

## Werkstoffwissenschaftliches Praktikum

15.5.2009

Versuch: Aushärtung von Al - Legierungen  
Versuchsdatum: 05.05.2009  
Gruppe: 6  
Betreuerin: Regina Hörth

### 1. Einleitung

Um die Härte eines metallischen Werkstoffes zu steigern, gibt es u.a. die Möglichkeit der Ausscheidungshärtung. Damit eine Härte- bzw. Festigkeitssteigerung erfolgt, muss die Löslichkeit der Komponenten im Gefüge mit abnehmender Temperatur auch sinken. Die dabei ausgeschiedenen Teilchen behindern im metallischen Gefüge die Bewegung der Versetzungen und es kommt zu einer Härte- und Festigkeitssteigerung.

### 2. Aufgabenstellung

Ob nach dem Lösungsglühen bei 500 °C und 30 Minuten, bei den zu untersuchenden Proben (Al-4 Gew% Cu-Legierung und Al-12 Gew% Si-Legierung), eine Härtesteigerung erfolgte, soll durch mehrere Härtemessungen und Messungen des elektrischen Widerstands gezeigt werden. Dazu werden die zeitliche Änderung der Härte und des elektrischen Widerstands der aushärtbaren Al-4 Gew% Cu-Legierung und der nicht aushärtbaren Al-12 Gew% Si-Legierung mit Hilfe einer Vickers Härteprüfmaschine und einer Thomson Messbrücke ermittelt. Die Proben werden bei 250 °C warmausgelagert und nach 0,5,10,15,20,30,45,60, 80,100 Minuten wieder aus dem Ofen getan, in Wasser abgeschreckt und danach die Härte- und Widerstandsprüfung durchgeführt.

### 3. Grundlage/Theorie

Die Behinderung der Versetzungsbewegung durch Ausscheidungen oder Mischkristalle bewirkt die Härtesteigerung. Es wird unterschieden zwischen der Mischkristallhärtung, bei der übersättigte Mischkristalle die Versetzungsbewegungen behindern, und der Ausscheidungshärtung, bei der Fremdatome das Spannungsfeld der Matrix verändern und die Spannungsfelder um die Versetzungen beeinflussen.

In diesem Versuch werden die Aushärtbarkeit zweier Al-Legierungen untersucht. Bei der nichtaushärtbaren Al-12 Gew%Si – Legierung erfolgt die Härtesteigerung durch Bildung von Mischkristallen von Aluminium mit Si-Kristallen. Diese Legierung ist in der eutektische Zusammensetzung und bildet im Gleichgewichtszustand grobe Si-Kristalle in einem Al-Gitter. Die in der Al-Matrix eingelagerten Si-Atome erzeugen Spannungen im Gitter, die die Versetzungsbewegung behindern können. Doch die Mischkristallhärtung bewirkt aber nur eine relativ geringe Härtesteigerung und ist somit technisch irrelevant. Beim Abschrecken nach dem Homogenisieren hingegen bildet sich kein entartetes Eutektikum, sondern ein feinlamellares Gefüge mit deutlich besseren mechanischen Kennwerten (höhere Festigkeit und Härte). Während dem Auslagern sinkt dieser Härtewert aber anschließend wieder, da die feinlamellaren Si Bereiche im Al-Gitter immer mehr vergrößern und die Versetzungen dadurch leichter durch das Gitter „wandern“ können.

Bei der zweiten Probe, eine aushärtbare Al- 4Gew% Cu – Legierung erfolgt die Härtesteigerung durch die Ausscheidungshärtung. Die Härtesteigerung bei einer Ausscheidungshärtung ist viel

größer als bei einer Mischkristallhärtung. Somit erfolgt während dem Versuch auch nur bei der aushärtbaren Al-4Gew% Cu-Legierung eine deutliche Härtesteigerung. Dabei liegen die ausgeschieden Teilchen in einer Zweitphase im Wirtsgitter vor und können bezogen zueinander kohärent, teilkohärent oder inkohärent sein. Damit Zweitphasen entstehen können, muss die Mischkristallbildung beschränkt sein, d.h. die geometrischen Parameter der unterschiedlichen Atomsorten müssen stark variieren. Gleichzeitig muss bei abnehmender Temperatur auch die Löslichkeit der gelösten Teilchen im Wirtsgitter sinken. Durch das Abschrecken der homogenisierten Al- 4Gew% Cu – Legierung von 500 °C auf Raumtemperatur wird der aktuelle Gefügestand (übersättigte, metastabile Mischkristalle im Wirtsgitter) „eingefroren“.

Bei der Auslagerung bei 250 °C und nach einer Inkubationszeit (Warmaushärtung), entstehen sogenannte GP II- Zonen. Dabei wechseln sich Cu- mit Al-Schichten ab, die parallel zur {100}-Ebene liegen. Die plattenförmigen Ausscheidungen haben eine tetragonale Struktur und sind kohärent zum Gitter. Daneben entstehen bei einer Warmauslagerung auch  $\Theta'$ -Phasen (Nichtgleichgewichtsphase). Die  $\Theta'$ -Phase ist teilkohärent zum Gitter und hat eine tetragonale Struktur. Die Verzerrung des Wirtsgitters ist nicht so stark, wie bei den GP-II-Zonen.

Nach einer sehr langen Auslagerungszeit entsteht langsam die Gleichgewichtsphase  $\Theta$ -Phase. Sie ist zum Mischkristall vollständig inkohärent und bewirkt eine Senkung der Härte im Vergleich zu den metastabilen Phasen, da das Spannungsfeld des Wirtsgitters durch die sehr groben Ausscheidungen kaum noch verändert wird.

Neben diesen Phasen können bei einer Kaltauslagerung (Auslagerungstemperatur unterhalb von 150 °C) auch sogenannte GP-I-Zonen entstehen. Dabei handelt es sich um monoatomare Schichten von Cu-Atomen in der {100}- Ebene des Al-Gitters. Die Keimbildung erfolgt regellos an Konzentrationsschwankungen im Kristall. Die Cu-Schicht ist homogen und kohärent zum Mischkristall und es treten an diesen kohärenten Grenzschichten elastische Verspannungen auf. Diese führen zu einer enormen Härtesteigerung. Da bei diesem Versuch die Auslagerungstemperatur bei 250 °C liegt, wird die Verfestigung durch GP-I- Zonen nicht betrachtet.

Somit sollte bei diesem Versuch nach dem Auslagern der Härtewert erst ansteigen und anschließend nach einiger Zeit wieder sinken.

Die Härte wird mit Hilfe der Vickers-Methode (Prüfvorlast 2kp, Prüfdauer 15s) bestimmt. Dabei werden die zwei Diagonalen des Eindrucks in der Probe durch eine Diamantenpyramide bei drei Messungen pro Probe gemessen.

Mit Hilfe der Formel kann der Härtewert berechnet werden:

$$HV = \frac{P}{O} = \frac{2P \sin 68^\circ}{d^2} = \frac{1,8544P}{d^2} \left[ \frac{kp}{mm^2} \right]$$

Bei P handelt es sich um den Aufpressdruck, O ist die Eindrucksoberfläche und d der Mittelwert der zwei Diagonalen.

Neben der Härte ändert sich auch der elektrische Widerstand, der mit der Thompson Messbrücke bestimmt wird. Der elektrische Widerstand hat einen temperaturunabhängigen Restwiderstand und einen temperaturabhängigen Widerstand.

Der Restwiderstand wird durch Anzahl der Ausscheidungen, Leerstellen und Versetzungen und der temperaturabhängige Widerstand durch die Wärmebewegung der Atome bestimmt.

Der relativ geringe elektrische Widerstand der Metalle kann durch die sehr exakte Thompson Messbrücke sehr genau bestimmt werden. Dazu muss die Messbrücke abgeglichen sein, d.h. die Zuleitungswiderstände sind ohne Einfluss und die Messung erfolgt stromlos.

Somit müssen bei beiden Legierungen die Widerstandswerte kontinuierlich sinken, da durch die Grobkornbildung die Störstellendichte sinkt und die Proben natürlich auch abkühlen.

#### 4.verwendete Formel

Härtewertberechnung nach Vickers:

$$HV = \frac{P}{O} = \frac{2P \sin 68^\circ}{d^2} = \frac{1,8544P}{d^2} \left[ \frac{kp}{mm^2} \right]$$

P ist der Aufpressdruck, O die Eindrucksfläche und d der Mittelwert der zwei Diagonalen.

Fehlerfortpflanzung

$$\Delta HV = \left| \frac{\partial HV}{\partial d} \right| \cdot \Delta d = \frac{2 \cdot 1,8544 \cdot 2}{d^3} \cdot 0,0002mm$$

#### 5.Ergebnisse und Auswertung

Tabelle 1: Härtemessdaten und Messfehler der Probe „ohne Loch“ (Al-4 Gew%Cu)

Auslagerungsdauer [min]	d <sub>1</sub> [mm]	d <sub>2</sub> [mm]	d <sub>m</sub> [mm]	D <sub>M</sub> [mm]	HV [kp/mm <sup>2</sup> ]	Abweichung	Maximalwert	Minimalwert
0	0,1890	0,1970	0,1930					
	0,1880	0,1830	0,1855	0,1875	105,49	0,42	105,92	105,07
	0,1800	0,1880	0,1840					
5	0,1650	0,1700	0,1675					
	0,1760	0,1690	0,1725	0,1720	125,37	0,5	125,87	124,86
	0,1760	0,1760	0,1760					
10	0,1670	0,1670	0,1670					
	0,1730	0,1700	0,1715	0,1675	132,19	0,53	132,72	131,66
	0,1670	0,1610	0,1640					
15	0,1650	0,1700	0,1675					
	0,1680	0,1680	0,1680	0,1665	133,78	0,54	134,32	133,25
	0,1650	0,1630	0,1640					
20	0,1670	0,1660	0,1665					
	0,1680	0,1680	0,1680	0,1667	133,52	0,53	134,05	132,98
	0,1640	0,1670	0,1655					
30	0,1720	0,1670	0,1695					
	0,1670	0,1710	0,1690	0,1683	130,89	0,52	131,41	130,36
	0,1680	0,1650	0,1665					
45	0,1680	0,1730	0,1705					
	0,1690	0,1640	0,1665	0,1687	130,37	0,52	130,89	129,85
	0,1680	0,1700	0,1690					
60	0,1730	0,1710	0,1720					
	0,1700	0,1730	0,1715	0,1720	125,37	0,5	125,87	124,86
	0,1720	0,1730	0,1725					
80	0,1740	0,1760	0,1750					
	0,1710	0,1710	0,1710	0,1737	122,97	0,49	123,46	122,48
	0,1770	0,1730	0,1750					
100	0,1730	0,1790	0,1760					
	0,1760	0,1740	0,1750	0,1760	119,73	0,48	120,21	119,25
	0,1750	0,1790	0,1770					

Tabelle 2: Härtemessdaten und Messfehler der Probe „mit Loch“ (Al- 12 Gew% Si)

Auslagerungsdauer [min]	d <sub>1</sub> [mm]	d <sub>2</sub> [mm]	d <sub>m</sub> [mm]	d <sub>M</sub> [mm]	HV [kp/mm <sup>2</sup> ]	Abweichung	Maximalwert	Minimalwert
0	0,2720	0,2820	0,2770					
	0,2790	0,2760	0,2775	0,2752	48,98	0,71	49,69	48,27
	0,2700	0,2720	0,2710					
5	0,2700	0,2750	0,2725					
	0,2820	0,2880	0,2850	0,2782	47,93	0,69	48,62	47,24
	0,2750	0,2790	0,2770					
10	0,2840	0,2870	0,2855					
	0,2870	0,2920	0,2895	0,2868	45,08	0,63	45,71	44,45
	0,2850	0,2860	0,2855					
15	0,2820	0,2820	0,2820					
	0,2780	0,2840	0,2810	0,2818	46,69	0,66	47,36	46,03
	0,2820	0,2830	0,2825					
20	0,2850	0,2910	0,2880					
	0,2850	0,2910	0,2880	0,2893	44,3	0,61	44,92	43,69
	0,2890	0,2950	0,2920					
30	0,2920	0,2920	0,2920					
	0,2970	0,2980	0,2975	0,2943	42,81	0,58	43,39	42,23
	0,2920	0,2950	0,2935					
45	0,2940	0,3000	0,2970					
	0,2870	0,2960	0,2915	0,2938	42,96	0,58	43,54	42,37
	0,2920	0,2940	0,2930					
60	0,2850	0,2910	0,2880					
	0,2820	0,2870	0,2845	0,2868	45,08	0,63	45,71	44,45
	0,2870	0,2890	0,2880					
80	0,2890	0,2850	0,2870					
	0,2950	0,2920	0,2935	0,2902	44,05	0,61	44,66	43,44
	0,2870	0,2930	0,2900					
100	0,2900	0,2920	0,2910					
	0,2860	0,2880	0,2870	0,2865	45,18	0,63	45,81	44,55
	0,2830	0,2800	0,2815					

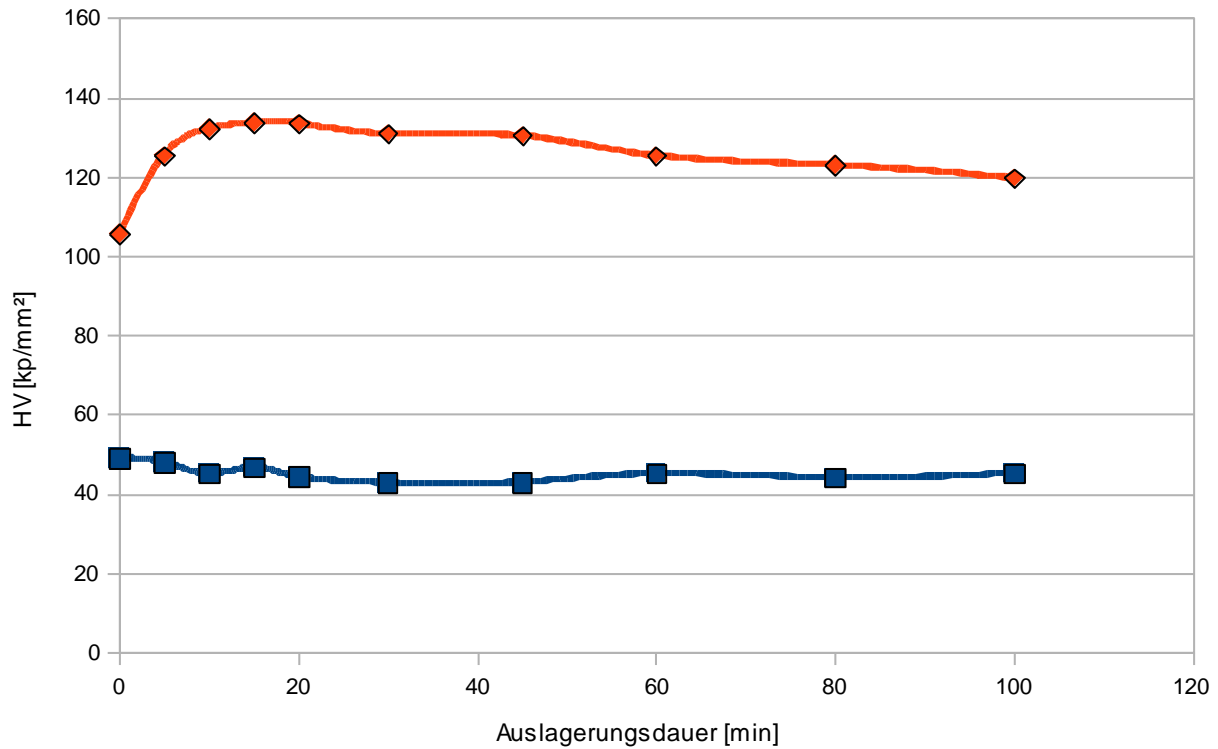


Abbildung 1: Härteverlauf der beiden Probe (Al-4 Gew% Cu (Raute), Al- 12 Gew% Si (Quadrat))

Die Härte der Al- 12 Gew% Si-Legierung bleibt im Laufe der Zeit relativ unverändert und wird zum Ende hin auf Grund der Grobkornbildung geringer. Im Vergleich zum Härteverlauf der Al- 4 Gew% Cu – Legierung liegt die Härte der nichtaushärtbaren Legierung deutlich niedriger. Bei der Al- 4 Gew% Cu – Legierung ist anfangs ein steiler Härteanstieg zu erkennen. Dies beruht auf der Bildung der GP-II Zonen. Anschließend sinkt der Härtewert aufgrund der Bildung der Gleichgewichtsphase bzw. durch die Vergrößerung des Gefüges.

## Widerstandsmessung

Tabelle 3: Widerstandsmesswerte der Probe „ohne Loch“

Auslagerungsdauer [min]	Widerstand [ $m\Omega$ ]
0	0,286
5	0,267
10	0,261
15	0,260
20	0,258
30	0,251
45	0,247
60	0,246
80	0,244
100	0,242

Tabelle 4: Widerstandsmesswerte der Probe „mit Loch“

Auslagerungsdauer [min]	Widerstand [ $m\Omega$ ]
0	0,241
5	0,246
10	0,241
15	0,243
20	0,239
30	0,239
45	0,243
60	0,243
80	0,238
100	0,236

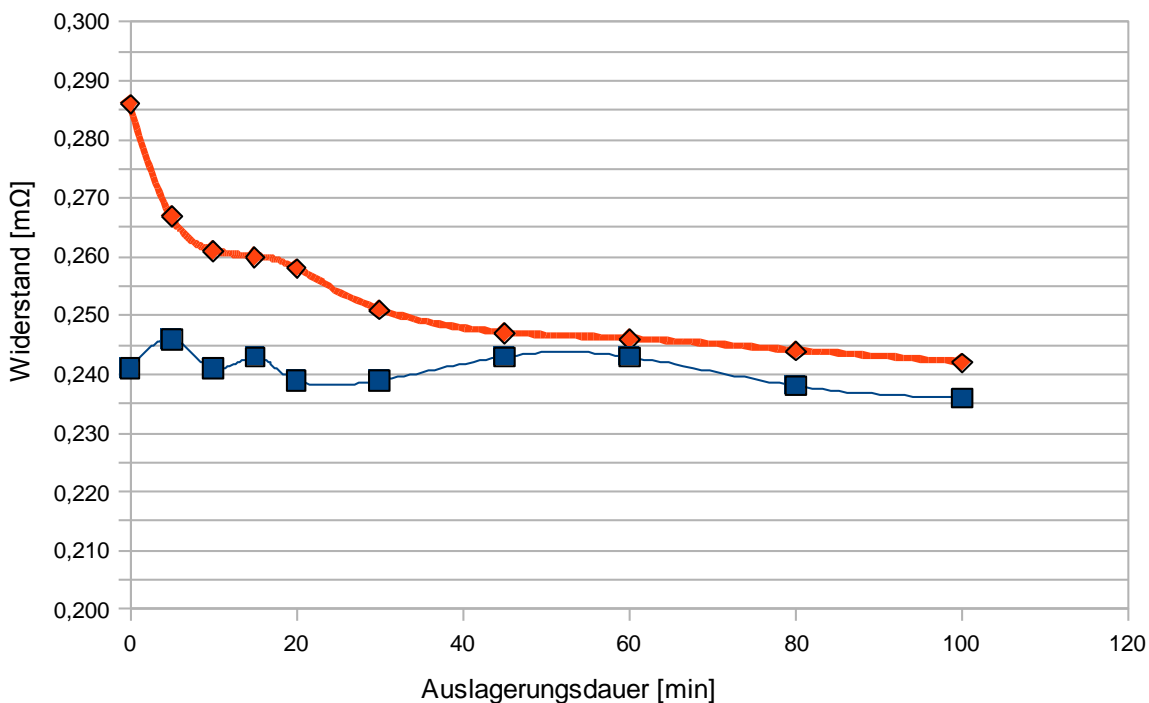


Abbildung 2: Widerstandsverlauf der beiden Proben (Al-4 Gew% Cu (Raute), Al- 12 Gew% Si (Quadrat))

Der Widerstand der Al- 4 Gew% Cu – Legierung ist am Anfang auf Grund der hohen Störstellendichte sehr hoch, sinkt aber anschließend deutlich. Der Widerstand ist zu Beginn deutlich größer als bei der Al-12 Gew% Si – Legierung, die Härteverläufe „näher“ sich aber später an. Der Widerstandsverlauf der Al- 12 Gew% Si Legierung hingegen ist nicht ideal. Die Werte schwanken stark, Im Idealfall sollten die Härteverläufe im Verlauf des Versuchs aber sinken.

## 6. Fehlerrechnung

Für die Berechnung des Fehlers wurde ein Ablesefehler von 0,0002 mm angenommen. Mit Hilfe der Formel für die Fehlerfortpflanzung

$$\Delta HV = \left| \frac{\partial HV}{\partial d} \right| \cdot \Delta d = \frac{2 \cdot 1,8544 \cdot 2}{d^3} \cdot 0,0002 \text{ mm}$$

werden die Härteabweichungen berechnet.

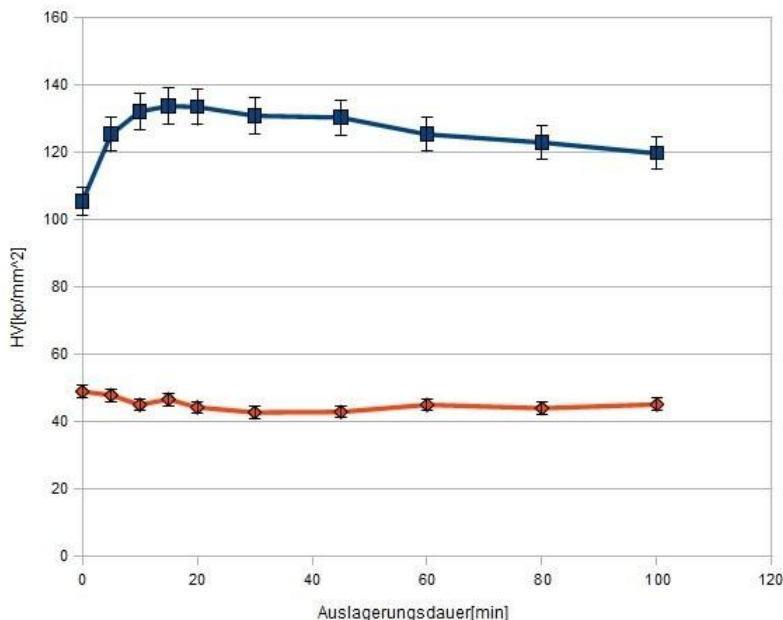


Abbildung 4: Härteverlauf mit Fehlerbalken der beiden Proben

Anhand der Abbildung 4 kann man erkennen, dass die Fehlerbalken der Al – 4 Gew% Cu – Legierung deutlich länger sind als bei der Al – 12 Gew% - Legierung. D.h. bei der Härtemessung der härteren Probe gab es größere Abweichungen als bei der weicheren Probe.

Da die Messeindrücke bei härteren Proben kleiner sind, haben die absoluten Messfehler einen größeren prozentualen Einfluss auf die Ergebnisse, als bei einer weichen Probe.

Beim Messen der Härte können diverse Fehler auftreten. Zum einen können vorherige Messungen auf einer Probe aktuelle beeinflussen, da bei der Härtemessung nach Vickers der Abstand zwischen zweier Eindrücken mindestens die dreifache Länge der Diagonalen betragen muss. Zum anderen muss beim Messen die Eindrucksdauer vom Studenten gemessen werden, das wiederum sehr subjektiv ist und schwanken kann. Außerdem können beim Messen der Diagonalen am PC Fehler auftreten, da die Eindrücke nicht immer geometrisch korrekt sind und oftmals Ausfransungen oder Fehler beinhalten.

Bei der Messung der Widerstände können kaum Fehler auftreten, da die Messung komplett automatisiert ist. Die Thomson Messbrücke ist ein abgeschlossenes System, daher konnte man bei der Widerstandsmessung keine Fehlerrechnung durchführen. Nur das richtige Einlegen in die Messapparatur ist manchmal problematisch gewesen.

## 7. Diskussion der Ergebnisse

Bei der Probe „ohne Loch“ steigen die Härtewerte anfangs stark an und sinken im Laufe der Zeit kontinuierlich. Der starke Härteanstieg kommt durch die Ausscheidung von GP-II-Zonen bei der Warmauslagerung zustande. Dabei wechseln sich Cu- mit Al-Schichten ab, die parallel zur {100}-Ebene liegen. Die plattenförmigen Ausscheidungen haben eine tetragonale Struktur und sind kohärent zum Gitter. Somit „erzeugen“ die GP- II- Zonen große Spannungsfelder im Wirtsgitter, die Versetzungen sind in ihrer Bewegung behindert und dadurch steigt dann die Härte an. Das Härtemaximum erfolgt nach einer zwanzig minütigen Inkubationszeit der Bildung von GP –II- Zonen.

Das Sinken der Härte im Laufe der Zeit kann man mit der Bildung der  $\Theta'$ -Phasen (Nichtgleichgewichtsphase) und am Ende mit der Bildung der Gleichgewichtsphase  $\Theta$ -Phase erklären, da diese im Vergleich zur GP-II nur geringe Verzerrungen im Wirtsgitter auslösen. Bei der  $\Theta'$ -Phase hat ein tetragonales Gitter und ist teilkohärent zum Wirtsgitter. Die Gleichgewichtsphase  $\Theta$ -Phase ist zum Mischkristall vollständig inkohärent und bewirkt eine Senkung der Härte im Vergleich zu den metastabilen Phasen, da das Spannungsfeld des Wirtsgitters durch die sehr groben Ausscheidungen kaum noch verändert wird. Die Versetzungen werden nun nicht mehr am Gleiten durch das Gitter behindert. Dieses Phänomen nennt man Überalterung. An diesem spezifischen Härteverlauf kann man erkennen, dass es sich um die Al- 4 Gew% Cu – Legierung handeln muss, da nur bei ihr eine signifikante Härtesteigerung durch eine Ausscheidungshärtung möglich ist. Aufgrund der Überalterung sollte man auch verbindliche mechanische Kennwerte von aushärtbaren Legierung erst nach einigen Tagen ermitteln.

Die andere Probe „mit Loch“ ist somit die Al-Si-Legierung. Am Anfang des Versuchs liegt das Silizium im Aluminiumgitter feinlamellar vor. Die Silizium-Teilchen hatten durch das Abschrecken keine Zeit aus dem Al-Kristall hinaus zu diffundieren und verzerren somit das Wirtsgitter. Diese Verzerrung bewirkt ein Härteanstieg im Vergleich zu einer Probe, die im Gleichgewichtszustand (grobe Silizium-Teilchen im Aluminium-Gitter) vorliegt. Im Laufe der Zeit vergrößert das verzerrte Gefüge aber immer mehr und nähert sich dem Gleichgewichtszustand an. Deswegen sollte die Härte auch theoretisch kontinuierlich sinken.

Die späten Härtesteigerungen in diesem Versuch resultieren aber u.a. aus Konzentrationsschwankungen im Gefüge.

Der elektrische Widerstand der Al- 4 Gew% Cu – Legierung sinkt im Laufe der Messung deutlich. Der höhere Widerstandswert der Probe „ohne Loch“ im Vergleich zur anderen Probe lässt auf die Al- 4 Gew% Cu – Legierung schließen. Der hohe Widerstand resultiert aus der hohen Störstellenanzahl und der interstitieller Zweitphasen in der Al- 4 Gew% Cu – Legierung. Wobei im Verlauf der Auslagerung die Anzahl der Ausscheidungen abnimmt und somit die Härte sinkt. Der im Versuch erstellte Widerstandsverlauf der aushärtbaren Legierung entspricht einigermaßen dem Idealfall.

Bei der anderen Probe aber war der Widerstandsverlauf nicht optimal. Dabei erfolgte nach dem Abschrecken und der Warmauslagerung eine Grobkornbildung. Dadurch sinkt die Anzahl der Störstellen und somit auch der elektrische Widerstand. Die Widerstandsmessung ergab keine Rückschlüsse auf die Al-Si Legierung, da die Werte relativ stark schwanken. Dies beruht auch darauf, dass bei der Messung des elektrischen Widerstands nur ein Wert ermittelt wurde. Zudem war das Applizieren der Probe im Messapparats oftmals schwierig und wohl deswegen eine Fehlerquelle. Theoretisch sollten die Werte im Laufe der Zeit sinken.

## 8. Literatur

[1] Prof. Dr. H. Strunk et al.: Skript zum Grundpraktikum; Universität Stuttgart, 2009