronenbeugung werden die drei Dehnungen entlang der Probenoberflächen bestimmt. Die Dehnungsrichtungen sind orthogonal zueinander. Bei

3.6 Das Eigenspannungsdiffraktometer ARES-2

dünnen Blechen liegt ein ebener Spannungszustand ($\sigma_z = 0$) vor [79]. Somit kann aus der dritten gemessenen Dehnungsrichtung der spannungsfreie Gitterparameter d_0 bestimmt werden. Mit dieser Annahme folgt aus Gleichung 3.27:

$$d_0 = \frac{1 - \nu}{1 + \nu} d_z + \frac{\nu}{1 + \nu} (d_x + d_y) \quad (3.29)$$

4 Ergebnisse und Diskussion

4.1 Nicht-isotherme Ausscheidungsprozesse

Bei der Umformung des Materials während des Schweißens bzw. beim Durchlaufen eines steilen Temperaturgradienten finden die nicht-isothermen Ausscheidungsprozesse statt. Aufgrund der hohen Heiz- bzw. Abkühlraten können Prozesse wie Keimbildung und Diffusion gleichzeitig auftreten. Die ungleichmäßige Temperaturverteilung im Bereich der Schweißnaht kann dazu führen, daß sich in diesem Bereich eine komplexe Verteilung verschiedener Phasen im Material bildet. Bei hohen Temperaturen sind die härtenden Partikel im Material nicht stabil. Der Aluminiumwerkstoff AA7449 basiert auf einem Al-Zn-Mg-System. In dem Grundmaterial liegen im Wesentlichen zwei metastabile Phasen vor. Zum einen GP-Zonen, die sich in einem Temperaturbereich von ca. 20-120 °C bilden können. Zum anderen die η' -Phase, die im Bereich von etwa 120-250 °C präsent ist. Bei höheren Temperaturen von ca. 150-300 °C wandelt sich diese in die stabile η -Phase um [2]. Die η -Phase besteht aus der Komposition $MgZn_2$ [35, 82].

Das Verhalten der Partikel unter dem Einfluß eines linearen Temperaturgradienten und auch bei sog. Reversionsexperimenten [2] wird in der Literatur qualitativ beschrieben. Bei diesen Experimenten werden bereits ausgelagerte Werkstoffe einer erneuten isothermen Auslagerung bei höheren Temperaturen unterzogen. Je nach Temperaturbereich treten Lösung der Partikel, Vergrößerung, Phasenumwandlungen und die Bildung neuer Ausscheidungen auf. Bei einem kontinuierlichen Temperaturanstieg beginnen sich die Phasen nacheinander aufzulösen. Für die GP-Zonen geschieht dies in einem Bereich von 50-150 °C. Die η' -Phase löst sich im Bereich von 200-250 °C auf. Bei 300 °C beginnt auch die η -Phase sich aufzulösen. Der Prozeß ist bei etwa 350 °C abgeschlossen. Ist der Temperaturgradient hinreichend gering, so werden sich die metastabilen Ausscheidungen in die stabileren Phasen umlösen. Dies bedeutet im Wesentlichen, daß sich η -Ausscheidungen aus der η' -Phase bilden. Bei Reversionsexperimenten nimmt der anfänglich hohe Volumenanteil der Ausscheidungen zunächst rapide ab. Wird die Temperatur auf dem hohen Niveau gehalten, steigen sowohl Volumenbruchteil als auch Größe der Partikel wieder an. Das Minimum des Volumenbruchteils ist im allgemeinen mit der Umlösung der metastabilen Phasen in eine stabile Phase verbunden. Aufgrund der Vergrößerung der Partikel der stabilen Phase steigt der Volumenbruchteil im folgenden Verlauf wieder an [2].

4.1.1 In-situ Schweißversuche mit FlexiStir

In der Rührzone

Durch den unmittelbaren Einfluß des Werkzeugs werden im Bereich der Rührzone sehr hohe Temperaturen nahe der Fließgrenze des Materials erzeugt. Die direkte Einwirkung des Pins führt zu hohen Verformungsraten in der Rührzone. Die Ausscheidungen sind in diesem Bereich der Schweißnaht stark vergrößert (s. Abb. 4.1). Dieser Effekt ist unabhängig von der Vorschubgeschwindigkeit. In Abbildung 4.2 ist auch keine Abhängigkeit der Streukurven von der Vorschubgeschwindigkeit und somit vom Energieeintrag zu erkennen.

Selbst bei hohen Vorschubgeschwindigkeiten, also einem geringen Energieeintrag, steigen die Temperaturen unter dem Werkzeug so weit an, daß sich die Ausscheidungen komplett auflösen. Dies bedeutet, daß die Matrix dort stark übersättigt ist und somit leicht neue Ausscheidungen gebildet werden können. Die starke mechanische Verformung des Materials durch das Werkzeug führt zu einem sehr feinkörnigen, texturfreien Gefüge. Die hohe Anzahl von Korngrenzen erleichtert den Prozeß der Keimbildung [39]. An den Grenzen bildet sich eine Vielzahl von η -Ausscheidungen, die sehr rasch wachsen können. TEM-Untersuchungen ergeben in diesem Bereich einen durchschnittlichen Partikelradius von ca. 30 nm [52]. Diese Partikel können aufgrund des limitierten sichtbaren q -Bereichs mit den SAXS-Experimenten am Meßplatz HARWI II zur Zeit nicht nachgewiesen werden. Zusätzlich bilden sich im weiteren Verlauf der Abkühlphase eine Vielzahl von neuen GP-Zonen [38].

4.1 Nicht-isotherme Ausscheidungsprozesse

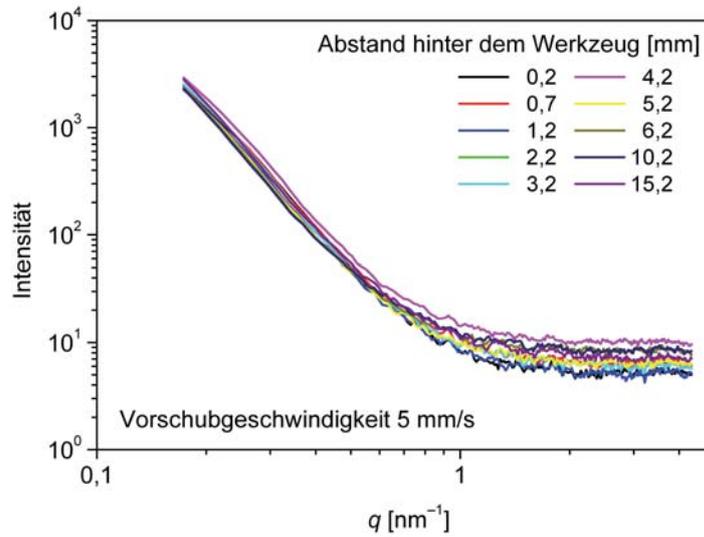


Abbildung 4.1: Streukurven aus der Rührzone in verschiedenen Abständen zur Schulterkante, Vorschubgeschwindigkeit 5 mm/s

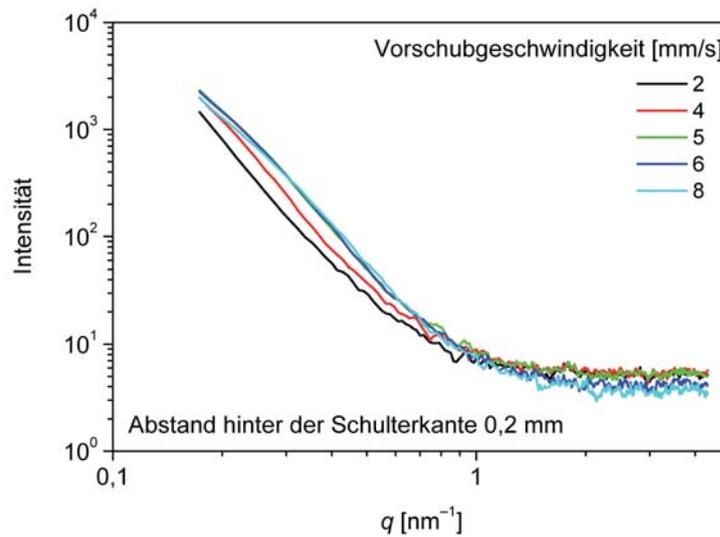


Abbildung 4.2: Streukurve aus der Rührzone, 0,2 mm hinter der Schulterkante, für steigende Vorschubgeschwindigkeiten

Vor dem Werkzeug

Im TAF-Ausgangszustand (Grundmaterial) liegt hauptsächlich die η' -Phase mit einem Volumenbruchteil von 4,8% vor. Dem Werkzeug geht während des Schwei-

4 Ergebnisse und Diskussion

ßens eine Wärmefront voraus. Wenn sich das Werkzeug im in-situ Versuch dem Probevolumen nähert, zeigt sich, daß der Volumenbruchteil der Ausscheidungen abnimmt (vgl. Abb. 4.3). Bereits in einem Abstand von 7,2 mm vor der Werkzeugkante wird das Material so stark erwärmt, daß die Löslichkeit von Fremdatomen in der Aluminiummatrix zunimmt, sich einzelne Partikel auslösen können und eine Abnahme des Volumenbruchteils zu erkennen ist (vgl. Abb. 4.4b). Bei steigender Temperatur wandelt sich die instabile η' -Phase in die stabile η -Phase um. Dies geschieht bei einer Temperatur von mehr als 150 °C [35]. Die η' -Phase besteht aus der Komposition MgZn_2 . Diese Partikel können aufgrund der hohen Temperatur im Bereich vor dem Werkzeug weiter wachsen, so daß das Ansteigen des mittleren Partikelradius in diesem Bereich beobachtet wird (vgl. Abb. 4.4a). Die Vergrößerung der Partikel setzt bereits in einem Abstand von 3 mm vor der Schulterkante ein.

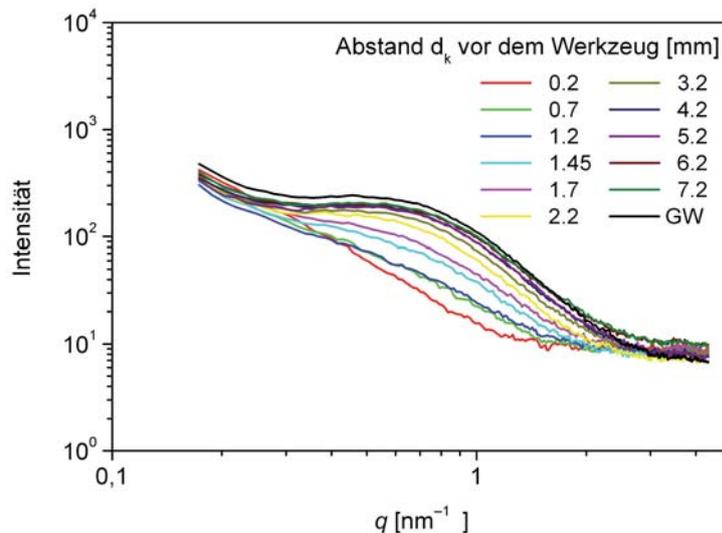


Abbildung 4.3: Streukurven für den Werkstoff AA7449 aus dem Bereich vor dem Werkzeug

Kartierung der Wärmeeinflußzone

Um den Einfluß des Schweißens in dem Bereich um das Werkzeug detailliert abbilden zu können, wurde eine Wärmeeinflußzone in-situ kartiert. Hierfür wurden Meßpunkte in einem Bereich 6 mm vor sowie 6 mm hinter dem Werkzeug aufgenommen (vgl. Abb. 4.5). Die Geometrie der *FlexiStir*-Anlage läßt eine großräumige Kartierung nicht zu. Seitlich wurde der Abstand von 0,2 mm bis 4,2 mm aufgenommen. Für jeden der 25 Bildpunkte wurde ein separater Schweißversuch

4.1 Nicht-isotherme Ausscheidungsprozesse

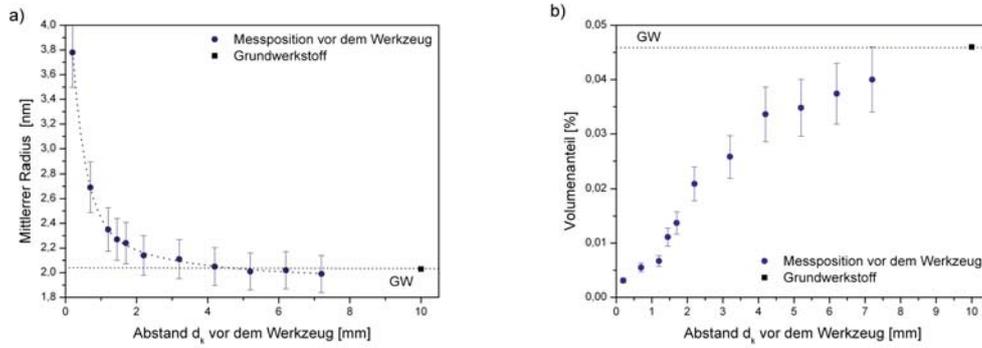


Abbildung 4.4: a) Der aus den Streukurven ermittelte mittlere Radius, b) Volumenanteil der Partikel
Die gepunktete Gerade zeigt das Niveau des Grundwerkstoffes (BM) an

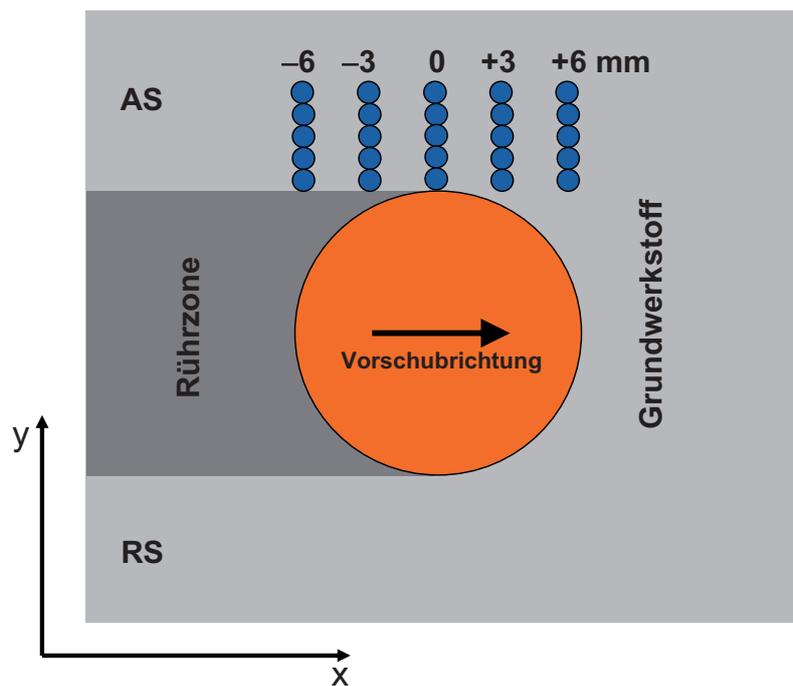


Abbildung 4.5: Skizze des kartierten Bereiches. Untersucht wurde die Wärmeinflußzone lateral vom Werkzeug. Die Messungen fanden auf der *advancing side* (AS) statt

durchgeführt. Die Vorschubgeschwindigkeit bei den Messungen betrug 5 mm/s. Vor dem Werkzeug ist ein hoher Anteil von kleinen (2 nm) Partikeln vorhanden.

4 Ergebnisse und Diskussion

Im äußeren Bereich nimmt der Volumenbruchteil beim Passieren des Werkzeugs ab. Die Partikel vergrößern allerdings nicht. Nahe an der Rührzone ist das Temperaturniveau höher. Somit können sich in diesem Bereich größere Partikel bilden. Der Volumenbruchteil der Ausscheidungen sinkt im Vergleich zum Ausgangszustand vor dem Werkzeug um mehr als die Hälfte (s. Abb. 4.10).

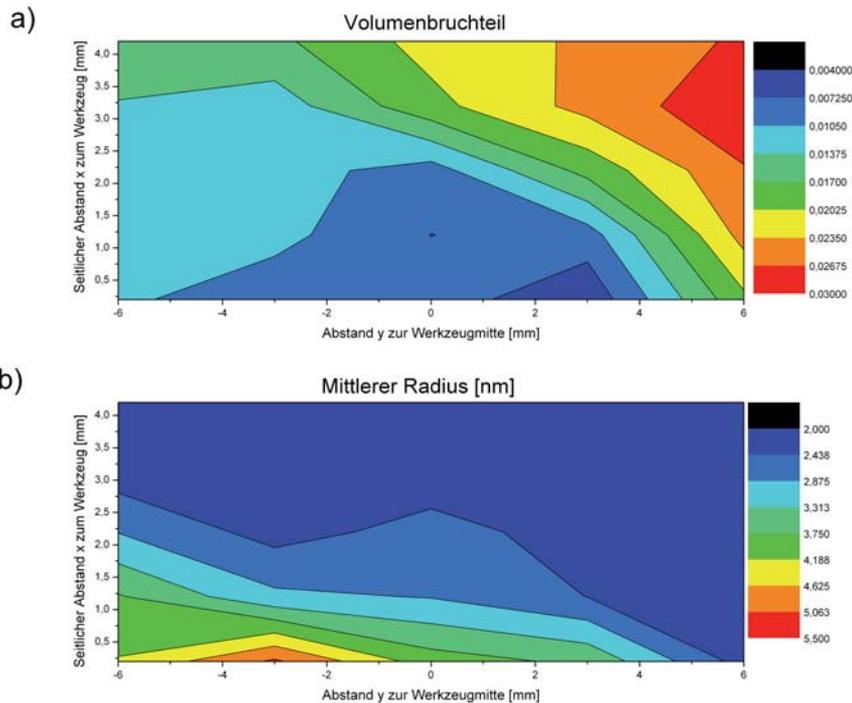


Abbildung 4.6: Kartierung der Ausscheidungen im Werkstoff AA7449, seitlich neben dem Werkzeug.

- a) Volumenbruchteil der Ausscheidungen
- b) Mittlerer Radius der Ausscheidungen

An der Grenze zur Rührzone, also im inneren Bereich der TMAZ, ist der Volumenbruchteil sehr gering. Die maximale Temperatur ist hier im Bereich der Lösungstemperatur der Ausscheidungen. Allerdings wächst die Partikelgröße in der TMAZ stark an. Bestehende Ausscheidungen wachsen und die GP-Zonen können sich zu stabilen Ausscheidungen umbilden.

Im Bereich neben der Werkzeugschulter, also in der Wärmeeinflußzone, ist der Temperaturgradient deutlich geringer. Zwar wird auch in diesem Bereich die η' -Phase komplett in die η -Phase transformiert, jedoch ist die Maximaltemperatur nicht ausreichend, um die Ausscheidungen innerhalb der Körner komplett aufzulösen. Aus diesem Grund ist die Matrix in diesem Bereich im Vergleich zur Rührzone deutlich weniger übersättigt. Zudem wird im Unterschied zur Rührzone in der Wärmeeinflußzone das Gefüge nicht deformiert. Im Bereich der Wärme-

einflußzone lösen sich die kleineren Partikel zugunsten der größeren auf, d.h. die Ausscheidungen in der Wärmeeinflußzone vergrößern. Bereits im Abstand von wenigen Millimetern ist die Maximaltemperatur so gering, daß diese Vergrößerung nicht mehr nachzuweisen ist (vgl. Abb. 4.6). Dos Santos *et al.* [52] haben auf den Bereich der Wärmeeinflußzone, der durch diese Karte abgedeckt wird, die thermo-mechanische Modellierung angewendet.

In-situ Ergebnisse im Vergleich zum Mikrostrukturmodell

Robson *et al.* haben das von ihnen entwickelte Mikrostrukturmodell [45, 54] an die experimentellen Bedingungen der *FlexiStir*-Ergebnisse angepaßt. So mußte die Temperaturverteilung um das Werkzeug für die *FlexiStir* angepaßt werden. Der eingelegte Kupferstreifen in der Grundplatte führt zu einem signifikant höheren Wärmeabfluß aus dem Bereich der Rührzone. Zur Bestimmung des Temperaturfeldes während des Schweißens wird ein dreidimensionales thermo-mechanisches Modell verwendet [50], welches den Materialfluß um das Werkzeug beschreibt. Weitere Eingangsparameter sind die Legierungszusammensetzung, die thermodynamischen Eigenschaften der ausgeschiedenen Phasen und die räumliche Ausdehnung der Werkstoffdeformation. Unbekannt ist die Grenzflächenenergie der einzelnen Ausscheidungen. Die Grenzflächenenergie ist jedoch die treibende Kraft für die Vergrößerung der Ausscheidungen, die während des Schweißprozesses stattfindet. Um die Annahmen für diesen wichtigen Parameter zu validieren, sind experimentelle Daten notwendig. In Abbildung 4.7 sind SAXS-Ergebnisse und Modelldaten im direkten Vergleich dargestellt. Zunächst wurden im Modell nur die homogenen Ausscheidungen innerhalb der Körner betrachtet. Der Vergleich der experimentellen Ergebnisse (Abb. 4.7.a) mit der Simulation (Abb. 4.7.b) zeigt deutliche Unterschiede. Der gemessene Volumenbruchteil der Ausscheidungen hinter dem Werkzeug ist höher als vorhergesagt. Der Lösungsansatz ist die Betrachtung der heterogenen Ausscheidungen an den Korngrenzen (Abb. 4.7.c). Hier können sich aufgrund der deformierten Kornstruktur und der erhöhten Diffusionsrate an den Korngrenzen vermehrt Ausscheidungen bilden. In den Kleinwinkelstreudaten kann nicht zwischen homogenen und heterogenen Ausscheidungen unterschieden werden. Kombiniert man Modelldaten für die heterogenen und die homogenen Ausscheidungen (Abb. 4.7.b+c), so werden die experimentellen Daten qualitativ korrekt wiedergeben.

Der post-mortem Zustand liefert weitere Informationen über die Partikelverteilung innerhalb der Schweißnaht. Aus diesem Grund wurden von A. Kostka am Max-Planck-Institut für Eisenforschung in Düsseldorf Schweißproben mittels Rastertransmissionselektronenmikroskopie untersucht [52]. Hierfür wurden aus dem Bereich der Schweißnaht Scheiben mit 3 mm Durchmesser extrahiert und auf eine Dicke von 120 μm elektrochemisch poliert. Die Bilder zeigen im Grundmate-

4 Ergebnisse und Diskussion

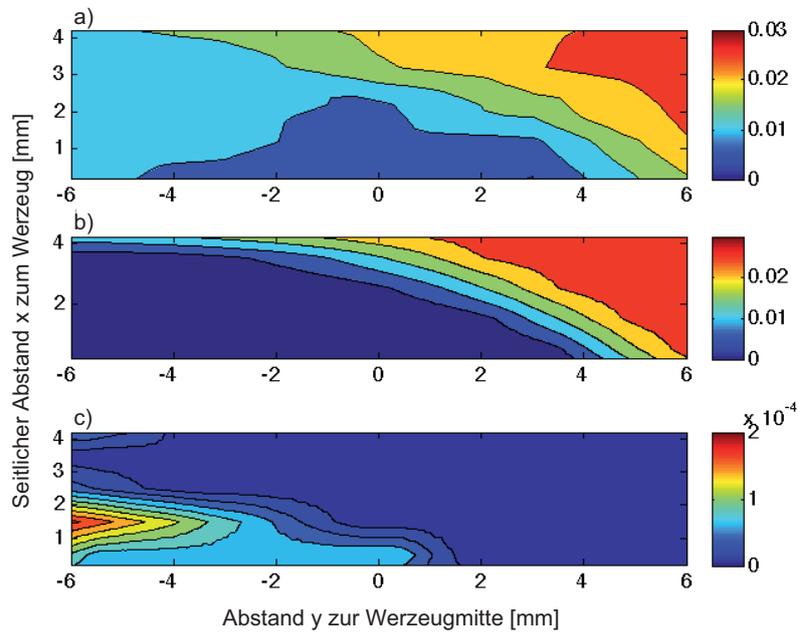


Abbildung 4.7: Vergleich der Simulationsergebnisse mit der SAXS-Karte der Wärmeeinflußzone seitlich vom Werkzeug [52]. Dargestellt wird der Volumenbruchteil der Ausscheidungen aus dem *FlexiStir*-Experiment (a) und der Simulation. Dabei zeigt (b) die Verteilung innerhalb der Matrix und (c) die Ausscheidungen an den Korngrenzen [52].

rial (vgl. Abb. 4.8a) eine homogene Verteilung feiner Partikel, die eine Größe von wenigen nm erreichen. In der Rührzone sind die Ausscheidungen stark vergrößert (s. Abb. 4.8b). Aufgrund der hohen Temperaturen, die über einen relativ langen Zeitraum auf das Material einwirken, können sich kugelförmige Ausscheidungen mit bis zu 400 nm Durchmesser bilden. Der mittlere Durchmesser der Partikel beträgt etwa 120 nm. Diese Ausscheidungen sind somit so groß, daß sie im in-situ SAXS-Experiment nicht nachgewiesen werden können. Durch die Einwirkung des Pins wird die Kornstruktur in der Rührzone stark deformiert. Es bildet sich eine Vielzahl neuer Korngrenzen. An diesen werden neue Partikel ausgeschieden. Diese haben eine Größe von 3-10 nm. Nach dem Modell von Robson *et al.* bilden sich die kleinen Partikel während des Abkühlprozesses, nachdem die großen Ausscheidungen nicht weiter wachsen können. In der thermo-mechanisch beeinflussten Zone findet eine teilweise Umlösung statt und größere Partikel können weiter wachsen (s. Abb. 4.8c).

4.1 Nicht-isotherme Ausscheidungsprozesse

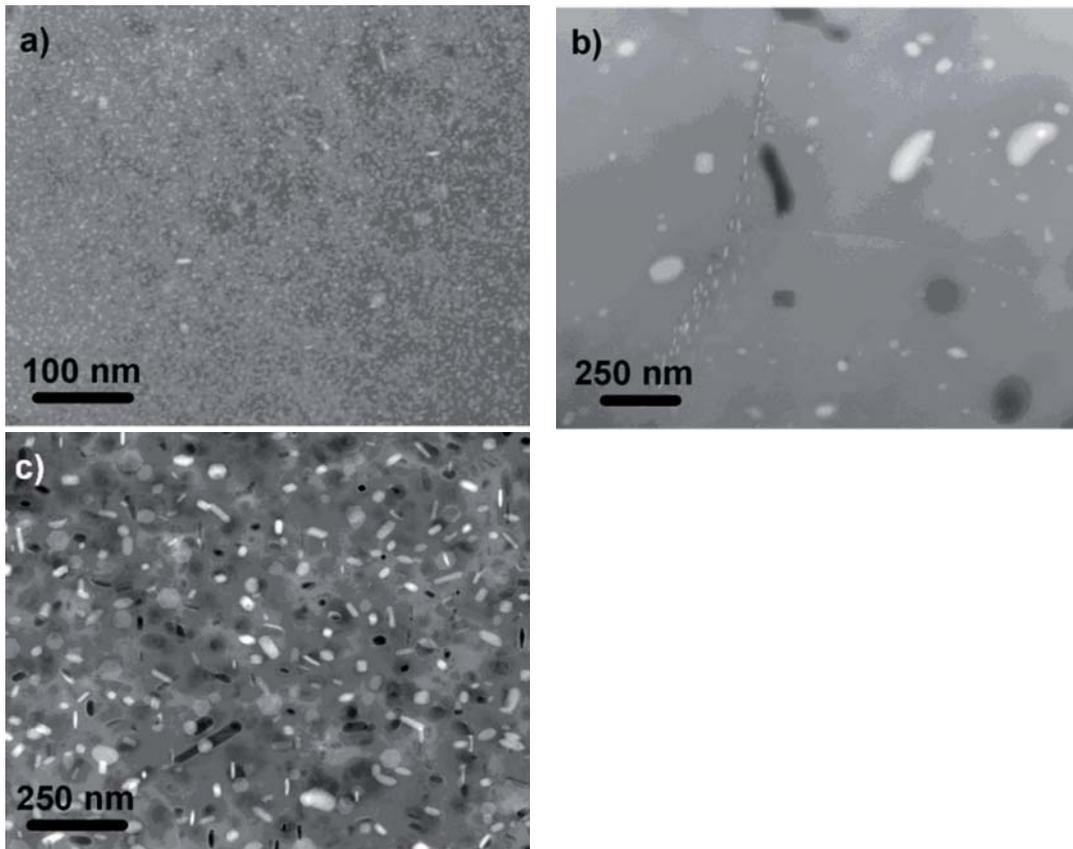


Abbildung 4.8: Bilder eines Rastertransmissionselektronenmikroskops (STEM) von mit *FlexiStir* erzeugten Schweißnähten [52]

- a) Das Grundmaterial zeigt eine homogene Verteilung kleiner Ausscheidungen mit einer Größe von einigen nm
- b) In der Rührzone sind die Ausscheidungen stark vergrößert und es bilden sich neue kleine Partikel an den Korngrenzen
- c) In der thermo-mechanisch beeinflussten Zone sind die Partikel vergrößert

Zeitabhängige Darstellung der Ergebnisse

Bei der Simulation des Ausscheidungsverhaltens wird häufig der Einfluß eines Temperaturprofils auf ein festes Probenvolumen untersucht. Auch die nicht-isotherme Wärmebehandlung mit dem Dilatometer folgt nur dem Temperaturverlauf an einem festen Probenort. Die im vorherigen Abschnitt (s. 4.1.1) vorgestellten Ergebnisse lassen sich mit Hilfe einer Koordinatentransformation in eine zeitabhängige Darstellung überführen. Auf diese Weise ist es möglich, die SAXS-Daten für einen direkten Vergleich mit den Dilatometerexperimenten zu nutzen.

4 Ergebnisse und Diskussion

$$\Delta t = \frac{\Delta x}{v} \quad (4.1)$$

Wobei es sich bei v um die Vorschubgeschwindigkeit handelt. Bei einer Vorschub-

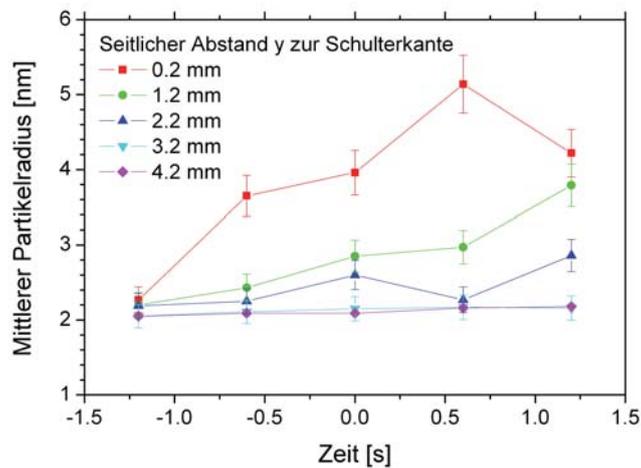


Abbildung 4.9: Darstellung der Variation des mittleren Partikelradius in Abhängigkeit zur Zeit t

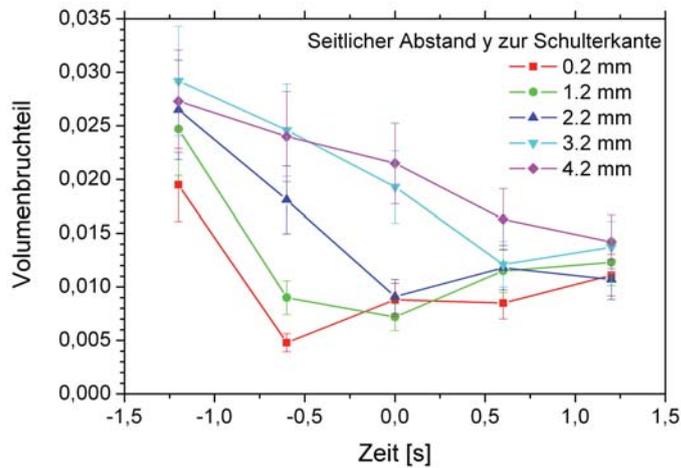


Abbildung 4.10: Darstellung des Volumenbruchteils in Abhängigkeit von der Zeit t

geschwindigkeit von 5 mm/s ist das beobachtete Zeitfenster sehr klein. In der Wärmeeinflußzone nahe der Rührzone ist es besonders heiß. Der Vergleich mit

den Temperaturprofilen aus den Dilatometermessungen (vgl. Abb. 4.16) zeigt, daß im in-situ Experiment nur ein kleiner Bereich um die Maximaltemperatur untersucht wird. In einem Abstand von 4,2 mm zur Schulterkante ist keine Vergrößerung zu beobachten, während der Volumenbruchteil um etwa die Hälfte abnimmt.

Einfluß der Schweißgeschwindigkeit

Auf einer seitlichen Linie von der Werkzeugmitte aus ($x=0$, vgl. Abb. 4.5) wurde der Einfluß der Schweißgeschwindigkeit auf die Werkstoffeigenschaften untersucht. Der seitliche Bereich wurde in einem Abstand von 0,2 mm bis 4,2 mm untersucht. Die Vorschubgeschwindigkeit wurde in einem Bereich vom 2 mm/s bis zu 8 mm/s variiert. In Abb. 4.11 ist eine Auswahl der Streukurven dargestellt. Ist die Schweißgeschwindigkeit besonders hoch, also der Wärmeeintrag besonders

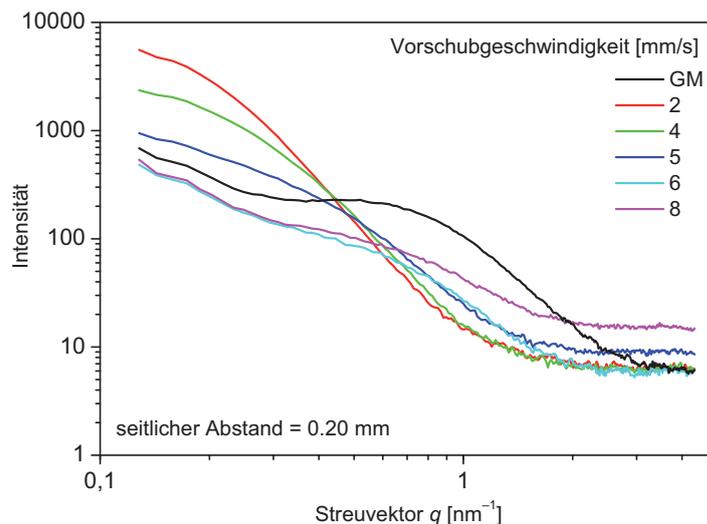


Abbildung 4.11: Streukurven für verschiedene Schweißgeschwindigkeiten von 2 mm/s bis zu 8 mm/s in einem Abstand von 0,2 mm von der Schulterkante. Im Vergleich dazu eine Streukurve des Grundwerkstoffes (GM).

gering, findet auch an der Grenze zur thermo-mechanisch beeinflussten Zone keine Vergrößerung der Partikel statt. Mit gesteigertem Wärmeeintrag kann eine Vergrößerung der Partikel auch in der Wärmeeinflußzone erreicht werden. Bei einer Vorschubgeschwindigkeit von 2 mm/s ist bereits in einem Abstand von 4,2 mm eine signifikante Vergrößerung zu erkennen (vgl. Abb. 4.12). Der Volumenbruchteil sinkt in der Wärmeeinflußzone mindestens um die Hälfte ab. Dies geschieht

4 Ergebnisse und Diskussion

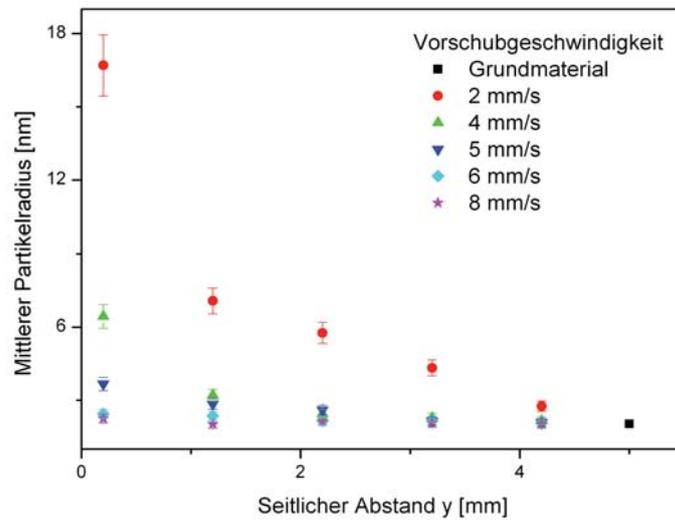


Abbildung 4.12: Der mittlere Radius der Ausscheidungen wird gegenüber dem seitlichen Abstand y zur Schulterkante dargestellt. Mit der Variation der Schweißgeschwindigkeit ändert sich auch der Wärmeeintrag stark. Bei hohem Wärmeeintrag wachsen die Ausscheidungen auch in der Wärmeeinflußzone.

auch bei dem geringsten Wärmeeintrag. Im Bereich nahe der TMAZ nimmt der Volumenbruchteil weiter ab. Bei der Vorschubgeschwindigkeit von 2 mm/s ist ein leicht höherer Volumenbruchteil zu erkennen (s. Abb. 4.13).

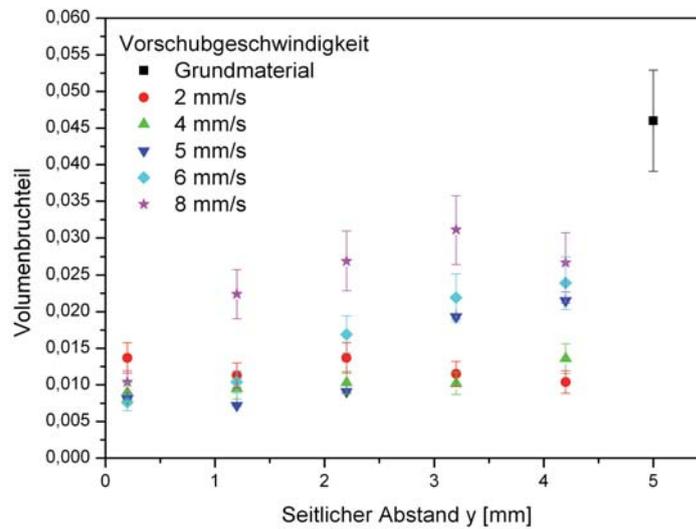


Abbildung 4.13: Dargestellt wird die Änderung des Volumenbruchteils der Ausscheidungen bei Variation der Schweißgeschwindigkeit. Bereits bei einem geringen Wärmeeintrag sinkt der Volumenbruchteil um die Hälfte.

Justage und Reproduzierbarkeit der Datennahme

Nach jedem Systemneustart der *FlexiStir* muß die gesamte Anlage neu referenziert werden. Dies bedeutet, daß alle Achsen der Anlage einen definierten Endschalter anfahren. Es ist sicherzustellen, daß sich die relative Position des Schweißwerkzeuges zum Röntgenstrahl dabei nicht verändert. Um dies zu gewährleisten wurde nach jedem Systemstart die Position des Werkzeugs mit dem direkten Röntgenstrahl vermessen. Mittels einer Photodiode wurde der Absorptionsverlauf aufgenommen (vgl. Abb. 4.14). Aus dem Intensitätsverlauf wurde die Position des Werkzeugs zum Röntgenstrahl bestimmt.

Es wurde des weiteren untersucht, wie sich Instabilität im Prozeßablauf auf die gemessene Größenverteilung auswirkt. Dafür wurden Messungen an drei Schweißnähten mit gleichen Schweißparametern an derselben Position relativ zum Werkzeug durchgeführt (s. Abb. 4.15). An die Streukurven wurden jeweils Größenverteilungen angepaßt. Eine Zusammenfassung der Ergebnisse für den mittleren Radius $\langle R \rangle$ und den Volumenbruchteil f befindet sich in Tabelle 4.1. Es ergibt sich für den mittleren Radius eine Standardabweichung von 7,5 %. Der Volumenbruchteil variiert um 15 %. Im Vergleich hierzu sind die statistischen Fehler des Fits mit ca. 1 % sehr gering und aus folgenden Gründen zu vernachlässigen. Beim Anpassen der Größenverteilung an die gemessene Streukurve werden 4 Werte bestimmt: Untergund, mittlerer Radius und Breite der Verteilung sowie der

4 Ergebnisse und Diskussion

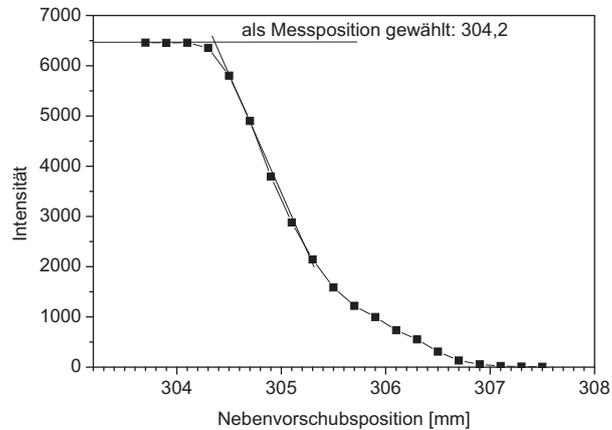


Abbildung 4.14: Intensitätsprofil zur Bestimmung der Position der Schulterkante

	$\langle R \rangle$ [nm]	f [%]
erster Durchgang	2,86	0,94
zweiter Durchgang	2,52	1,27
dritter Durchgang	2,65	1,11

Tabelle 4.1: Gemessener Radius und Volumenbruchteil für drei Schweißungen mit gleichen Parametern

Interferenzterm. Dem gegenüber stehen etwa 300 Datenpunkte der Streukurve. Die Änderung der Primärintensität im Streuexperiment durch die kontinuierliche Änderung des Strahlstroms im Speicherring wird durch entsprechende Korrekturen ausgeglichen und ist somit vernachlässigbar.

Die Fehler der Meßergebnisse sind daher im wesentlichen auf leichte Variationen im Schweißprozeß zurückzuführen. Die Fehlerbalken in den Graphiken der folgenden Abschnitte geben diesen wieder.

4.1.2 Dilatometerversuche mit AA7449

Mit dem Dilatometer ist es möglich, den Einfluß des Temperaturverlaufes auf die Ausscheidungen zu untersuchen. Die geschieht im Gegensatz zu den Schweißexperimenten ohne die mechanische Deformation der Kornstruktur. Es bietet sich somit die Möglichkeit, insbesondere die Zustände in der Wärmeeinflußzone nachzubilden. Thermoelemente [52], welche bei Schweißversuchen mit der *FlexiStir* eingesetzt worden sind, liefern Temperaturprofile für verschiedene Abstände zur Schweißnahtmitte (vgl. Abb. 2.11). Bei einer Vorschubgeschwindigkeit von 5 mm/s wurde eine Maximaltemperatur von 300 °C in einem Abstand von 8 mm von der

4.1 Nicht-isotherme Ausscheidungsprozesse

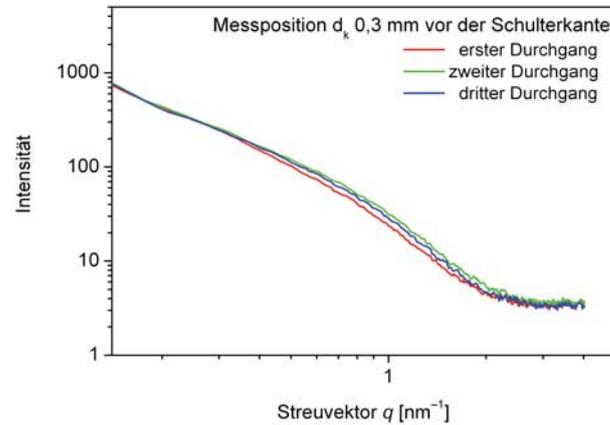


Abbildung 4.15: Streukurven dreier Messungen an gleicher Position mit gleichen Schweißparametern zeigen die Reproduzierbarkeit der Schweißbedingungen

Schweißnahtmitte bestimmt. In einem Abstand von 13 mm betrug die Maximaltemperatur 225 °C. Bei 18 mm Abstand waren es 175 °C. Mit der schnellen Regelung des Dilatometers ist es möglich, diese Temperaturprofile nachzubilden. Die Proben wurden innerhalb von 30 s auf die Anfangstemperatur von 30 °C

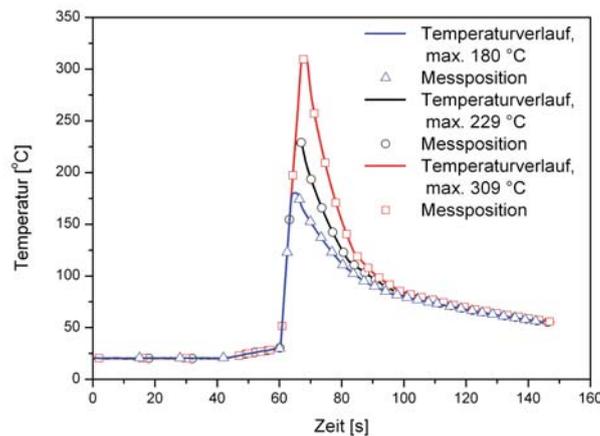


Abbildung 4.16: Die Temperaturprofile sind an die Temperaturmeßwerte der *FlexiStir*-Versuche angepaßt. Die Maximaltemperaturen der Kurven sind 309 °C (rot), 229 °C (schwarz) und 180 °C (blau)

vorgewärmt und dann mit der maximalen Geschwindigkeit bis zur angestrebten Maximaltemperatur aufgeheizt. Ein leichtes Überschwingen war bei den hohen

4 Ergebnisse und Diskussion

Aufheizraten unvermeidbar, so daß die erreichten Maximaltemperaturen $3\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis $9\text{ }^{\circ}\text{C}$ über den Solltemperaturen lagen (vgl. Abb. 4.16). Für die Abkühlphase wurde die Probe zunächst mit Argon angeblasen, bis die Temperatur auf die Hälfte des Sollwertes abgefallen war, dann wurde die Gaszufuhr unterbrochen. Die Heizleistung war während der gesamten Abkühlphase Null.

Die erzeugten Temperaturprofile gleichen in Maximaltemperatur und Halbwertsbreite in etwa denen der Schweißversuche [52]. Die Daten aus Abb. 4.18b mit einer

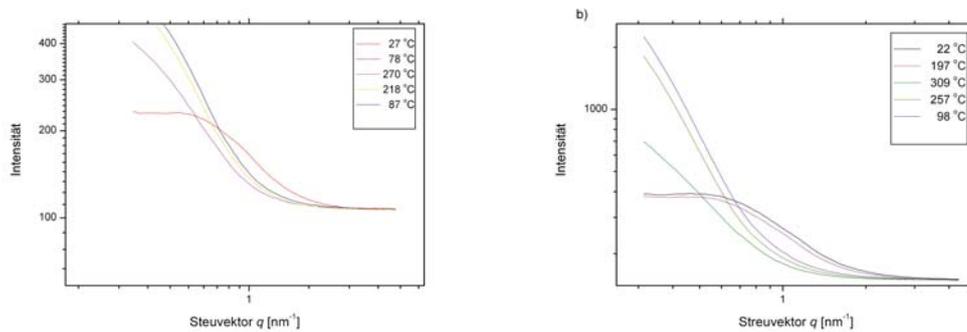


Abbildung 4.17: Bereits aus den dargestellten Streukurven läßt sich gut der Einfluß der Wärmebehandlung erkennen. Die Maximaltemperatur beträgt in diesem Fall $284\text{ }^{\circ}\text{C}$ (a) bzw. $309\text{ }^{\circ}\text{C}$ (b)

Maximaltemperatur von $309\text{ }^{\circ}\text{C}$ zeigen, daß im Bereich des ansteigenden Temperaturgradienten zunächst der Volumenbruchteil der Ausscheidungen leicht ansteigt. Im Bereich hoher Maximaltemperaturen fällt der Volumenbruchteil dann auf ein Zehntel ab, steigt aber in der Abkühlphase wieder an. Das Niveau des Grundwerkstoffes wird allerdings nicht wieder erreicht, der Volumenbruchteil ist nach der Behandlung 25% geringer als im Grundwerkstoff. Der mittlere Radius der Partikel erhöht sich während der Wärmebehandlung von 2 nm auf $7,5\text{ nm}$. Bei dem Profil mit einer Maximaltemperatur von $284\text{ }^{\circ}\text{C}$ (s. Abb. 4.21) fällt der Volumenbruchteil um ein Drittel ab. Der mittlere Radius der Ausscheidungen im Werkstoff erhöht sich auf $3,5\text{ nm}$. Im Vergleich dazu sind die Veränderungen bei einer Maximaltemperatur von $229\text{ }^{\circ}\text{C}$ (vgl. Abb. 4.19) noch weniger stark ausgeprägt. Der Anstieg des Volumenbruchteils im Bereich des ansteigenden Gradienten ist kaum aufzulösen. Der Volumenbruchteil fällt um ein Drittel ab. Die Ausscheidungen vergrößern sich nur leicht und der mittlere Partikelradius wächst von 2 nm auf $2,1\text{ nm}$. Dieser Trend setzt sich auch für das Temperaturprofil mit der Maximaltemperatur von $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ fort (vgl. Abb. 4.20). Der Volumenbruchteil sinkt um ca. 5%. Eine Vergrößerung der Ausscheidungen ist hier nicht festzustellen.

Um die Umlösungen im hohen Temperaturbereich besser sichtbar machen zu können, wurde ein zusätzliches Temperaturprofil mit $275\text{ }^{\circ}\text{C}$ gemessen (vgl. 4.21), die Maximaltemperatur lag hier bei $284\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.1 Nicht-isotherme Ausscheidungsprozesse

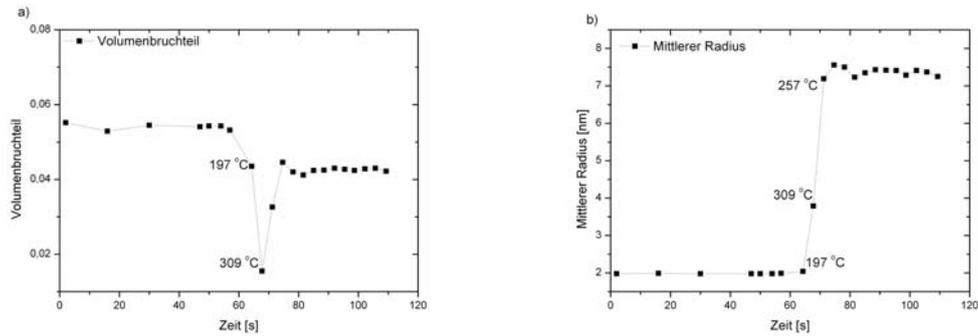


Abbildung 4.18: Volumenbruchteil (a) und mittlerer Radius (b) für eine Maximaltemperatur von 309 °C

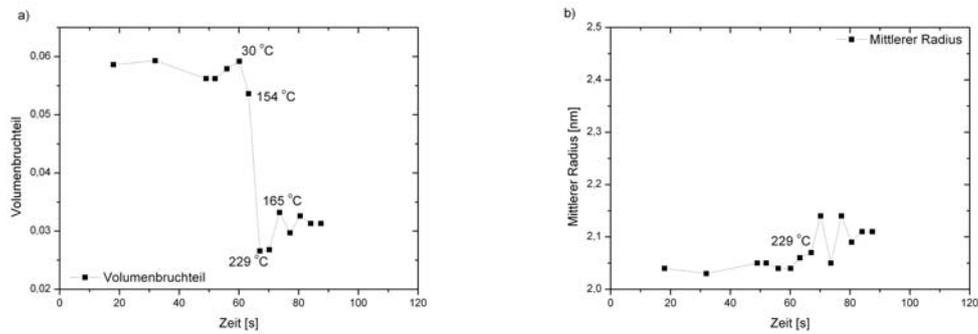


Abbildung 4.19: Volumenbruchteil (a) und mittlerer Radius (b) für eine Maximaltemperatur von 229 °C

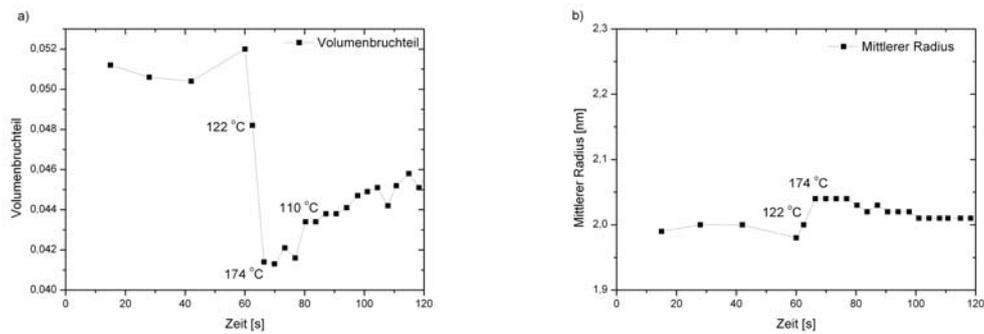


Abbildung 4.20: Volumenbruchteil (a) und mittlerer Radius (b) für eine Maximaltemperatur von 180 °C

Bei den Dilatometer-Experimenten wurden Temperaturkurven, wie sie beim Reibrührschweißen auftreten, nachgefahren. Zwischen den Extremfällen hoher und niedriger Maximaltemperatur veränderte sich der Endzustand kontinuierlich.

4 Ergebnisse und Diskussion

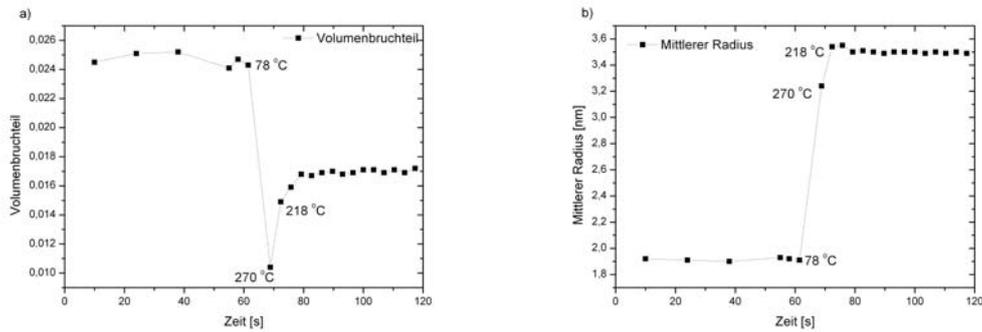


Abbildung 4.21: Volumenbruchteil (a) und mittlerer Radius (b) für eine Maximaltemperatur von 284 °C

Hohe Maximaltemperatur

Die Ergebnisse der Dilatometer-Experimente zeigen die Transformation von Partikeln der η' -Phase zur η -Phase einhergehend mit einem Abfall des Volumenbruchteils bei steigender Temperatur. Die in den Versuchen erreichte Maximaltemperatur beträgt 309 °C. Die Auflösung der stabilen η -Partikel ist jedoch erst bei 350 °C abgeschlossen [2]. Somit werden während der Wärmebehandlung nicht alle Partikel gelöst, der Volumenbruchteil sinkt bis auf ca. 1,5%. Die Übersättigung der Matrix bleibt jedoch relativ gering. Eine Keimbildung kleiner Ausscheidungen ist daher nicht zu erkennen. Es wird beobachtet, daß die Partikel beim Durchlaufen des Temperaturgradienten vergrößern. Der mittlere Radius der Ausscheidungen wächst von ca. 2 nm im Grundmaterial zu etwa 7,5 nm im Endzustand (vgl. Abb. 4.18). Ist die Maximaltemperatur 20 °C geringer, so beträgt der mittlere Radius der Ausscheidungen im Endzustand nur 3,5 nm (vgl. Abb. 4.21b). Je geringer die Maximaltemperatur und je kürzer die Verweildauer bei hoher Temperatur ist, desto geringer fällt die Vergrößerung der Partikel aus.

Mittlere Maximaltemperatur

Bei einer Maximaltemperatur von 229 °C findet die Phasentransformation zur η -Phase statt. Dies wird durch den Abfall des Volumenbruchteils deutlich. Jedoch sind Temperaturmaximum und Verweildauer nicht ausreichend, um das Material nennenswert zu vergrößern (s. Abb. 4.19).

Niedrige Maximaltemperatur

Bei der Maximaltemperatur von 180 °C wird nur ein Teil der Ausscheidungen in die η -Phase transformiert. Aufgrund der höheren Löslichkeit bei höherer Temperatur können sich mehr Fremdatome in der Matrix lösen. Der Volumenbruchteil der Partikel sinkt entsprechend ab. Es können sich jedoch aufgrund der kurzen

Auslagerungszeit kaum neue Ausscheidungen bilden.

Vergleich mit dem in-situ Schweißexperiment

Im Folgenden werden die in-situ Schweißexperimente mit den Dilatometerversuchen verglichen. Beide zeigen den Effekt des Sinkens des Volumenbruchteils bei der Transformation von der η' -Phase zur stabilen η -Phase. Jedoch sind besonders für den Bereich der Rührzone große Unterschiede zu erkennen. Aufgrund der undeformierten Körner bildet sich im Dilatometerversuch keine hohe Partikelpopulation an den Korngrenzen, sondern der Prozeß wird durch die Vergrößerung von η -Ausscheidungen innerhalb der Körner dominiert. In diesem Fall ist bei gleichen Temperaturgradienten die Vergrößerung der Partikel deutlich geringer. Für den Bereich der Wärmeeinflußzone zeigen sich die Ergebnisse in guter Übereinstimmung mit den Dilatometerversuchen. Die Kartierung der Wärmeeinflußzone zeigt für den äußeren, kälteren Bereich einen Abfall des Volumenbruchteils der Ausscheidungen. Eine Vergrößerung der Partikel findet nur in der unmittelbaren Nähe zum Werkzeug statt, da nur in diesem Bereich die Verweildauer auf einem hinreichend hohen Temperaturniveau gegeben ist. Dies wird durch die Ergebnisse aus den Dilatometermessungen unterstützt.

4.2 Isotherme Ausscheidungsprozesse

4.2.1 Isotherme Auslagerung im Dilatometer

Um die grundlegende Kinetik der Ausscheidungen in dem Werkstoff AA7449 zu untersuchen, wurde die Bildung von Ausscheidungen während der Langzeitauslagerung beobachtet. Eine Probe wurde hierzu zunächst bei einer Temperatur von 470 °C im Dilatometer homogenisiert und anschließend abgeschreckt. Die abgeschreckte Probe wurde anschließend 6 Stunden bei 120 °C getempert (s. Abb. 4.22). Diese Temperatur ist auch für die TAF-Auslagerung für den Werkstoff AA7449 vorgesehen. Die Streudaten haben ergeben, daß die homogenisierte Probe nicht vollkommen frei von Ausscheidungen ist, sondern einen hohen Anteil sehr kleiner Partikel enthält. Die Ausgangsgröße beträgt etwa 0,2 bis 0,3 nm. Vermutlich ist die Kühlleistung des Dilatometers nicht ausreichend, um die Probe hinreichend schnell abzuschrecken. Nach Erhöhen der Temperatur auf 120 °C wachsen die Partikel zunächst bis zu einer mittleren Größe von ca. 1 nm linear an. Danach verlangsamt sich der Prozeß. Der Volumenbruchteil der Partikel bleibt während der Auslagerung annähernd konstant (vgl. Abb. 4.23).

4 Ergebnisse und Diskussion

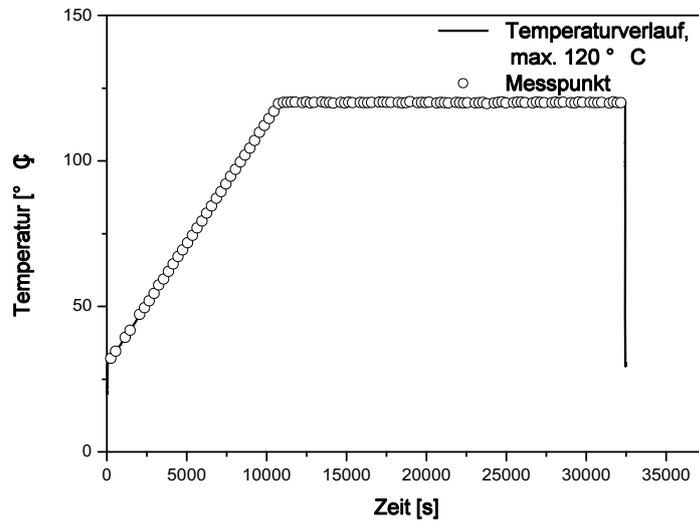


Abbildung 4.22: Temperaturverlauf für die Langzeitauslagerung des Werkstoffes AA7449

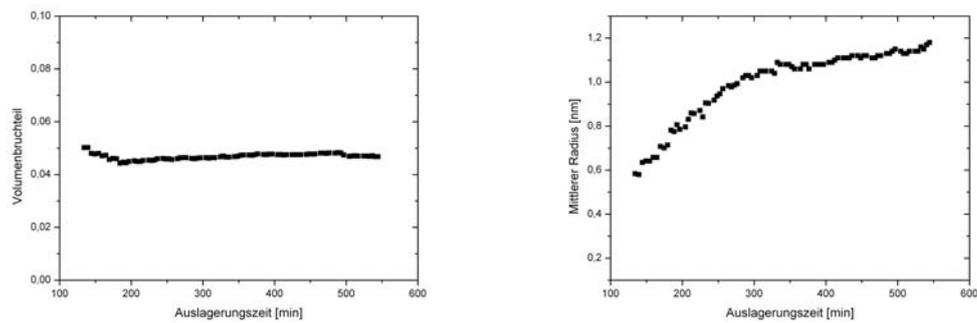


Abbildung 4.23: Entwicklung von Volumenbruchteil (links) und mittlerem Radius (rechts) während der Langzeitauslagerung bei 120 $^{\circ}\text{C}$.

4.2.2 SANS-Untersuchung der isothermen Auslagerung

Die Untersuchungen an der Kleinwinkel-Anlage SANS-2 ermöglichen das Betrachten von größeren Ausscheidungen. Bei einem Probe-Detektor-Abstand von bis zu 10 m kann ein größerer q -Bereich abgedeckt werden als am Meßplatz HARWI II.

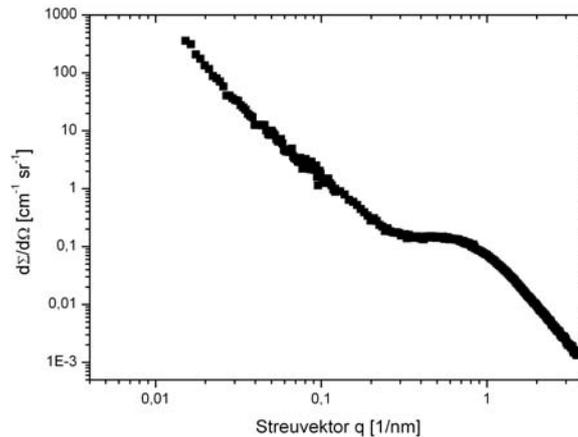


Abbildung 4.24: Streukurve der η' -Ausscheidungen gemessen mit Neutronenkleinwinkelstreuung an der Sans-2.

Um die Streulängendichte für die Auswertung der Neutronendaten zu bestimmen, wurde zunächst der Grundwerkstoff A7449-TAF untersucht. Die Streukurve ist in Abb. 4.24 dargestellt. Mit dem bekannten Volumenbruchteil von 4,8% [46] im TAF Grundmaterial kann die Streulängendichte auf $1,27 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ bestimmt werden. Um die Vergrößerung der η -Ausscheidungen untersuchen zu können, wurden Proben des Werkstoffes AA7449 bei einer Temperatur von $200 \text{ }^\circ\text{C}$ bzw. $250 \text{ }^\circ\text{C}$ isotherm ausgelagert. Die Proben sind zuvor homogenisiert worden.

Aufgrund der höheren Löslichkeit von Fremdatomen im Mischkristall ist der Volumenbruchteil bei der höheren Auslagerungstemperatur um etwa 5% geringer. Allerdings können die Ausscheidungen bei der höheren Temperatur stark vergrößern. Innerhalb von 15 Minuten wachsen die Ausscheidungen bei $25 \text{ }^\circ\text{C}$ Auslagerungstemperatur auf 13 nm an (vgl. Abb. 4.26b). Im gleichen Zeitraum bilden sich bei $200 \text{ }^\circ\text{C}$ Auslagerungstemperatur nur Partikel mit einem mittleren Radius von 5 nm (vgl. Abb. 4.25b).

4 Ergebnisse und Diskussion

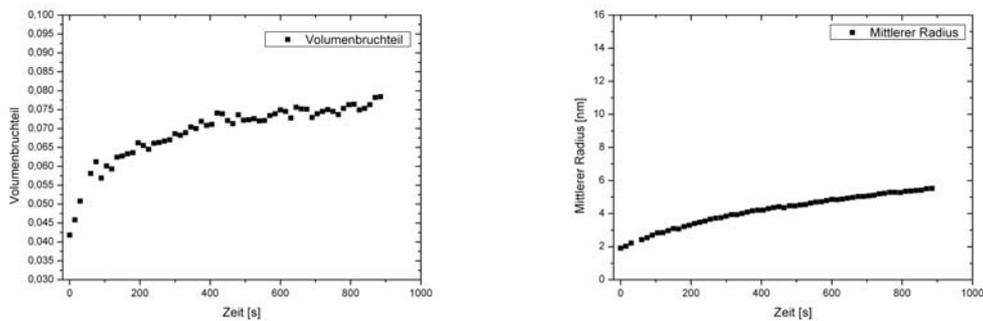


Abbildung 4.25: Veränderung von Volumenbruchteil (a) und mittlerem Radius (b) bei einer Auslagerung von 200 °C. Die Auslagerungszeit in diesem Versuch beträgt 15 Minuten.

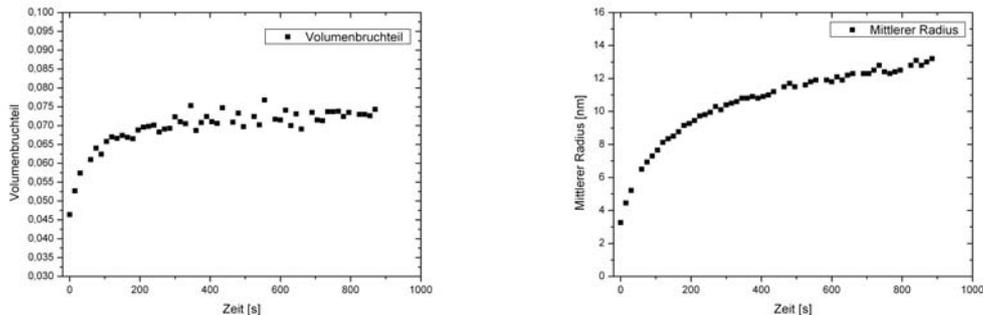


Abbildung 4.26: Entwicklung von Volumenbruchteil (a) und mittlerem Radius (b) während der isothermen Auslagerung bei 250 °C. Die Auslagerung wurde über einen Zeitraum von 15 Minuten verfolgt.

4.3 Untersuchung weiterer Werkstoffe mit FlexiStir

Aluminium AA2198

Der Werkstoff AA2198 ist eine moderne, leichte Al-Li-Cu-Legierung, wie sie in der Raumfahrttechnologie eingesetzt wird [83]. Aufgrund des geringen Lithium-Anteils ist die Legierung kostengünstig in der Produktion und wird damit auch für die Luftfahrt im allgemeinen interessant [84]. Auch diese Werkstoffe sind ausscheidungsgehärtet. Im Rahmen des COINS-Projekts sind Schweißverbindungen aus dieser Werkstoffklasse untersucht worden (s. Abschnitt 4.4). Es stellt sich somit die Frage, ob auch die Ausscheidungen in Al-Li-Cu-Legierungen mit *FlexiStir* untersucht werden können. Im Gegensatz zu den Ausscheidungen im AA7449 haben die Ausscheidungen in dieser Legierung eine kräftig ausgeprägte Vorzugsorientierung. In Abb. 4.27 werden die Detektorrohdaten aus dem Grundmaterial

4.3 Untersuchung weiterer Werkstoffe mit *FlexiStir*

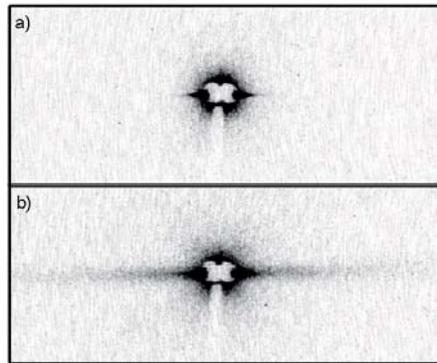


Abbildung 4.27: Rohdaten der Kleinwinkelstreuung an AA2198 aus der Schweißzone (a) und dem Grundmaterial (b)

der Legierung dem Zustand in der Rührzone gegenübergestellt. Im Grundmaterial des Werkstoffes liegen Nanometer große, räumlich ausgerichtete Partikel vor. Diese verursachen die in Strahlen auslaufenden, sternförmigen Streubilder. Der Schweißprozeß zerstört diese kräftig ausgeprägte Struktur und bildet größere, isotrop streuende Teilchen aus (vgl. Abb. 4.27a). Hierbei handelt es sich sowohl um T_1 -Ausscheidungen (Al_2CuLi) als auch um θ' -Ausscheidungen (Al_2Cu). Diese Ausscheidungen sind entlang der [111] bzw. [001] Gitterebene der Aluminiummatrix ausgerichtet [85]. Aufgrund des geringen Gewichts der Lithium-Atome ist der Kontrast der streuenden Partikel gegenüber der Matrix sehr gering. Die in situ genommenen Daten lassen eine quantitative Analyse der Partikelform und -verteilung nicht zu. Insbesondere bei großen q -Werten rauschen die Streukurven stark (vgl. Abb. 4.28). Die Bestimmung der Größenverteilung ist durch den sichtbaren q -Bereich limitiert. Für eine intensivere Untersuchung ist zusätzlich auch die räumliche Orientierung der Partikel von Interesse. Dieser Parameter ist mit der *FlexiStir* jedoch nicht zugänglich.

4 Ergebnisse und Diskussion

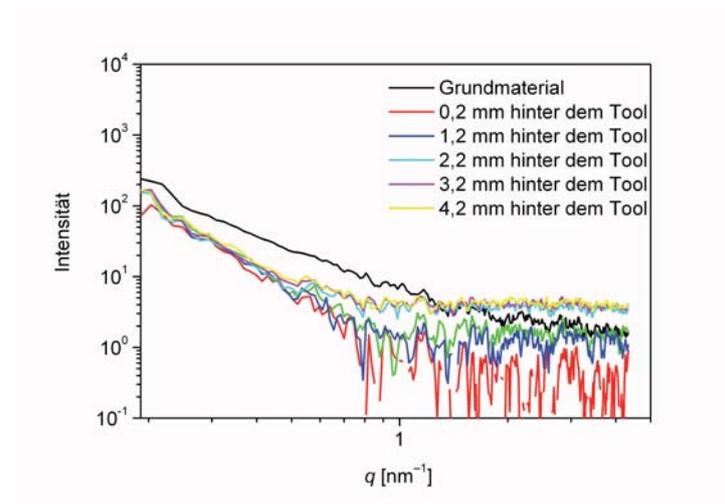


Abbildung 4.28: In-situ Streukurven aus der Rührzone von AA2198

Aluminium AA7050-T76

Aluminiumwerkstoffe werden ständig weiterentwickelt, um optimale Eigenschaften für den Einsatz zu gewährleisten. Es hat sich gezeigt, daß sich das Verhältnis von Mg zu Zn auf die Bruchzähigkeit auswirkt [86]. Im Vergleich zu AA7449 enthält der Werkstoff 7050 weniger Magnesium. Bei etwa gleicher Festigkeit kann hierdurch eine höhere Bruchzähigkeit erzielt werden [83]. Im Rahmen der in-situ Schweißversuche wurde geprüft, inwiefern die Aluminiumlegierung AA7050-T76 für die Kleinwinkelstreuversuche genutzt werden kann. Da es sich um eine Al-Zn-Cu-Mg-Zr-Legierung mit einer ähnlichen Zusammensetzung wie AA7449 handelt, liefern die Ausscheidungen einen guten Kontrast für die Röntgenkleinwinkelstreuung. Allerdings zeigen die Streukurven in Abb. 4.29, daß der einsehbare q -Bereich für die Untersuchung dieses Werkstoffes nicht ausreichend ist. Bereits im Grundmaterial liegen relativ große Ausscheidungen vor. Im natürlich gealtertem Zustand beträgt der mittlere Partikelradius 32 nm und im überaltertem Zustand 64 nm [87].

4.3 Untersuchung weiterer Werkstoffe mit FlexiStir

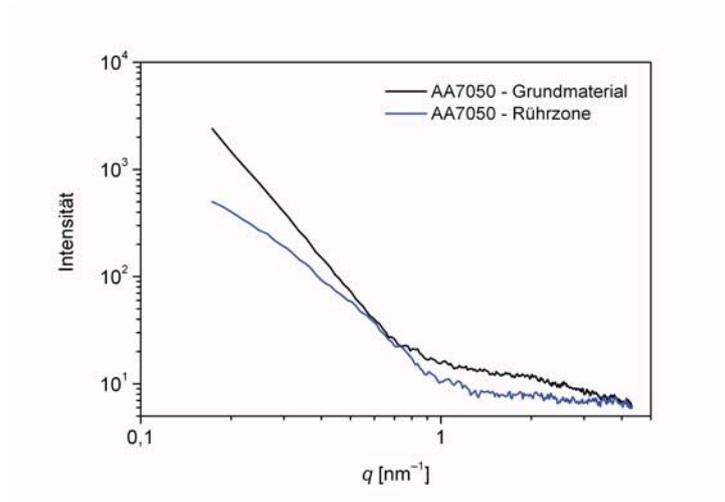


Abbildung 4.29: Streukurve für den Werkstoff AA7050

Aluminium-Stahl

Der Reibrührschweißprozeß erlaubt es auch, artungleiche Verbindungen zu schweißen. Mit der *FlexiStir* wurden Testnähte einer Aluminium-Stahl-Verbindung produziert. Hierbei richtete sich das Interesse besonders auf die intermetallische Phase an der Grenzfläche. Es wurde der einfache Stahl St12 verwandt. Das Aluminium hatte eine Reinheit von 99,5 %. Zudem wurde eine Aluminiumlegierung mit einem fünfprozentigen Siliziumanteil verwendet. Die verwendeten Stahl- und Aluminiumbleche hatten eine Stärke von 2 mm. Beim Schweißen dieser Verbindung befand sich der Pin nicht in der Mitte der Schweißnaht, sondern er drang nur in das Aluminium ein. Zur Untersuchung der Grenzfläche wurde die Maschine um 1 mm in Richtung des Stahls verschoben. Es gelang nicht, durchgehend gute Nähte dieser Verbindung zu erzeugen (vgl. Abb. 4.30). Im Rahmen der in-situ



Abbildung 4.30: Bild der Aluminium-Stahl-Verbindung, die aus dem in-situ Versuch entstanden ist. Auf der linken Seite befindet sich das Aluminium, auf der rechten Seite ist der Stahl.

Untersuchung konnten keine intermetallischen Phasen identifiziert werden. Unabhängig vom Abstand zur Werkzeugschulter fanden sich lediglich Reflexe von

4 Ergebnisse und Diskussion

Aluminium, Stahl und der Kupfer-Unterlage (vgl. Abb. 4.31). Der Gitterparameter des Stahls ist dem von Reineisen sehr ähnlich. Im in-situ Experiment war

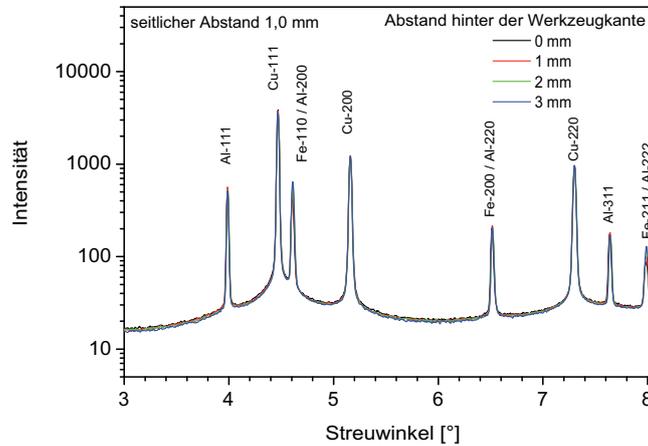


Abbildung 4.31: Diffraktogramm einer Aluminium-Stahl-Verbindung während des Schweißens. Es sind Eisen, Aluminium und Kupferreflexe zu erkennen. Variiert wird der Abstand hinter der Werkzeugschulter. Der seitliche Abstand von der Werkzeugmitte (Pin-Linie) hin zum Stahl beträgt 1 mm.

es nicht möglich, die Grenzfläche fein abzurastern. Aus diesem Grund wurden im Anschluß an die in-situ Messungen die Probe ex-situ ortsaufgelöst mit dem Diffraktometer untersucht. Die Schrittweite der Linienscans betrug 0,25 mm. Die zweidimensionale Darstellung der Diffraktogramme (vgl. Abb. 4.32 a) veranschaulicht die Verhältnisse der Aluminium- und Stahlverteilung in der Schweißnaht. Die Lücke in den Diffraktogrammen zwischen den Querpositionen 0,5 mm und 2 mm kommt von der nicht komplett geschlossenen Schweißnaht. Zwischen der Position 2 mm und 6 mm erscheinen zusätzliche Linien zwischen den bekannten Aluminium- und Stahl-Reflexen. Diese Reflexe können von einer intermetallischen Phase mit einer flächenzentrierten Gitterstruktur stammen. Die Reflexlage stimmt jedoch nicht mit den berechneten Diffraktogrammen der η_1 -Fe₂Al₅, α_1 -Fe₃Al und α_2 -FeAl Phasen überein. Die häufig auftretende θ -FeAl₃ ist trigonal und würde deswegen deutlich mehr zusätzliche Reflexe liefern. Die Reflexe passen zu einem Kristallgitter mit einer flächenzentrierten Struktur mit einem Gitterparameter von 3,61 Å. Dies ist auch der Gitterparameter von Kupfer. Die Schweißversuche sind auf einer Kupferunterlage durchgeführt worden. Es ist also anzunehmen, daß während des Schweißens Kupfer in den Bereich der Naht diffundiert ist bzw. Partikel in die Rührzone gezogen worden sind. Um dies zu bestätigen, ist zusätzlich eine Schweißprobe untersucht worden, die bei der Gruppe WMP am Helmholtz-Zentrum Geesthacht auf der Portal-Anlage geschweißt

4.3 Untersuchung weiterer Werkstoffe mit FlexiStir

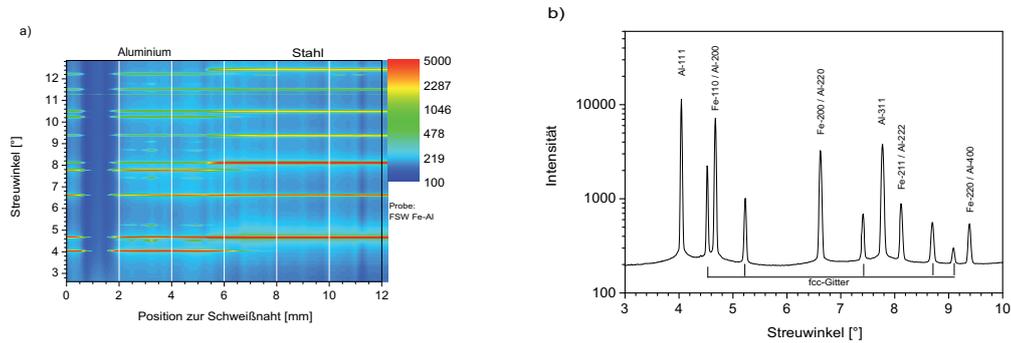


Abbildung 4.32: a) Die zweidimensionale Darstellung der Diffraktogramme zeigt den Übergang vom Aluminium hin zum Stahl. Im Bereich des Übergangs zeigt sich eine zusätzliche flächenzentrierten Phase zwischen den Aluminium-Reflexen.

b) Ausgewähltes Diffraktogramm von der Position 3,25 mm. Die zusätzliche Phase ist hier am deutlichsten zu erkennen.

worden ist. In dieser Probe sind die zusätzlichen Reflexe nicht vorhanden.

Die Verbindung von Stahl mit dem Werkstoff Al-5%Si ist etwas besser schweißbar. Die Diffraktogramme hierzu sind in Abbildung 4.33 dargestellt. Die zusätzlichen Linien in den Diffraktogrammen passen zur Kristallstruktur von Silizium. Intermetallische Phasen im Bereich der Schweißnaht sind nicht gefunden worden.

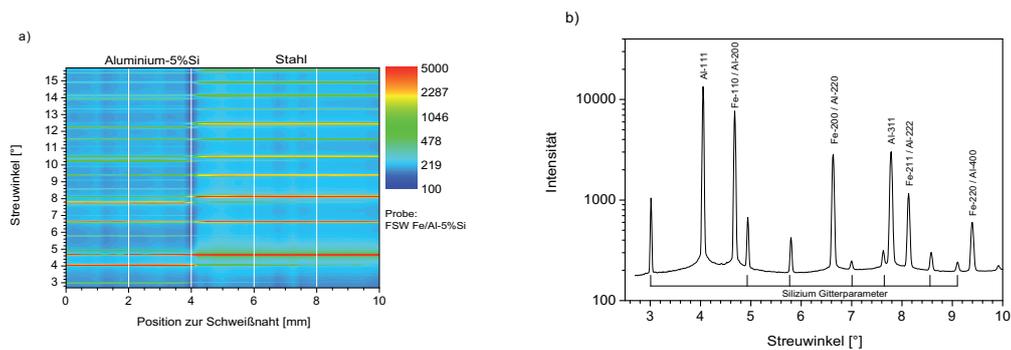


Abbildung 4.33: a) Die zweidimensionale Darstellung der Diffraktogramme zeigt den Übergang von der Aluminiumlegierung mit 5% Silizium hin zum Stahl. Auf der Aluminiumseite zeigen sich zwischen den Aluminiumreflexen zusätzliche Linien.

b) Ausgewähltes Diffraktogramm von der Position 3,25 mm. Die zusätzliche Reflexe im Al-5%Si passen zum Silizium-Gitter.

4 Ergebnisse und Diskussion

Ti-6Al-4V

Das Schweißen der Titanlegierung Ti-6Al-4V auf der *FlexiStir* war mit starken Vibrationen verbunden. Diese waren so groß, daß eine Beschädigung der Gleitlager zu befürchten war. Zudem ist eine geordnete Prozeßführung bei diesen Bedingungen nur schwer möglich. Deshalb konnte für diesen Werkstoff nur eine Schweißnaht (s. Abb. 4.34) mit hinreichend guter Qualität während der Meßzeit erzeugt werden. Die Meßposition lag in der Mitte der Rührzone unmittelbar hinter der Werkzeugschulter ($d_k = 0,2 \text{ mm}$). Das Diffraktogramm in Abb. 4.35 zeigt leichte



Abbildung 4.34: Schweißprobe der in-situ Versuche mit Ti-6Al-4V

Änderungen in der β -Phase (vgl. Abb. 4.35) während des Schweißens. Zusätzliche Phasen konnten nicht nachgewiesen werden.

Prinzipiell lassen sich mit den Streumethoden Phasenumwandlungen nachweisen. Um jedoch weitergehende Studien in diesem Feld mit der *FlexiStir* durchzuführen, müßte die Maschine zuerst strukturell verstärkt werden.

4.4 Eigenspannungsanalyse an Reibrührschweißnähten

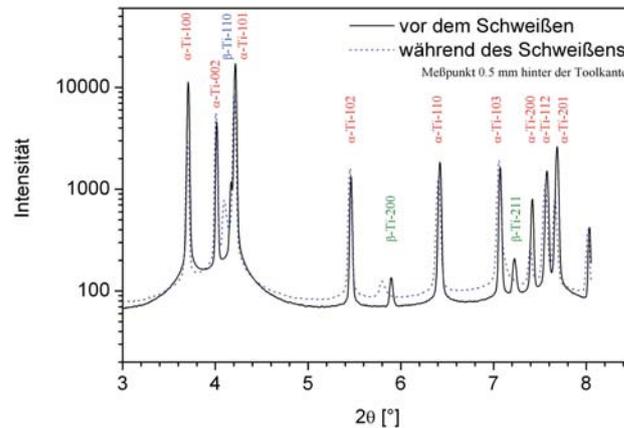


Abbildung 4.35: Diffraktogramm von Ti-6Al-4V vor und während des Schweißens

4.4 Eigenspannungsanalyse an Reibrührschweißnähten

Die Eigenspannungsanalyse ist in weiten Bereichen der Ingenieurwissenschaften von großem Interesse. Die Spannungen innerhalb eines Materials, insbesondere innerhalb einer Schweißnaht, lassen Rückschlüsse auf die thermo-mechanische Vorgeschichte des Werkstückes und die Belastbarkeit des Materials zu. Liegen in einem Werkstück hohe Zugspannungen vor, so kann dies zu einer geringeren Schwingfestigkeit und somit zu einem vermehrten Auftreten von Rissen bei Belastungen im Einsatz führen. Die Grundlage für die Eigenspannungsanalyse mittels Beugungsverfahren bildet die Variation der Gitterkonstanten des Kristallgitters, welche durch die Eigenspannungen hervorgerufen wird. Diese Gitterdeformationen können über die Variation des Bragg-Winkels mittels Röntgen- oder Neutronendiffraktion bestimmt werden. Den elastischen Gitterdehnungen können aufgrund der elastizitätstheoretischen Spannungs-Dehnungs-Beziehung Eigenspannungen zugeordnet werden [80, 88]. Bei Nutzung hochenergetischer Synchrotronstrahlung oder Neutronen ist es möglich, aufgrund des hohen Durchdringungsvermögens auch größere Werkstücke mit einer Ortsauflösung von ca. 0,1 bzw. 1 mm zu untersuchen. Im Fall der Synchrotronstrahlung kann allerdings ein geringes Streuvolumen die Auswertung der Daten aufgrund der geringen Kornstatistik erschweren [89].

Im Rahmen des internationalen EU-Projekts *COINS* (**C**ost **E**ffective **I**ntegral **M**etallic **S**tructure) [90] wurde unter anderem untersucht, wie der Reibrührschweißprozeß in der industriellen Flugzeugfertigung genutzt werden kann. Die Nutzung der integralen Bauweise reduziert neben Gewicht und Materialeinsatz auch die Fertigungskosten gegenüber der klassischen Fertigung im Nietverfahren.

4 Ergebnisse und Diskussion

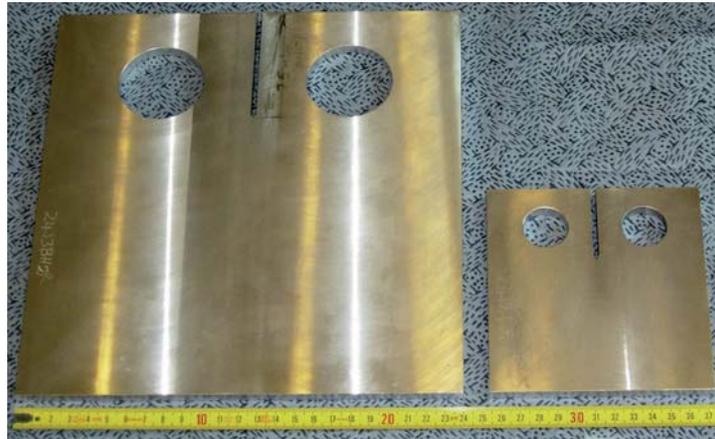


Abbildung 4.36: Proben für Ermüdungsversuche nach dem C(T)-Standard. Die Untersuchung unterschiedlicher Probengrößen hilft, den Größeneffekt auf die Eigenspannungsverteilung zu bestimmen.

Bevor jedoch neue Schweißverfahren industriell eingesetzt werden, muß geklärt werden, inwiefern sich die Schadenstoleranz der Bauteile ändert. Dies betrifft zum Beispiel das Ermüdungsverhalten der Schweißnähte und die Anfälligkeit gegenüber der Rißausbreitung.

Das Ermüdungsverhalten geschweißter Bauteile kann mit sogenannten C(T)-Proben (*compact tension*) im Dauerschwingversuch untersucht werden (vgl. Abb. 4.36). Die Schweißnaht wird mit einer festgelegten Kraft zyklisch belastet, bis das Bauteil versagt. Neben den Parametern der Schweißnaht hat auch die Größe der C(T)-Proben einen Einfluß auf deren Eigenspannungszustand.

Im COINS-Projekt wurde deswegen untersucht, wie sich die Probengröße auf die Eigenspannungsverteilung in den Proben auswirkt [91]. Hierfür wurden Eigenspannungsmessungen an C(T)-Proben unterschiedlicher Dimensionen durchgeführt und als Eingangsparameter für Prozeßsimulationen [5] des Ermüdungsverhaltens genutzt.

Aus 8 mm dicken Reibrührschweißnähten des Aluminiumwerkstoffes AA2195-T8 wurden C(T)-Proben mit einer Größe von $125 \times 120 \text{ mm}^2$ bzw. $250 \times 240 \text{ mm}^2$ gefertigt. Die Eigenspannungsverteilung quer zur Schweißnaht wurde vom Autor durch Messungen am Eigenspannungsdiffraktometer ARES [92] untersucht. Das Diffraktometer befand sich am Forschungsreaktor FRG-1 des Helmholtz-Zentrums Geesthacht. Abb. 4.37 zeigt die Eigenspannungsverläufe, die jeweils in der Mitte der C(T)-Proben quer zur Schweißnaht ermittelt worden sind. Das Profil der longitudinalen Spannungen (σ_x) zeigt Zugspannungen, die im Bereich der Wärmeeinflußzone zwei Maxima aufweisen und charakteristisch für einen Schweißprozeß sind. Diese entstehen während des Abkühlprozesses. In dieser Prozeßphase treten bei der Schrumpfung des Materials Zugspannungen im Bereich des Wärmeeintrags auf. Im Bereich der Wärmeeinflußzone werden diese Zug-

4.4 Eigenspannungsanalyse an Reibrührschweißnähten

spannungen durch entsprechende Druckspannungen ausgeglichen. In transversaler Richtung (σ_y) sind die Eigenspannungen nur gering ausgeprägt. Im Vergleich zu der kleineren Probe sind Zugspannungen in der größeren C(T)-Probe etwa doppelt so groß. Die Meßpunkte entlang der Schweißnaht zeigen einen homogenen Spannungsverlauf über die Schweißnahtlänge (s. Abb. 4.38). Die ermittelten Spannungswerte wurden in einer FE-Simulationen genutzt, um das Ermüdungsverhalten für die unterschiedlichen Probendimensionen exakt vorhersagen zu können [5].

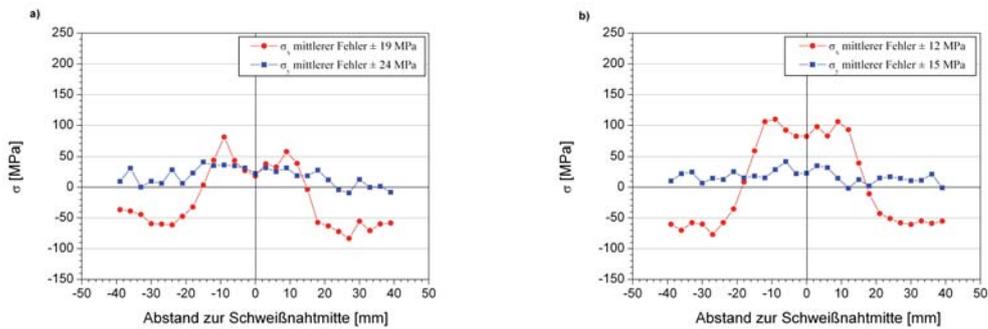


Abbildung 4.37: Gemessene Spannungsprofile quer zur Schweißnaht für C(T)-Proben mit einer Größe von $125 \times 120 \text{ mm}^2$ (a) bzw. $250 \times 240 \text{ mm}^2$ (b). Es werden sowohl die Eigenspannungen longitudinal zur Schweißnaht (σ_x) als auch transversal zur Naht (σ_y) bestimmt

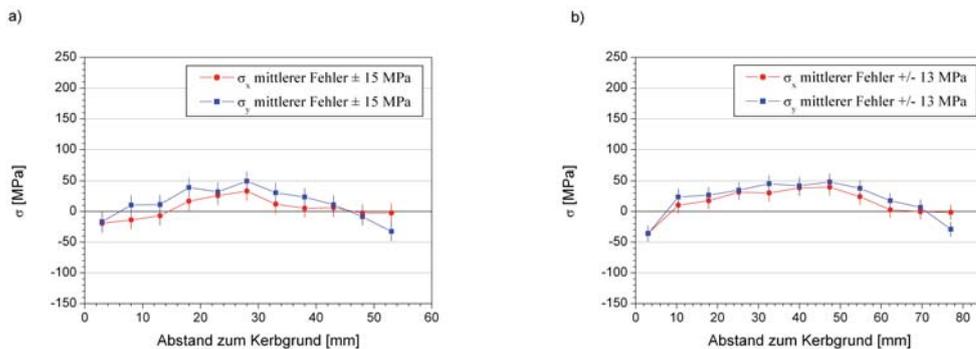


Abbildung 4.38: Gemessene Spannungsprofile längs zur Schweißnaht für C(T)-Proben mit einer Größe von $125 \times 120 \text{ mm}^2$ (a) bzw. $250 \times 240 \text{ mm}^2$ (b). Es werden sowohl die Eigenspannungen longitudinal zur Schweißnaht (σ_x) als auch transversal zur Naht (σ_y) gemessen

5 Zusammenfassung und Ausblick

Der Reibrührschweißprozeß ist ein neuartiges Fügeverfahren, das seit einigen Jahren einen verstärkten Einsatz in der Industrie findet. Unter anderem können hochfeste Aluminiumlegierungen für die Luftfahrtindustrie geschweißt werden. Das Wissen über den Einfluß der Fügeverfahren auf die Mikrostruktur der Werkstoffe beschränkte sich in der Vergangenheit auf "post-mortem" Untersuchungen der Bauteile. Die Simulation der Temperaturverteilung während der Schweißprozesses ermöglicht es, die Ausscheidungskinetik in einem FE-Modell abzubilden und so Vorhersagen über die Mikrostruktur zu treffen. Zwar sind Start- und Endzustand des Werkstückes bekannt, aber es fehlen Stützstellen, um die Modellannahmen zu validieren. Neutronenstreuung und die Nutzung hochenergetischer Röntgenstrahlung bieten die Möglichkeit, auch größere Bauteile bzw. Probenumgebungen zu durchdringen und die Verteilung der nanometergroßen Ausscheidungen zu bestimmen. Mit diesen Techniken können auch komplexe Prozesse in-situ untersucht werden. Die Daten über Größe, Anteil und räumliche Verteilung der Ausscheidungen während des Prozesses sind notwendig, um die Aussagen des Prozeßmodells zu validieren.

Im Rahmen dieser Arbeit werden zum ersten Mal mit der portablen Reibrührschweiß-Anlage *FlexiStir* in-situ Untersuchungen an einem Synchrotronmeßplatz durchgeführt. Genutzt wird der Meßplatz HARWI II am Speicherring DORIS III. Nur mit der Nutzung hoch-energetischer Synchrotronstrahlung ist es möglich, die Proben und auch die Probenumgebungen zu durchdringen. Die verwendeten Schweißparameter wie Vorschubgeschwindigkeit und Werkzeugrotation entsprechen realen Prozeßparametern aus dem Einsatz des Verfahrens. Die hohe Prozeßgeschwindigkeit erfordert den hohen Photonenfluß des Synchrotronmeßplatzes. Nur so ist es möglich, aufgrund der kurzen Meßzeit in-situ den Prozeß zu verfolgen. Im Mittelpunkt der Untersuchung steht die Kinetik der härtenden Ausscheidungen der Aluminiumlegierung AA7449. AA7449 ist ein hochfester Aluminiumwerkstoff mit technologischer Relevanz. Der Einfluß des Energieeintrags auf die Partikel kann durch die Variation der Vorschubgeschwindigkeit untersucht werden. Die Kartierung der Wärmeeinflußzone neben der Werkzeugschulter zeigt die Kinetik der η -Ausscheidungen im Bereich der höchsten Temperaturen. Die prozeßbedingten Anforderungen an die Stabilität der *FlexiStir*-Einheit schränken den für in-situ Messungen zugänglichen Bereich stark ein. Ergänzende in-situ Röntgenmessungen mit einem Dilatometer sind notwendig, um die Entwicklung der Ausscheidungen über einen kompletten Temperaturzyklus zu beobachten. Die untersuchten Temperaturprofile werden an Da-

5 Zusammenfassung und Ausblick

ten von Thermoelementmessungen aus dem Bereich der Wärmeeinflußzone an der *FlexiStir* angepaßt. Somit erweitern die Dilatometer-Ergebnisse direkt die *FlexiStir*-Daten aus dem kartierten Bereich der Wärmeeinflußzone. Zusätzlich sind Neutronenstreuexperimente am Kleinwinkelmeßplatz SANS-2 durchgeführt worden. Am optimierten Kleinwinkelmeßplatz können aufgrund des großen q -Bereiches auch größere Ausscheidungen untersucht und somit die Vergrößerung der Partikel während einer nicht-isothermen Temperaturbehandlung optimal beobachtet werden. Die Untersuchung hat ergeben, daß der prozeßbedingte Wärmeinput eine mindestens fünfzigprozentige Reduktion des Volumenbruchteils der härtenden Nanopartikel zur Folge hat. Die damit verbundene Verminderung der Werkstoffbelastbarkeit kann durch eine anschließende langfristige Wärmebehandlung ausgeglichen werden. Alternativ müssen Komponenten für den Einsatz entsprechend größer dimensioniert werden.

Im Zentrum der Untersuchung stehen die härtenden Ausscheidungen in der Wärmeeinflußzone und deren Evolution während des Reibrührschweißprozesses. Mit der *FlexiStir*-Anlage ist es erstmals möglich, die Wärmeeinflußzone um ein Reibrührschweißwerkzeug in-situ zu kartieren. Aufgrund der kurzen Meßzeit am Synchrotron und der Stabilität der *FlexiStir*-Anlage ist es möglich, den Schweißprozeß unter realistischen Bedingungen zu betrachten. Die gewonnenen Informationen aus der einmaligen Kartierung von Größe und Volumenbruchteil haben gezeigt, daß die Simulation des Reibrührschweißprozesses um die heterogenen Ausscheidungen an den Korngrenzen erweitert werden mußte. Diese Erweiterung verbessert die Übereinstimmung zwischen dem Modell und dem Experiment. Die gemessene SAXS-Karte und die Simulationsergebnisse zeigen jetzt übereinstimmend die Umwandlung von η' -Partikeln in die η -Phase und die Vergrößerung der Ausscheidungen im Übergang zur thermo-mechanisch beeinflussten Zone. Diese Arbeit zeigt, daß in-situ Experimente ein wichtiges Mittel zur Validierung der Werkstoffsimulation sind. Sie liefern wesentliche Informationen über das Werkstoffverhalten direkt aus dem Prozeß. Erst die Kombination aus Werkstoffmodell und in-situ Experiment liefert somit ein vollständiges Bild des Reibrührschweißprozesses.

Die experimentelle Messung von Eigenspannungen in reibrührgeschweißten Proben macht es möglich, deren Ermüdungsverhalten im Dauerschwingversuch zu simulieren. Die gemessenen Spannungsprofile sind ein wichtiger Eingangsparameter für das Werkstoffmodell. Zur Validierung des Modells ist es notwendig, die Proben vor dem Schwingversuch zerstörungsfrei zu untersuchen. Die Nutzung der Neutronenbeugung zur Eigenspannungsmessung bietet diese Möglichkeit auch bei größeren Probengeometrien, für die konventionelle Laborgeräte nicht genutzt werden können.

Sämtliche *FlexiStir*-Ergebnisse aus dieser Arbeit wurden mit dem stationären Modus gewonnen. Mit dem Bau der High Energy Material Science Beamline (HEMS) durch das Helmholtz-Zentrum Geesthacht steht auch am brillianten Synchrotron PETRA III ein Hochenergie-Meßplatz zur Verfügung. HEMS ist in der Lage, auch große Probenumgebungen wie die *FlexiStir*-Einheit aufzunehmen. Der Meßplatz bietet einen brillanteren Strahl und einen schnelleren Flat-Panel-Detektor (Bildwiederholungsrate bis zu 15 Hz). Hier wäre es möglich, auch zeitaufgelöste Messungen durchzuführen und direkt die Entwicklung in einem festen Probenvolumen zu verfolgen. Aufgrund des geringen Streukontrastes müßte allerdings der Photonenfluß im Probenvolumen erhöht werden. Um dies zu erreichen, gibt es verschiedene Möglichkeiten. Zuerst könnten Röntgenoptiken genutzt werden, um den Primärstrahl auf den Beamstop zu fokussieren. Des weiteren könnte ein In-Vakuum-Undulator den primären Photonenfluß der gesamten Beamline um einen Faktor 4-5 erhöhen. Mit einem Monochromator, der eine größere Energiebandbreite durchläßt, könnte der Fluß am Probenort weiter erhöht werden. Hierfür könnten zum Beispiel thermische oder dotierte Gradientenkristalle genutzt werden.

Mit der Untersuchung einer Titanlegierung wurden bereits erste Schritte zur Phasenanalyse während des Reibrührschweißens durchgeführt. Nach dem Einbau eines neuen, kräftigeren Schweißkopfes ist die *FlexiStir*-Einheit auch in der Lage, festere Materialien wie z.B. Stähle zu fügen. Im Bereich der modernen Hochleistungsstähle kann die in-situ Phasenanalyse Einblicke in die Umwandlung von TWIP- und TRIP-Stählen während der Verformung liefern. Im Bereich der ODS-Stähle können auch SAXS und SANS zur Bestimmung der Größe und Verteilung der härtenden Partikel genutzt werden.

Woo *et al.* haben bereits die Machbarkeit demonstriert [18], Neutronen für die Untersuchung des Reibrührschweißprozesses zu nutzen. Jedoch bieten neue Spallationsquellen, wie die European Spallation Source in Lund den Neutronenfluß für zeitaufgelöste Messungen. Diese Quellen bieten die Möglichkeit, mit der *FlexiStir* die Entwicklung von Eigenspannungen während des Schweißens zu untersuchen. Die *FlexiStir* bietet prinzipiell die Möglichkeit zur Bestimmung aller drei Dehnungsrichtungen in einem in-situ Experiment. Mit der Verwendung von Haupt- und Nebenvorschub besteht die Möglichkeit, ein Probenvolumen ortsfest im Strahl zu halten. Eventuell kann bei der Nutzung von Neutronen auch der Schlitz in der Grundplatte entfallen. Dies hätte vermutlich eine Verbesserung der Nahtqualität zur Folge, da das Durchdrücken des Pins und der Materialverlust vermieden werden können. Auch im Bereich der Ausscheidungsentwicklung könnten Neutronen neue Einblicke liefern. Die unterschiedlichen Kontrastmechanismen von Neutronen und Röntgenstrahlung führen dazu, daß mit SANS-Experimenten auch Aluminiumlegierungen untersucht werden können, bei denen leichtere Elemente in den härtenden Ausscheidungen präsent sind.

Literaturverzeichnis

- [1] K.D. Liss, A. Bartels, A. Schreyer, and H. Clemens. High-Energy X-Rays: A tool for Advanced Bulk Investigations in Materials Science and Physics. *Textures and Microstructures*, 35(3-4):219–252, 2003.
- [2] M. Nicolas and A. Deschamps. Characterisation and modelling of precipitate evolution in an Al-Zn-Mg alloy during non-isothermal heat treatments. *Acta Materialia*, 51(20):6077 – 6094, 2003.
- [3] E. Uhlmann, R. Gerstenberger, S. Herter, T. Hoghé, W. Reimers, B. Camin, R. V. Martins, A. Schreyer, and T. Fischer. In situ strain measurement in the chip formation zone during orthogonal cutting. *Production Engineering*, 5:1–8, 2011.
- [4] S. Sheikhi, R. Zettler, M. Beyer, A. Roos, H. Loitz, and J. F. dos Santos. Vorrichtung zum Reibrührschweißen: 102005029882.6 (DE); Vorrichtung und Verfahren zum Reibrührschweißen: 102005029881.8 (DE), Patent Applications ('FlexiStir'), 2005.
- [5] Y.E. Ma, P. Staron, T. Fischer, and P.E. Irving. Size effects on residual stress and fatigue crack growth in friction stir welded 2195-T8 aluminium - Part II: Modelling. *International Journal of Fatigue*, 33(11):1426 – 1434, 2011.
- [6] W.M. Thomas, E.D. Nicholas, J.C. Needham, M.G. Church, P. Templesmith, and C.J. Dawes. Int. Patent Appl.No. PCT/GB92/02203 and GB Patent Appl. No. 9125978.9, 1991.
- [7] C. J. Dawes and W. M. Thomas. Friction stir process welds aluminum alloys. *Welding Journal*, 75(3):41 – 45, 1996.
- [8] W.M. Thomas and R.E. Dolby. Friction stir welding developments. In S. A. David, T. DebRoy, J. C. Lippold, H. B. Smartt, and J. M. Vitek, editors, *Proceedings of the 6th Int. Trends in Welding Research*, pages 203–211, Materials Park, Ohio, USA, 2003.
- [9] R. Nandan, T. DebRoy, and H. K. D. H. Bhadeshia. Recent advances in friction-stir welding - process, weldment structure and properties. *Progress in Materials Science*, 53(6):980 – 1023, 2008.

- [10] W.M. Thomas and E.D. Nicholas. Friction stir welding for the transportation industries. *Materials and Design*, 18(4-6):269–273, 1997.
- [11] J. Ding, B. Carter, K. Lawless, A. Nunes, C. Russell, M. Suites, and J. Schneider. A Decade of Friction Stir Welding R and D at NASA’s Marshall Space Flight Center and a Glance into the Future. Technical report, NASA, Marshall Space Flight Center, 2006.
- [12] J. W. Elmer, J. Wong, and T. Ressler. Spatially resolved X-ray diffraction phase mapping and $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ transformation kinetics in the heat-affected zone of commercially pure titanium arc welds. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 29:2761–2773, 1998.
- [13] J. W. Elmer, J. Wong, and T. Ressler. In-situ observations of phase transformations during solidification and cooling of austenitic stainless steel welds using time-resolved X-ray diffraction. *Scripta Materialia*, 43(8):751 – 757, 2000.
- [14] J. W. Elmer, J. Wong, and T. Ressler. Spatially resolved X-ray diffraction mapping of phase transformations in the heat-affected zone of carbon-manganese steel arc welds. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 32:1175–1187, 2001.
- [15] T. A. Palmer, J. W. Elmer, and J. Wong. In-Situ Observations of Phase Transformations in the HAZ of 2205 Duplex Stainless Steel Weldments. In *International Conference on Joining of Advanced and Specialty Materials IV*, Indianapolis, IN, Nov 2001. ASM Materials Solutions Conference and Exposition.
- [16] T. A. Palmer and J. W. Elmer. Direct observations of the $\alpha \rightarrow \gamma$ transformation at different input powers in the heat-affected zone of 1045 C-Mn steel arc welds observed by spatially resolved X-ray diffraction. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 36:3353–3369, 2005.
- [17] J. W. Elmer and T. A. Palmer. In-Situ Phase Mapping and Direct Observations of Phase Transformations during Arc Welding of 1045 Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, Volume 37a:2171–2182, 2006.
- [18] W. Woo, Z. Feng, X.-L. Wang, K. An, C.R. Hubbard, S. A. David, and H. Choo. In situ neutron diffraction measurement of transient temperature and stress fields in a thin plate. *Applied Physics Letters*, 88(26):261903, 2006.
- [19] A. Kromm, Th. Kannengiesser, and J. Gibmeier. *In-Situ Studies with Photons, Neutrons and Electron Scattering*, chapter In Situ Studies of Phase Transformation and Residual Stresses in LTT Alloys During Welding Using Synchrotron Radiation, pages 13 – 26. Springer Verlag, 2010.

- [20] Y. Komizo and H. Terasaki. *In-Situ Studies with Photons, Neutrons and Electron Scattering*, chapter In Situ Study of Phasetransformation in Steel During Welding, pages 1 – 11. Springer Verlag, 2010.
- [21] H. M. Rietveld. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *Journal of Applied Crystallography*, 2(2):65–71, Jun 1969.
- [22] W. Woo, Z. Feng, X.-L. Wang, D. W. Brown, B. Clausen, K. An, H. Choo, C. R. Hubbard, and S. A. David. In-situ neutron diffraction measurements of temperature and stresses during friction stir welding of 6061-T6 aluminium alloy. *Science and Technology of Welding & Joining*, 12(4):298–303, 2007.
- [23] K. Masubuchi. *Analysis of Welded Structures*. Pergamon Press, 1980.
- [24] H. S. Carslaw and J. C. Jaeger. *Conduction of Heat in Solids*. Oxford University Press, 2nd edition, 1986. ISBN 978-0198533689.
- [25] W. Bergmann. *Werkstofftechnik - Teil 2: Anwendung*. Carl Hanser Verlag, München, 2005.
- [26] J. A. Charles, F. A. A. Crane, and J. A. G. Furness. *Selection and Use of Engineering Materials*. Butterworth-Heinemann, 1997.
- [27] H. Schumann and H. Oettel. *Metallographie*. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co., 2004.
- [28] P. Haasen. *Physikalische Metallkunde*. Springer-Verlag, 1984.
- [29] C. Mondal and A. K. Mukhopadhyay. On the nature of T and S phases present in as-cast and annealed 7055 aluminum alloy. *Materials Science and Engineering A*, 391:367 – 376, 2005.
- [30] A. Maciel Camacho, H.V. Atkinson, P. Kapranos, and B.B. Argent. Thermodynamic predictions of wrought alloy compositions amenable to semi-solid processing. *Acta Materialia*, 51(8):2319 – 2330, 2003.
- [31] R. Wagner and R. Kampmann. *Materials Science and Technology*, chapter Homogeneous Second Phase Precipitation, pages 213–304. VCH Verlagsgesellschaft mbH, 1991.
- [32] P. Liang, H.L. Su, P. Donnadieu, M.G. Harmelin, A. Quivy, P. Ochin, G. Effenberg, H.J. Seifert, H.L. Lukas, and rF. Aldinger. Experimental Investigation and Thermodynamic Calculation of the Central Part of the Mg-Al Phase Diagram. *Z. Metallkunde*, 89:536 – 540, 1998.
- [33] W. Ostwald, M. Bodenstein, K. Clusius, K.F. Bonhoeffer, and H. Falkenhagen. *Zeitschrift für physikalische Chemie*. Number Bd. 22. Akademische Verlagsgesellschaft Geest & Portig, 1897.

Literaturverzeichnis

- [34] I.M. Lifshitz and V.V. Slyozov. The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 19:35 – 50, 1961.
- [35] R. Graf. Etude aux rayons x des phenomenes de precipitation dans l’alliage aluminium-zinc-magnesium a 7 % des zinc et 3 % de magnesium. *Compt. Rend. Acad. Sci.*, 242:1331, 1956.
- [36] M. Radomsky, O. Kabisch, H. Löffler, J. Lendvai, T. Ungar, I. Kovacs, and G. Honyek. On the decomposition behaviour of Al-4.5 at% Zn-2 to 3 at% Mg alloys during continuous heating. *Journal of Materials Science*, 14(12):2906–2912, 1979.
- [37] L.J Zheng, C.Q Chen, P.C Bai, T.T Zhou, P.Y Liu, and B.Z Dong. Small-angle X-ray scattering study of precipitates in AlZnMgCu-1.0 wt.% Li alloy. *Materials Letters*, 58:25–28, 2004.
- [38] M. Dumont, A. Steuwer, A. Deschamps, M. Peel, and P. J. Withers. Microstructure mapping in friction stir welds of 7449 aluminium alloy using saxs. *Acta Materialia*, 54(18):4793 – 4801, 2006.
- [39] J.-Q Su, T.W Nelson, R Mishra, and M. Mahoney. Microstructural investigation of friction stir welded 7050-T651 aluminium. *Acta Materialia*, 51(3):713 – 729, 2003.
- [40] J. S. Langer and A. J. Schwartz. Kinetics of nucleation in near-critical fluids. *Phys. Rev. A*, 21:948 – 958, 1980.
- [41] R. Kampmann and R. Wagner. *Proceedings of the Conference on Decomposition of alloys: the early stages*. Oxford: Pergamon Press, 1984.
- [42] J.W. Christian. *Theory of transformations in metals and alloys. Part 1*. Pergamon Press, Oxford, 1975.
- [43] J.D. Robson, M.J. Jones, and P.B. Prangnell. Extension of the n-model to predict competing homogeneous and heterogeneous precipitation in al-sc alloys. *Acta Materialia*, 51(5):1453 – 1468, 2003.
- [44] S. Arrhenius. Ueber die Reaktionsgeschwindigkeit bei der Inversion von Rohrzucker durch Säuren. *Z. Phys. Chem.*, 4:226–248, 1889.
- [45] J.D Robson. Modelling the overlap of nucleation, growth and coarsening during precipitation. *Acta Materialia*, 52(15):4669 – 4676, 2004.
- [46] N. Kamp, A. Sullivan, R. Tomasi, and J. D. Robson. Modelling of heterogeneous precipitate distribution evolution during friction stir welding process. *Acta Materialia*, 54(8):2003 – 2014, 2006.

- [47] N. Kamp, A. Sullivan, R. Tomasi, and J. D. Robson. Modelling of heterogeneous precipitation in 7xxx aluminium alloys during complex processing. *Mater. Science Forum*, 519 - 521:1435 – 1440, 2006.
- [48] N. Kamp, A. Sullivan, and J. D. Robson. Modelling of friction stir welding of 7xxx aluminium alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 466(1-2):246 – 255, 2007.
- [49] J.D. Robson, N. Kamp, A. Sullivan, and H.R. Shercliff. Modelling precipitate evolution during friction stir welding of aerospace aluminium alloys. *Mater. Science Forum*, 519 - 521:1101 – 1106, 2006.
- [50] P. A. Colegrove and H. R. Shercliff. 3-Dimensional CFD modelling of flow round a threaded friction stir welding tool profile. *Journal of Materials Processing Technology*, 169(2):320 – 327, 2005.
- [51] H. Wang, P. Colegrove, H.M. Mayer an L. Campbell, and R.D. Robson. Material constitutive behavior and microstructure study on aluminium alloys for friction stir welding. *Advanced Materials Research*, 89 - 91:615 – 620, 2010.
- [52] J.F. dos Santos, P. Staron, T. Fischer, L. Bergmann, N. Huber, and A. Schreyer. In-situ friction stir welding experiments on Aluminium 7449. *Science*, submitted, 2014.
- [53] Yeong-Maw Hwang, Zong-Wei Kang, Yuang-Cherng Chiou, and Hung-Hsiou Hsu. Experimental study on temperature distributions within the workpiece during friction stir welding of aluminum alloys. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 48:778 – 787, 2008.
- [54] N. Kamp and J. Robson. Modelling of precipitate evolution in aluminium alloys during complex processing. *TMS Letters*, 2:9 – 10, 2005.
- [55] O.R. Myhr and O. Grong. Modelling of non-isothermal transformations in alloys containing a particle distribution. *Acta Materialia*, 48(7):1605 – 1615, 2000.
- [56] O.R. Myhr, O. Grong, H.G. Fjaer, and C.D. Marioara. Modelling of the microstructure and strength evolution in al-mg-si alloys during multistage thermal processing. *Acta Materialia*, 52(17):4997 – 5008, 2004.
- [57] W. Bragg. The Reflection of X-rays by Crystals. *Proc. Roy. Soc.*, 88a:428 – 438, 1913.
- [58] A. Guinier and G. Fournet. *Small-angle scattering of X-rays*. John Wiley & Sons, 1955.

Literaturverzeichnis

- [59] O. Glatter and O. Kratky, editors. *Small angle X-ray scattering*. Academic Press, 1982.
- [60] H. Brumberger, editor. *Small-Angle X-Ray Scattering*. Gordon and Breach, 1967.
- [61] J. J. Thomson. *Conduction of Electricity through Gases*. Cambridge University Press, UK, 1903.
- [62] P. Debye. Zerstreuung von Röntgenstrahlen. *Annalen der Physik*, 46:809, 1915.
- [63] C. Kittel. *Einführung in die Festkörperphysik*. Oldenbourg, 2006.
- [64] Neutron News, 3, 29 - 37, 1992.
<http://www.ncnr.nist.gov/resources/n-lengths/>.
- [65] S. Hansen and J. S. Pedersen. A comparison of three different methods for analysing small-angle scattering data. *Journal of Applied Crystallography*, 24(5):541–548, Oct 1991.
- [66] O. Glatter. A new method for the evaluation of small-angle scattering data. *Journal of Applied Crystallography*, 10(5):415 – 421, Oct 1977.
- [67] P. B. Moore. Small-angle scattering. Information content and error analysis. *Journal of Applied Crystallography*, 13(2):168–175, Apr 1980.
- [68] T.N.E. Greville. *Theory and applications of spline functions*. Publication of the Mathematics Research Center, United States Army, the University of Wisconsin. Academic Press, 1969.
- [69] W. Reimers, A. R. Pyzalla, A. K. Schreyer, and H. Clemens. *Neutrons and Synchrotron Radiation in Engineering Materials Science*. John Wiley & Sons, 2008.
- [70] P. Staron, N. Schell, A. Haibel, F. Beckmann, T. Lippmann, L. Lottermoser, J. Herzen, T. Fischer, M. Koçak, and A. Schreyer. The New GKSS Materials Science Beamlines at DESY: Recent Results and Future Options. *Mater. Science Forum*, 638-642:2470–2475, 2010.
- [71] http://hasylab.desy.de/facilities/doris_iii/beamlines/w2_harwi_ii/harwi_ii_gkss/index_eng.html
abgerufen 12.06.2012.
- [72] A. Hammersley. Fit2d data analysis software.
<http://www.esrf.eu/computing/scientific/FIT2D/>, 2004.
- [73] P. Staron. Sansfit std 0.24, 04 2012.

- [74] C. Eckerlebe, P. Biemann, M. Haese-Seiler, and P. Staron. Sandra 4.3.9.0.
- [75] P. Biemann, M. Haese-Seiler, and P. Staron. User-friendly software for SANS data reduction. *Physica B: Condensed Matter*, 276-278:156 – 157, 2000.
- [76] A. Stark, M. Oehring, F. Pyczak, and Th. Lippmann. The new dilatometer at HARWI II - Volume changes in a Ti-43Al alloy due to phase transformations. *Hasylab Annual Report*, 2009.
- [77] P. Staron. Ares data reduction adr 3.2, 2006.
- [78] P. Staron. Afit 3.3, 2007.
- [79] M.T. Hutchings, P.J. Withers, T.M. Holden, and T. Lorentzen. *Introduction to the Characterization of Residual Stress by Neutron Diffraction*. CRC Press, 2005.
- [80] M. T. Hutchings. Neutron diffraction measurement of residual stress fields: Overview and points for discussion. In M.T. Hutchings and A.D. Krawitz, editors, *Measurement of Residual and Applied Stress Using Neutron Diffraction*, volume 216 of *NATO ASI Series*, pages 3–18. Springer Netherlands, 1992.
- [81] I.C. Noyan and J.B. Cohen. *Residual stress - measurement by diffraction and interpretation*. Springer Series on Materials Research and Engineering, 1987.
- [82] M. Dumont, W. Lefebvre, B. Doisneau-Cottignies, and A. Deschamps. Characterisation of the composition and volume fraction of η and η' precipitates in an Al-Zn-Mg alloy by a combination of atom probe, small-angle X-ray scattering and transmission electron microscopy. *Acta Materialia*, 53(10):2881 – 2892, 2005.
- [83] T. Warner. Recently-Developed Aluminium Solutions for Aerospace Applications. *Materials Science Forum*, 519-521:1271–1278, 2006.
- [84] P. Lequeu. Advances in aerospace aluminum. *Advanced Materials and Processes*, 166:47–49, 2006.
- [85] F. De Geuser, F. Bley, A. Denquin, and A. Deschamps. Mapping the microstructure of a friction-stir welded (FSW) Al-Li-Cu alloy. *Journal of Physics: Conference Series*, 247(1):012034, 2010.
- [86] John E. Hatch, editor. *Aluminium*. American Society for Metals, 2005.
- [87] D. Dumont, A. Deschamps, and Y. Brechet. On the relationship between microstructure, strength and toughness in AA7050 aluminum alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 356:326 – 336, 2003.

Literaturverzeichnis

- [88] B. Eigenmann and E. Macherauch. Röntgenographische Untersuchung von Spannungszuständen in Werkstoffen. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 26(3):148–160, 1995.
- [89] T. Fischer. Untersuchung lasergeschweißter Stoßverbindungen des Werkstoffes AA6056 mittels hochenergetischer Synchrotronstrahlung. Diplomarbeit, Universität Hamburg, 2007.
- [90] EU-Projekt COINS - Cost Effective Integral Metallic Structure, Projektnr. AST5-CT-2006-030825.
- [91] Y.E. Ma, P. Staron, T. Fischer, and P.E. Irving. Size effects on residual stress and fatigue crack growth in friction stir welded 2195-T8 aluminium - Part I: Experiments. *International Journal of Fatigue*, 33(11):1417 – 1425, 2011.
- [92] P. Staron, H.-U. Ruhnau, M. Marmotti, P. Mikula, and R. Kampmann. The new diffractometer ARES for the analysis of residual stresses. *Physica B: Condensed Matter*, 276 - 278(0):158 – 159, 2000.

Eigene Veröffentlichungen

- The New GKSS Materials Science Beamlines at DESY: Recent Results and Future Options, P. Staron, N. Schell, A. Haibel, F. Beckmann, T. Lippmann, L. Lottermoser, J. Herzen, T. Fischer, M. Koçak, A. Schreyer, *Materials Science Forum*, Vol. 638-642, pp 2470-2475, 2010
- Size effects on residual stress and fatigue crack growth in friction stir welded 2195-T8 aluminium - Part I: Experiments, Yu E. Ma, P. Staron, T. Fischer and P.E. Irving, *International Journal of Fatigue*, Vol. 33, pp 1417 - 1425, 2011
- Size effects on residual stress and fatigue crack growth in friction stir welded 2195-T8 aluminium - Part II: Modelling, Yu E. Ma, P. Staron, T. Fischer and P.E. Irving, *International Journal of Fatigue*, Vol. 33, pp 1426 - 1434, 2011
- In situ strain measurement in the chip formation zone during orthogonal cutting, E. Uhlmann, R. Gerstenberger, S. Herter, T. Hoghé, W. Reimers, B. Camin, R. V. Martins, A. Schreyer, T. Fischer, *Production Engineering*, Vol. 5, pp 1-8, 2011
- Retardation of fatigue crack growth in aircraft aluminium alloys via laser heating - Experimental proof of concept, D. Schnubel, M. Horstmann, V. Ventzke, S. Riekehr, P. Staron, T. Fischer, N. Huber, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 546, pp 8 - 14, 2012
- An extended shear angle model derived from in situ strain measurements during orthogonal cutting, E. Uhlmann, S. Henze, R. Gerstenberger, K. Brömmelhoff, W. Reimers, T. Fischer, N. Schell, *Production Engineering*, Vol. 7, pp 401-408, 2013
- Space resolved microstructural characteristics in the chip formation zone of orthogonal cut C45E steel samples characterized by diffraction experiments, K. Brömmelhoff, S. Henze, R. Gerstenberger, T. Fischer, N. Schell, E. Uhlmann, W. Reimers, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 213, pp 2211-2216, 2013

Literaturverzeichnis

- Triaxial residual stresses in thermomechanically rolled seamless tubes characterized by high-energy synchrotron X-ray diffraction, G. Winter, M. Stefanelli, J. Klarner, P. Staron, T. Fischer, J. Keckes, B. Buchmayr, *Proceedings of the ASME 2013 Pressure Vessels and Piping Conference*, 2013
- Depth-resolved residual stress analysis with high-energy synchrotron X-rays using a conical slit cell, P. Staron, T. Fischer, J. Keckes, S. Schratler, T. Hatzenbichler, N. Schell, M. Müller, A. Schreyer, *Materials Science Forum*, Vols. 768-769, pp 72-75, 2014
- Depth-resolved residual stress analysis with conical slits for high-energy X-rays, P. Staron, T. Fischer, E.-H. Eims, S. Frömbgen, N. Schell, S. Daneshpour, R.V. Martins, M. Müller, A. Schreyer, *Materials Science Forum*, Vol. 772, pp 3-7, 2014
- The High Energy Materials Science Beamline (HEMS) at PETRA III, N. Schell, A. King, F. Beckmann, T. Fischer, M. Müller, A. Schreyer, *Materials Science Forum*, Vol. 772, pp 57-61, 2014
- Locally resolved stress and strain analysis of sinter-joined micro valves using synchrotron X-ray diffraction and conical slit apertures, J. Maisenbacher, J. Gibmeier, K. Klimscha, T. Fischer, P. Staron, *Microsystem Technologies*, accepted, 2014
- A deeper understanding of the non-equilibrium precipitation phenomena in joining through in-situ synchrotron monitoring, J.F. dos Santos, P. Staron, T. Fischer, J. Robson, A. Kostka, P. Colegrove, H. Wang, J. Hilgert, L. Bergmann, L.L. Hütsch, N. Huber, A. Schreyer, *Science*, submitted, 2014