

**Universität
Rostock**



Traditio et Innovatio

**Forschungsberichte
des Lehrstuhls für
Werkstofftechnik der
Universität Rostock**



Dispersoidbildung und Dispersoid- stabilität in Aluminium-Mangan- Legierungen

Richard Kemsies

Band 8

**SHAKER
VERLAG**

Dispersoidbildung und Dispersoid- stabilität in Aluminium-Mangan- Legierungen

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

*vorgelegt von Richard Henrik Kemsies
geboren am 19.12.1989 in Ludwigslust*

Gutachter:

Univ.-Prof. Dr.-Ing habil. Olaf Keßler

Universität Rostock

Fakultät für Maschinenbau und Schiffstechnik

Lehrstuhl für Werkstofftechnik

Prof. Dr. rer. nat. habil. Christoph Schick

Universität Rostock

Mathematisch-Naturwissenschaftliche Fakultät

Institut für Physik | Arbeitsgruppe Polymerphysik

Abgabe: 25.03.2019, Verteidigung: 04.07.2019

Forschungsberichte des Lehrstuhls für Werkstofftechnik der
Universität Rostock

Band 8

Richard H. Kemsies

**Dispersoidbildung und Dispersoidstabilität
in Aluminium-Mangan-Legierungen**

Shaker Verlag
Düren 2019

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Zugl.: Rostock, Univ., Diss., 2019

Copyright Shaker Verlag 2019

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-6857-3

ISSN 2192-0729

Shaker Verlag GmbH • Am Langen Graben 15a • 52353 Düren

Telefon: 02421 / 99 0 11 - 0 • Telefax: 02421 / 99 0 11 - 9

Internet: www.shaker.de • E-Mail: info@shaker.de

*„It is the aim of science to establish general rules
which determine the reciprocal connection of
objects and events in time and space.
For these rules, or laws of nature,
absolutely general validity is required - not proven.“*

Albert Einstein

Vorwort und Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Werkstofftechnik (LWT) der Universität Rostock. Der überwiegende Teil der Arbeit wurde im Rahmen des Verbundprojekts „Langzeitstabile Aluminiumlegierungen für elektrische Verbindungen“ (ALLEE) angefertigt. Dem Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) danke ich für die finanzielle Förderung des Projekts.

Namentlich möchte ich zuallererst Univ.-Prof. Dr.-Ing. habil. Olaf Keßler, Lehrstuhlinhaber des LWT, für das entgegengebrachte Vertrauen und die Möglichkeit, so umfassend das Thema meiner Dissertation zu bearbeiten, danken. Die großartige fachliche und persönliche Betreuung war eine maßgebliche Bereicherung für mein Leben.

Ebenso möchte ich auch Prof. Dr. rer. nat. habil. Christoph Schick, Leiter der Arbeitsgruppe Polymerphysik am Institut für Physik der Universität Rostock, für den vielfältigen Beitrag bezüglich der Entwicklung der thermischen Analyse danken. Viele Aspekte dieser Arbeit sind nur durch sein Mitwirken möglich geworden.

Mein besonderer Dank gilt Dr.-Ing. Benjamin Milkereit, Laborleiter des Kompetenzzentrums °CALOR der Universität Rostock, für die persönliche Betreuung und die vielen fachlichen Diskussionen im Bereich der Kalorimetrie. Unsere eingehenden und vielfältigen Gespräche habe ich stets sehr genossen.

Herzlich danken möchte ich auch PD Dr. Marcus Frank und Dr. Armin Springer, Elektronenmikroskopisches Zentrum, Rostock, sowie Dr. Carsten Kreyenschulte, Leibniz Institut für Katalyse, Rostock, für die Hilfe und die Mitarbeit bei unzähligen Stunden an den Elektronenmikroskopen. Prof. Randi Holmestad und Dr. Sigurd Wenner, NTNU Trondheim, Norwegen, möchte ich an dieser Stelle für die umfassenden und eindrucksvollen TEM-Aufnahmen meiner Proben danken. Die gemeinsamen Diskussionen waren eine große Hilfe für meine Arbeit.

Mein Dank gilt auch Dr. André Lindemann, NETZSCH-Gerätebau GmbH, Selb, für die Unterstützung bei der Entwicklung der in-situ Laser Flash Analyse Methode. Die erzielten Ergebnisse haben wesentlich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen.

Allen Mitarbeitern des Verbundprojekts ALLEE möchte ich hiermit meinen Dank für die fachliche Unterstützung und die stets freundliche und angenehme Arbeitsatmosphäre aussprechen. Insbesondere gilt mein Dank Dr. Stephan Schlegel und Torsten Fuhrmann, Institut für elektrische Energieversorgung und Hochspannungstechnik, TU Dresden, sowie Dr. Johannes Aegerter und Dr. Martin Christoph Lentz, Hydro Aluminium Rolled Products GmbH, Bonn, für die Bereitstellung und Diskussion von wesentlichen Inhalten dieser Arbeit.

Hiermit möchte ich auch Carola Ladewig für die hervorragende Arbeit bei der Anfertigung der metallographischen Schlitze und den lichtmikroskopischen Untersuchungen meiner Proben danken. Mein Dank gilt auch Christoph Schweigel für die Härteprüfungen und Torsten Dankward sowie Heiko Schwendtner für Fertigung zahlreicher Versuchsproben.

Allen Kollegen des LWT danke ich für die stets freundschaftliche Atmosphäre am Lehrstuhl. Der enge Zusammenhalt war für mich fachlich, aber vor allem auch privat, eine große Unterstützung.

Zum Schluss gilt mein herzlichster Dank meinen Freunden und meiner Familie, insbesondere meinen Eltern, die mich auf meinem Lebensweg, durch das Studium und während meiner Dissertation durch Höhen und Tiefen begleitet haben. Ich danke meiner Freundin Amy für ihre liebevolle Unterstützung und die vielen aufbauenden Worte während meiner Promotionszeit.

Rostock, März 2019

Richard Kemsies

Kurzfassung

Für Stromschienen werden in der Regel Aluminium- oder Kupferwerkstoffe eingesetzt. Auf Grund des hohen und stark schwankenden Kupferpreises soll zukünftig vermehrt Aluminium als Leiterwerkstoff verwendet werden. Gleichzeitig führt die Entwicklung hin zu höheren Leistungsdichten und höheren Betriebstemperaturen von bis zu 140 °C. Stromschienen werden in der Regel als Schraubenverbindungen gefügt. Die zurzeit eingesetzte Aluminiumlegierung EN AW-Al MgSi weist jedoch einen zu niedrigen Kriechwiderstand und dadurch ein signifikantes Nachlassen der Verbindungskraft auf. Dies kann zu einem Anstieg des Verbindungswiderstands und zum Versagen der Verbindung führen. Im Rahmen dieser Arbeit soll die Legierung EN AW-Al Mn0,5Mg0,5 untersucht und durch eine gezielte Ausscheidung von temperaturstabilen Dispersoiden der Kriechwiderstand erhöht werden, ohne die elektrische Leitfähigkeit zu verringern. Es wird zunächst systematisch das Ausscheidungsverhalten von Dispersoiden in den Legierungen Al Mn0,5Mg0,5 und Al Mn0,5 während des Erwärmens aus dem Gusszustand untersucht. Neben der Differential Scanning Calorimetry, der Licht- und Elektronenmikroskopie und der elektrischen Leitfähigkeitsmessung mittels Wirbelstrommessung wird ein neues Verfahren zur in-situ Temperaturleitfähigkeitsmessung mittels Laser Flash Analyse verwendet. Die Ausscheidung von Dispersoiden wird umfassend charakterisiert. Die Dispersoidkeimbildung in Al Mn0,5Mg0,5 erfolgt überwiegend an Mg-Si(-Cu)-Vorstufenausscheidungen. Die erzielten Ergebnisse werden anschließend dazu genutzt, um eine angepasste Wärmebehandlung zur Dispersoidausscheidung zu entwickeln. Im Vergleich zum konventionellen Homogenisieren werden sowohl eine höhere Härte als auch eine höhere elektrische Leitfähigkeit erzielt. Beides wird mit einem hohen Volumenanteil feiner Dispersoide in Verbindung gebracht. Anhand von Warmzugversuchen an stranggepressten Profilen der Legierungen Al Mn0,5Mg0,5 und Al MgSi wird ein positiver Einfluss der Dispersoidausscheidungen auf die Warmfestigkeit beobachtet. In Langzeitversuchen (bis zu drei Jahre bei 140 °C) werden an stromdurchflossenen Schraubenverbindungen mit Stromschienen aus Al Mn0,5Mg0,5 und Al MgSi die Langzeitstabilität der Verbindung, sowie der Härte und Leitfähigkeit der Stromschienen untersucht. Die Legierung Al Mn0,5Mg0,5 zeichnet sich durch einen geringen Kraftabbau und nach angepasster Wärmebehandlung durch eine hohe und stabile Härte und elektrische Leitfähigkeit aus.

Abstract

Current carrying bus bars are generally made of aluminium or copper alloys. Due to the high and strongly fluctuating copper price, in future, aluminium will be increasingly used as conductor material in electrical systems. Furthermore, the recent trend will lead to higher power densities and increasing operating temperatures of up to 140 °C. Bus bars are usually joined as bolted joints. However, the currently used aluminium alloy EN AW-Al MgSi has a low creep resistance resulting in a significant reduction of the joint force. This can lead to an increasing joint resistance and might result into a failure of the joint. In this work the aluminium alloy EN AW-Al Mn0.5Mg0.5 is investigated. The objective is to increase the creep resistance by a selective precipitation of temperature stable dispersoids without reducing the electrical conductivity. The dispersoid precipitation during heating from the as-cast state is systematically investigated for the alloys Al Mn0.5Mg0.5 and Al Mn0.5. In addition to differential scanning calorimetry, light optical as well as electron microscopy and electrical conductivity measurement by means of eddy current measurement, a new method for in-situ monitoring of thermal diffusivity via laser flash analysis is used. The precipitation of Mn-containing dispersoids is characterised comprehensively. Dispersoid nucleation in Al Mn0.5Mg0.5 occurs predominantly at Mg-Si(-Cu) precursor precipitates. The obtained results are used to develop an adapted dispersoid precipitation heat treatment. Compared to a conventional homogenising, an increased hardness as well as higher electrical conductivity are achieved. Both are associated to a higher number density of fine dispersoid particles. Hot tensile tests of extruded profiles Al Mn0.5Mg0.5 and Al MgSi show a positive influence of the dispersoid precipitates on the high temperature strength. In long-term tests (up to three years at 140 °C), the remaining joint force as well as the hardness and conductivity are investigated on current-carrying bolted joints with bus bars made of Al Mn0.5Mg0.5 and Al MgSi. The alloy Al Mn0.5Mg0.5 is characterised by a low joint force reduction and, after the adapted heat treatment, by a high and stable hardness and electrical conductivity.

Inhaltsverzeichnis

Vorwort und Danksagung	i
Kurzfassung	iii
Abstract	v
1 Einleitung	1
2 Stand der Technik	5
2.1 Einsatz von Aluminiumlegierungen bei erhöhten Temperaturen.....	5
2.1.1 Anwendungsgebiete	5
2.1.2 Temperaturstabile Verfestigungsmechanismen	9
2.2 Al-Mn (3xxx) Legierungen	11
2.2.1 Legierungsaufbau und Eigenschaften	11
2.2.2 Gießen	13
2.2.3 Homogenisierung und Dispersoidausscheidung	15
2.3 Elektrische Leitfähigkeit von Al-Werkstoffen	21
2.3.1 Einsatz von Aluminium als Leiterwerkstoff	21
2.3.2 Einflüsse auf die elektrische Leitfähigkeit von Al-Werkstoffen	22
3 Werkstoffe und Methoden.....	27
3.1 Untersuchte Aluminiumlegierungen	27
3.2 Wärmebehandlung.....	30
3.3 Differential Scanning Calorimetry	33
3.4 Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit mittels Wirbelstromprüfung.....	37
3.5 Härteprüfung.....	37
3.6 Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit mittels Laser Flash Analyse	38
3.6.1 Versuchsbeschreibung	38
3.6.2 Signalerfassung und -auswertung	41
3.6.3 Herausforderungen bei kontinuierlichen Erwärmversuchen mittels Laser Flash Analyse.....	43
3.6.4 Umrechnung der Temperaturleitfähigkeit in elektrische Leitfähigkeit	48
3.6.5 Vergleich von Laser Flash Analyse und Differential Scanning Calorimetry	53

3.7 Untersuchungen der Mikrostruktur	55
3.7.1 Lichtmikroskopie	55
3.7.2 Rasterelektronenmikroskopie	55
3.7.3 Transmissionselektronenmikroskopie	56
4 Dispersoidausscheidung beim Erwärmen aus dem Gusszustand	59
4.1 Charakterisierung der Dispersoidbildung	59
4.1.1 Differential Scanning Calorimetry und elektrische Leitfähigkeit	59
4.1.2 Mikrostruktur	63
4.1.3 Korrelation zwischen Differential Scanning Calorimetry, Leitfähigkeit und Mikrostruktur	75
4.2 Kinetik der Dispersoidbildung	83
4.2.1 Untersuchung der Kinetik mittels Differential Scanning Calorimetry	83
4.2.2 Untersuchung der Kinetik mittels Laser Flash Analyse	86
4.2.3 Korrelation zwischen Differential Scanning Calorimetry und Leitfähigkeitsmessungen mittels Laser Flash Analyse	89
5 Angepasste Wärmebehandlung zur Dispersoidausscheidung	93
5.1 Härte und elektrische Leitfähigkeit	94
5.2 Mikrostruktur	97
5.3 Kenngrößen des Zugversuchs	104
5.4 Korrelation zwischen Härte, Leitfähigkeit und Mikrostruktur	106
6 Thermische Stabilität im Langzeitexperiment	111
6.1 Versuchsbeschreibung und Ergebnisse	111
6.2 Diskussion	116
7 Zusammenfassung	119
Selbstständigkeitserklärung	I
Literaturverzeichnis	II
Abkürzungen	XIII
Symbole	XV
Betreute und begutachtete studentische Arbeiten	XVII