

Messungen der spezifischen Wärme von Al-Legierungen umgeformt nach dem ECAP

Dr. Sun Lee* und Dr. Su Yang Kwon, Physikalische Metrologie, KRISS (Korea Research Institute of Standards and Science, Deajong, Korea)

Es existieren bereits verschiedene Verfahren zur Herstellung ultrafeinkörniger Werkstoffe, wie z.B. durch Wärmebehandlung, pulvermetallurgisch, durch schnelle Erstarrung oder durch plastische Umformung. Doch eine Korngrößenfeinung bis in den Submikrometerbereich gestaltet sich schwierig, da man hier – auch bedingt durch die steigende Zahl von Verarbeitungsprozessen – bei der Deformation aufgrund der reduzierten Querschnittflächen auf Grenzen stößt. Mit SPD (hochgradige plastische Umformung) zur Feinung von Kristallkörnern lässt sich dieses Problem lösen.

Zu den SPD-Verfahren gehören unter anderem HPT (High Pressure Torsion), ECAP (Equal Channel Angular Pressing = Gleichkanalwinkelpressen), ECAR (Equal Channel Angular Rolling) und ARB (Accumulative Roll Bonding). Unter diesen Methoden stellt das ECAP-Verfahren eine relativ einfache Methode zur Kristallkornfeinung von Bulkmaterialien dar. Der Grundgedanke besteht darin, eine Probe – meist mehrfach hintereinander – durch einen abgewinkelten Kanal zu pressen, wobei die Probe eine Scherdehnung erfährt. Dadurch kommt es zu einer Veränderung in der Mikrostruktur aus dem Innern des Materials heraus, die im Wesentlichen in 4 Schritten verläuft.

Schritt 1 ist der Verfestigungsschritt, in dem durch Umformung Verschiebungen entlang der Gleitebenen hervorgerufen werden, was einen Anstieg der Anzahl struktureller Versetzungen zur Folge hat.

Im 2. Schritt bilden sich aufgrund des kontinuierlichen Anstiegs der Defektdichte neue Zellen innerhalb der ursprünglichen Kornstruktur. Mit proportional zu den Verarbeitungsschritten ansteigender Versetzungsdichte nimmt die Größe dieser Zellen weiter ab.

Im 3. Schritt tritt eine dynamische Erholung auf. Es ist der Schritt, in dem Subkörner gebildet werden, die durch Kleinwinkel-Korngrenzen voneinander getrennt sind. Im 4. Schritt gehen die Kleinwinkel-Korngrenzen mit weiter steigender Versetzungsdichte in Großwinkel-Korngrenzen über und es entstehen feine Kristallkörner mit einem Richtungsunterschied von mehr als 15°.

Diese mittels ECAP umgeformten Materialien weisen eine verbesserte Härte und Duktilität auf. Die Querschnittfläche wird, je nach Anzahl der Verarbeitungsschritte, nicht reduziert und es entstehen keine Poren. Durch Anregung der Bildung von Großwinkel-Korngrenzen wird außerdem eine Tieftemperatur-Superplastizität erreicht.

Die Dynamische Differenz-Kalorimetrie (engl. Differential Scanning Calorimetry, DSC) ist eine ausgezeichnete Methode, um die Aktivierungsenergie, den Schmelzpunkt, die Kristallisations-temperatur, die Glasübergangstemperatur, die spezifische Wärme, die Umwandlungswärme und Phasenübergänge von Materialien bei Temperaturänderung zu messen; sie findet vielseitige Anwendungen für viele Metalle, Keramiken und Polymere.

Bei Al-Mg-Legierungen wird die DSC-Methode nach M.J. Strarink und D. Hamana bei der Analyse des Ausscheidungsverhaltens durch Magnesiumübersättigung in Aluminium eingesetzt.

5083 Al ist eine Beispiel-Al-Mg-Legierung für spezifische Wärmebehandlungen. Da 5083 Al vorhandene Materialien aus Stahl in Armaturenbrettern von Autos und Schiffen usw. aufgrund seines niedrigen Preises, seiner hohen Festigkeit, seiner Oxidationsbeständigkeit, seiner hohen Plastizität und der geringen Dichte, etc., ersetzt, ist es ein Werkstoff mit Energiespar-Effekt.

Studien an kommerziellen, mit dem ECAP-Verfahren hergestellten 5083-Aluminium-Legierungen waren bis jetzt nur auf die mechanischen Eigenschaften ausgerichtet. In dieser Studie dagegen konnte durch Ermittlung der spezifischen Wärme, einem charakteristischen Kennwert für die physikalischen Eigenschaften von Materialien, eine Energieanreicherung in Abhängigkeit von der Kornbildung festgestellt werden.

Für die Messung der spezifischen Wärme von Aluminium-Legierungen kam eine NETZSCH-DSC 404 C zum Einsatz. Um eine inerte Atmosphäre zu garantieren, wurde Argon (50 ml/min) verwendet; die Heizrate betrug 10 K/min. Die gemessenen Werte

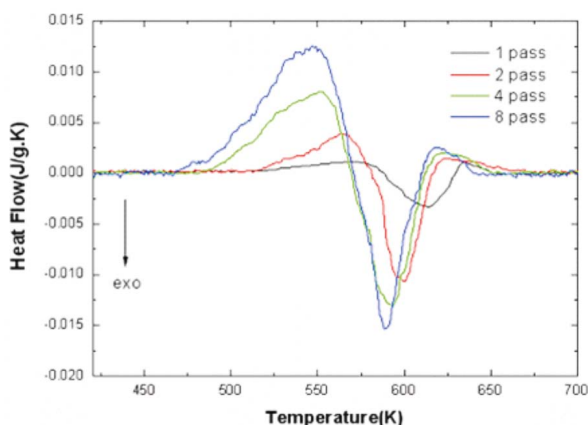


Abb. 1. Wärmefluss von EPAC-umgeformten 5083-Aluminiumlegierungen (1, 2, 4 und 8 Durchläufe)

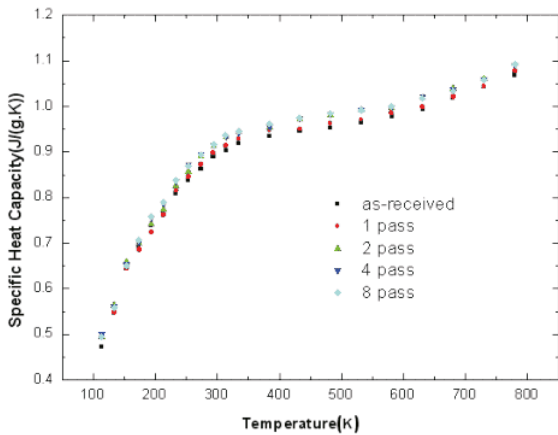


Abb. 2. Spezifische Wärmekapazität von 5083-Aluminiumlegierungen im Anlieferungszustand sowie nach 1-, 2-, 4- und 8-maligem Durchlaufen des ECAP-Prozesses

wurden mit den Werten für NIST SRM 720 verglichen; die Messunsicherheit lag im Bereich von ca. +/- 2 %.

Die Wärmeflusskurven von EPAC-umgeformtem Aluminium 5038 sind in Abbildung 1 gezeigt. Wärmeaufnahme und -abgabe verändern sich nach jedem Umformdurchgang. Im Besonderen ist mit zunehmender Anzahl der ECAP-Durchläufe ein Abfall der Onset-Temperaturen zu verzeichnen.

Die Änderung in der Wärmeaufnahme (endotherm) und -abgabe (exotherm) zeigt, dass sich die Kristallisations-

und Rekristallisationstemperaturen durch das ECAP-Verfahren ändern. Dieses Phänomen spiegelt sich auch in den Ergebnissen der spezifischen Wärmemessungen (Abbildung 2) wieder.

In Abbildung 3 sind die Ergebnisse der spezifischen Wärmemessungen von EPAC-umgeformtem Aluminium 1060 dargestellt. Auch in diesem Fall führt die Verfeinerung des Kristallkorns von Aluminium mittels ECAP – abhängig von der Anzahl der Wiederholungen – zu einer Änderung der Werte der spezifischen Wärme.

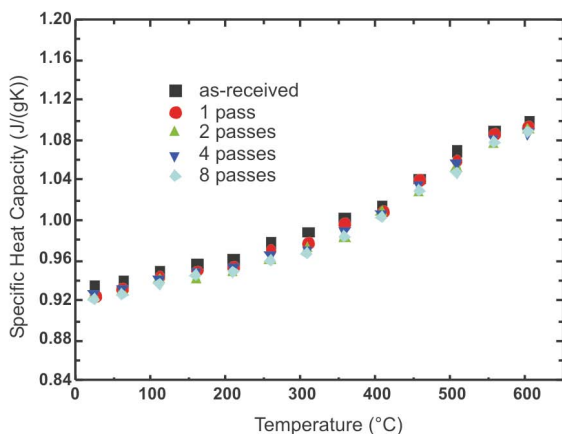


Abb. 3. Spezifische Wärmekapazität von 1060-Aluminiumlegierungen im Anlieferungszustand sowie nach 1, 2, 4 und 8 EPAC-Durchgängen

Allerdings wird hier c_p mit steigender Anzahl der ECAP-Durchgänge kleiner.

Strukturänderungen aufgrund von Kristallisation und Rekristallisation von Metallen, etc., können durch die Bestimmung der spezifischen Wärme mittels DSC aufgezeigt werden. Bei Interpretation der Form und Größe der Wärmeaufnahme und -abgabe besteht die Möglichkeit, Rückschlüsse auf den koexistierenden Anteil von Ausscheidungen bzw. deren thermische Stabilität zu ziehen.

*Ansprechpartner



Dr. Sanghyun Lee erhielt 1994 seinen Dokortitel im Bereich Werkstoffwissenschaften von der Universität Tokio. Er ist einer der leitenden Forscher am Korea Research Institute of Standards and Science und Mitglied der Arbeitsgruppe 9 für thermophysikalische Eigenschaften im Beratenden Ausschuss für Thermometrie. Er wirkte an zahlreichen Forschungsvorhaben zur Ermittlung der thermophysikalischen Eigenschaften von Nuklearmaterialien und High-Tech-Werkstoffen sowie im Bereich des industriellen Engineering mit.

E-mail: leesh@kriss.re.kr
Tel: 82-42-868-5199,
Fax: 82-42-868-5022