

Schlussbericht vom 30.06.23

zu IGF-Vorhaben Nr. 21040 BR

Thema

Herstellungsverfahren für pulvermetallurgische Aluminiumschäume mit optimierter Mikrostruktur durch Mechanisches Legieren

Berichtszeitraum

01.06.2020 bis 31.12.2022

Forschungsvereinigung

Stifterverband Metalle e.V

Forschungseinrichtung(en)

FE1: Fraunhofer-Gesellschaft e.V., Fraunhofer Institut für Werkzeugmaschinen und Umformtechnik, FE2: Technische Universität Chemnitz, Institut für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnik, Professur Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde

Gefördert durch:

Inhaltsverzeichnis

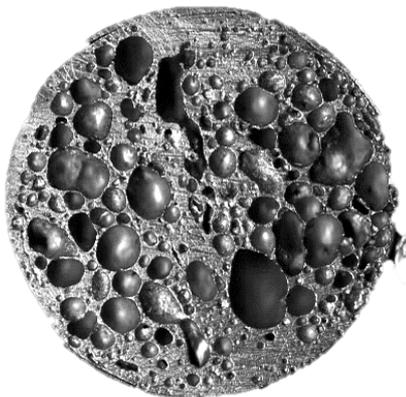
1	Einleitung	4
2	Stand der Technik	7
2.1	Beeinflussung der Porenstruktur von Aluminiumschäumen	7
2.2	HEM in Verbindung mit metallischen Schäumen.....	8
2.3	Mechanisches Legieren durch HEM	9
2.4	Partikelverstärkung	10
3	Arbeitshypothese und Lösungsweg	13
4	Durchgeführte Arbeiten und Ergebnisse	15
4.1	Preformpulverherstellung durch Hochenergiekugelmahlen (AP1)	15
4.2	Konsolidierung der Preformpulver durch Strangpressen (AP2)	24
4.3	Schaumherstellung (AP3)	27
4.4	Mikrostrukturelle Charakterisierung (AP4).....	36
4.5	Herstellung von Halbzeugen für die mechanische Prüfung und Analyse ausgewählter Eigenschaften (AP5).....	40
4.6	FEM-Sandwichauslegung (AP6)	42
4.7	Übertragung auf größere Halbzeuge in Sandwichbauweise, Demonstration der Vorhersagbarkeit und der verbesserten Festigkeit (AP7)	48
5	Angaben zu den Zuwendungen	52
6	Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit	52
7	Wissenschaftlich-technischer und wirtschaftlicher Nutzen	52
8	Plan zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft	55
9	Literatur	58

Zusammenfassung

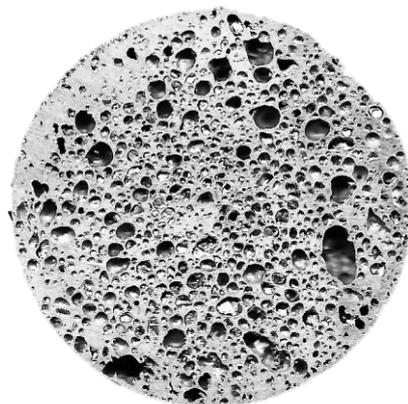
Der Werkzeugkasten zur Herstellung pulvermetallurgischer Aluminiumschäume wird um eine Verfahrenstechnik bereichert, die es ermöglicht, besonders homogen und feinporig strukturierte Al-Schäume zu erzeugen. Darüber hinaus wurde beobachtet, dass diese Schäume während der Herstellung unempfindlicher gegen "Überschäumen" sind. Während normalerweise bei einer nicht rechtzeitigen Erstarrung des Schaumes aus dem schmelzflüssigen Zustand Drainageeffekte dominieren, die zur Zerstörung der Schaumstruktur führen, bleibt die feine HEM-Schaumstruktur länger intakt. Dadurch wird ein breiteres Prozessfenster und somit potenziell die Herstellung größerer und vor allem geometrisch komplexerer Teile (z. B. Sandwiches mit variierender Dicke oder/und Aufbau) ermöglicht. Aufgrund der homogenen Schaumbildung sind die auftretenden Drücke geringer als üblich, was die Werkzeugauslegung erleichtert und bei der Synthese von SAS (Sandwich mit Stahldeckblechen) geringere Blechdicken erlaubt.

Unter der Voraussetzung, dass es gelingt eine preiswerte Herstellung des "HEM-Schaum"-Verbundpulvers, etwa durch die Verwendung großer Trommelmühlen, zu etablieren, sind alle bisher denkbaren Anwendungsszenarien und darüber hinaus solche mit hohen Anforderungen an Zuverlässigkeit und Vorhersagbarkeit denkbar.

Höherwertige Anwendungen sollten aufgrund der besseren Vorhersagbarkeit und der stetigeren und damit besseren Produkteigenschaften erschlossen werden können. Neben dem klassischen Werkzeugmaschinenbau sind Branchen mit stetig wachsender Forderung nach Leichtbaulösungen, wie die Automobilindustrie und der Schiff- und Schienenfahrzeugbau im Fokus. Die höhere Zuverlässigkeit lässt auch Anwendungen in Luft- und Raumfahrt (z. B. Wandelemente) sowie in der Architektur (z. B. Treppen, Balkone) realistisch erscheinen. Im Zusammenhang mit Elektromobilität ist durch die zu erwartenden Gewichtseinsparungen (Karosserieteile, Batteriegehäuse etc.) mit Reichweitenerhöhungen zu rechnen.



Standardschaum



HEM-Schaum

1 Einleitung

Geschlossenzellige Aluminiumschäume haben gegenüber Massivmaterialien eine Reihe attraktiver Eigenschaften, die in der Existenz ihrer **Porenstruktur** begründet liegt. Insbesondere hervorzuheben sind: geringes Gewicht, hohe Energieabsorptionseffizienz, außergewöhnliche akustische Eigenschaften, gute elektromagnetische Abschirmfähigkeit und geringe Wärmeleitfähigkeit. Die Beschaffenheit der **Porenstruktur** beeinflusst maßgeblich die Ausprägung dieser Eigenschaften und macht die Aluminiumschäume attraktiv für zahlreiche Anwendungsbereiche.

Die Herstellung von Aluminiumschäumen und Aluminiumschaumverbunden mit praxisrelevanten Abmessungen und im industriellen Maßstab ist heute nach zwei grundlegenden Verfahrensrouten realisierbar, dem sogenannten pulvermetallurgischen (PM) und dem schmelzmetallurgischen (SM) Prozess. Die pulvermetallurgische Route ermöglicht eine endkonturnahe Formgebung, eine einfache Skalierbarkeit sowie die metallurgische Anbindung des Schaums an Deckbleche und umgebende Strukturen. PM-Schäume eignen sich für strukturelle Anwendungen in Form von 3D-Schaumteilen, Metallschaum-Sandwiches sowie ausgeschäumten Hohlstrukturen. In Werkzeugmaschinen-Baugruppen kommen pulvermetallurgisch hergestellte Sandwiches (steel aluminum foam sandwiches – SAS) bereits serienmäßig zum Einsatz [1].

Die Etablierung metallischer Schäume in Bereichen mit hohen Sicherheitsanforderungen war bisher nicht möglich, denn die Schaumstrukturen aller handelsüblichen Schäume weisen verfahrensbedingt eine ungleichmäßige **Porenstruktur** auf. Die Poren innerhalb eines Schaumteils können dabei in unmittelbarer Nachbarschaft Durchmesser von unter einem Millimeter bis zu über einem Zentimeter aufweisen (**Abb. 1**). Diese Schwankungen können bisher nur bedingt beeinflusst und vorhergesagt werden. Damit sind diese Schäume nicht exakt berechenbar. Dies stellt ein Hemmnis für Unternehmen dar, den Werkstoff intensiver in Konstruktionen einzubringen, gleichwohl die Nutzung für zahlreiche interessante Anwendungen möglich ist. Die Verwendung von alternativen zellularen Strukturen wie Wabenkernen, Wellenkanälen oder Hohlkugelstrukturen hat jenseits ebener Platten häufig Grenzen in der geometrischen Gestaltungsfreiheit von Bauteilen. Eine komplexe Formgebung, isotrope Eigenschaften sowie rein metallische Bindungen sind in der Regel nicht möglich.

Aktuell gibt es keine Möglichkeit geschlossenzellige Aluminiumschäume mit einer homogenen **Porenstruktur** zu erwerben. Gleichzeitig wären diese prädestiniert für den Einsatz

in einer ganzen Reihe von Produkten unterschiedlichster Branchen (Medizin-technik, Architektur, Möbelindustrie, Automobilbau, Luft-/Raumfahrt, Sportgeräte etc.).

Der aktuelle pulvermetallurgische Herstellungsprozess ist gut etabliert und industriell erprobt. Gleichwohl scheint es nicht möglich, den beschriebenen Nachteil der inhomogenen Porenstruktur mit der aktuellen Verfahrensweise zu beseitigen. Dies erfordert eine wissenschaftlich-technische Betrachtung zur Adaption der Prozessroute, um die PM-Schäume in ihren grundlegenden Eigenschaften zu verbessern und damit zahlreiche neue Anwendungen zu ermöglichen. Hier wollen die beiden Forschungseinrichtungen, die seit vielen Jahren in der pulvermetallurgischen Entwicklung von Werkstoffen und Herstellung metallischer Schäume aktiv sind, ansetzen.

Für die Auslegung und Berechnung von Aluminiumschaumbaugruppen werden die mittels Werkstoffprüfung ermittelten Kennwerte zugrunde gelegt. Da die Porenstruktur sehr unregelmäßig ist, schwanken die Kennwerte nicht unerheblich. Diese Schwankungen müssen bei der Auslegung berücksichtigt werden – die Kennwerte fließen nur mit der ermittelten Untergrenze ein. Um metallische Schäume – z. B. als Kernmaterialien in Sandwiches – effektiver einsetzen zu können, wird daher eine deutlich homogenere Makrostruktur benötigt und angestrebt (vgl. linkes und rechtes Foto in **Abb. 5**). Das mittelbare Ziel ist eine deutlich höhere Mindestbelastbarkeit der Schaumkernmaterialien. Aktuell beteiligt sich das IWU an einer Initiative zur Überarbeitung der Norm DIN 50134 „Druckversuch an metallischen zellularen Werkstoffen“, um die Generierung verlässlicher Kennwerte für die konstruktive Auslegung allgemein zuverlässiger zu gestalten. Das übergeordnete Ziel besteht darin, Konstrukteuren verlässliche Kennwerte an die Hand zu geben, um Metallschaum als Strukturwerkstoff berechnen und einsetzen zu können. Hiervon versprechen sich alle beteiligten Partner einen deutlichen Gewinn für die Akzeptanz von metallischen Schäumen als Konstruktionswerkstoff für Strukturbauteile. Das Vorhaben soll einen wichtigen Beitrag zur Sicherung der Wettbewerbsfähigkeit deutscher Unternehmen auf diesem Gebiet leisten, da sich insbesondere in Deutschland mehrere Unternehmen auf die PM-Route spezialisiert haben, während schmelzmetallurgische Schäume überwiegend im asiatischen Raum hergestellt werden:

- Die Herstellung geschäumter Sandwiches mit metallischer Bindung zwischen Schaumkern und Decklagen (pulvermetallurgische Verfahren) in praxisrelevanten

Abmessungen konzentriert sich auf die deutschen Unternehmen Pohltec metalfoam GmbH und Havel metal foam GmbH sowie das Fraunhofer IWU.

- Reine Aluminiumschaumplatten, deren Fertigung meist auf dem schmelzmetallurgischen Weg erfolgt, werden von den ausländischen Unternehmen China Beihai Building Material Co. Ltd. (China), Foamtech Global Co. Ltd. (Südkorea) und Cymat Technologies Ltd. (Kanada) gefertigt. Diese Platten lassen sich durch Kleben mit Decklagen verstärken. Allerdings weisen sie damit, wie zahlreiche am Markt verfügbare Sandwichverbunde, eine Klebeverbindung mit all ihren Nachteilen auf. Bekannte Hersteller von geklebten Sandwich-Verbunden ohne Metallschaumkern sind z. B. die Metawell GmbH und die Euro-Composites GmbH.

Beim pulvermetallurgischen Verfahren bestehen die Ausgangskomponenten aus Pulvern der metallischen Komponente, also z. B. einer Aluminiumlegierung, und dem Treibmittelpulver, oft TiH_2 . Diese werden miteinander vermischt und anschließend mittels Strangpressen möglichst vollständig konsolidiert (**Abb. 1**). Aus dem Preformmaterial¹ werden 3D-Schaumteile, Sandwiches und ausgeschäumte Hohlstrukturen gefertigt, die als Halbzeug für Leichtbaukonstruktionen dienen. Typische Beispiele sind bewegte Baugruppen von Werkzeugmaschinen wie Z-Schieber und Crashabsorber in Pkw. Das im Zwischenstadium vorliegende Pulvergemisch ist stabil, solange die Partikelgrößen und Dichten der beiden Komponenten nicht zu weit auseinanderliegen. Die Homogenität der Durchmischung steigt dabei mit abnehmender Partikelgröße. Aufgrund der hohen Reaktivität ist die Feinheit der Aluminiumpartikel jedoch nicht beliebig absenkbar, da ansonsten die Lagerung und Verarbeitung der Pulver technisch aufwändig unter Schutzgasatmosphäre erfolgen muss. Voraussetzung für die Schäumbarkeit des Preformmaterials ist die vollständige Einbettung der TiH_2 -Partikel, d. h. es ist eine nahezu 100 %ige Verdichtung erforderlich.

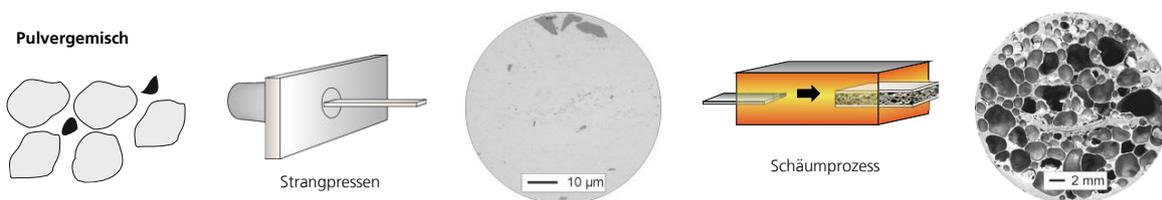


Abb. 1: Ablauf des klassischen PM-Schäumverfahrens.

¹ ...Material mit eingebetteten Treibmittelteilchen

2 Stand der Technik

2.1 Beeinflussung der Porenstruktur von Aluminiumschäumen

Die Homogenisierung der Schaumstruktur aluminiumbasierter Schäume war innerhalb des letzten Jahrzehnts häufig der Gegenstand von Forschungsarbeiten auf dem Gebiet von Aluminiumschäumen. Eine oft genannte Zielstellung war und ist dabei die Verringerung der Streuung der mechanischen Eigenschaften sowie deren Vorhersagbarkeit [2–4]. Andere Ziele sind zum Beispiel die Erhöhung der Schaumfestigkeit oder die Verbreiterung des Schäummaximums, um einen unkomplizierten und fehlertoleranten Schäumprozess zu erreichen. Typische Stellschrauben sind: die Art und der Zustand des Treibmittels [4–9], die Zusammensetzung der Matrixlegierung [4,10], die Zugabe von Additiven wie Partikeln [2,11–15] sowie die Prozessführung [4,6,16]. Ein großer Teil der Arbeiten bezieht sich dabei auf schmelzmetallurgische Herstellungsrouten, die für die Herstellung strukturelle Bauteile weniger relevant sind, weil eine endkonturnahe Formgebung kaum gegeben ist (siehe auch 3.1). Forschungsarbeiten auf dem Gebiet der PM-Schäume mit der Zielstellung der Erlangung einer feinporigen, homogenen Struktur beschäftigen sich mit:

- dem Einfluss der TiH_2 -Partikelgröße auf die entstehende Porenstruktur,
- der Verwendung eines modifizierten Rührreibschweißverfahrens [17] und
- der Beschichtung der Treibmittelkomponente mit niedrig schmelzenden Leg. [18].

Aus wissenschaftlicher Sicht sind die Ansätze interessant. Die Verwendbarkeit im Industriemaßstab wird allerdings nicht nachgewiesen und ist oft auch nicht wirtschaftlich vorstellbar. Die gefundenen Methoden und Erkenntnisse stehen nicht in Konkurrenz zum avisierten Vorhaben, sondern stellen ggf. die Grundlage für sehr nützliche Ergänzungen dar. So könnte es aufgrund der neuen Randbedingungen (Treibmittelteilchengröße, Matrixanbindung) zu einem veränderten Gasfreisetzungsverhalten der Treibmittel kommen. Zur Verfügung stehende Stellschrauben einer Fehlanpassung zu begegnen sind beispielsweise:

- die thermische Vorbehandlung des Treibmittels und die damit verbundene Veränderung des Zersetzungsverhaltens [19],
- eine Anpassung der Legierung hinsichtlich der Schmelztemperatur [10] sowie
- diverse Abhängigkeiten von der Prozessführung [4].

Die agglomeratfreie Verteilung von kleinen Treibmittelteilchen ($< 10 \mu\text{m}$) wurde bisher

kaum untersucht, weil die normalen pulvermetallurgischen Möglichkeiten hier, wie oben beschrieben, an Grenzen stoßen. Die alleinige Untersuchung des Einflusses der Teilchengröße, ohne eine homogene, agglomeratfreie Verteilung zu gewährleisten [3], führt erwartungsgemäß zu Ungenauigkeiten.

2.2 HEM in Verbindung mit metallischen Schäumen

HEM war in Verbindung mit metallischen Schäumen bisher nur vereinzelt Gegenstand von Forschungsarbeiten. Unter den veröffentlichten Arbeiten verfolgt vor allem die Arbeit von Aksenov et al. [20] einen ähnlichen Ansatz wie die der Antragsteller. Ein Ziel der Arbeit war es, die Möglichkeit der Herstellung von Schaumaluminium aus Sekundärrohstoffen durch HEM zu evaluieren. Dazu wurde Aluminiumpulver gemeinsam mit einer von den Autoren selbst hergestellten Treibmittelkomponente im Labormaßstab (Vibrations- bzw. Planetenmühle) gemahlen. Da andere Ausgangswerkstoffe als im Rahmen der eigenen Vorarbeiten verwendet wurden, sind die Ergebnisse nur bedingt vergleichbar. Die zum Teil aufgerissene Struktur der gezeigten Abbildungen ist vermutlich auf die Verdichtungsmethode zurückzuführen. Findet eine rein uniaxiale Verdichtung ohne Umformung statt, liegt eine Rissbildung entlang der Oxidhäute ehemaliger Pulverteilchen nahe. Das schäumbare Material weist noch eine relativ grobe bzw. ungleichmäßige TiH_2 -Teilchenfraktion auf. Entsprechend ungleichmäßig fällt auch die Porenstruktur der Schaumquerschliffe aus [20]. Die beschriebenen Resultate sprechen dennoch für die prinzipielle Machbarkeit der Methode im Sinne des avisierten Vorhabens. Eine Abgrenzung erfolgt durch:

- die Verwendung von erprobten Ausgangswerkstoffen (Vergleichbarkeit zu Standardmaterial geplant und notwendig),
- die Verwendung einer Kompaktierungsmethode mit hohem Umformgrad (Strangpressen) und Industrierelevanz (beliebig skalierbar),
- HEM mit skalierbarem Mahlequipment.

Darüber hinaus wurde HEM in mehreren Arbeiten für die Vorbehandlung und Aufbereitung des Treibmittel-Pulvers verwendet. Cheng et al. [7,21] verwenden HEM ebenfalls zur Dispersion, allerdings von Cu-Pulverteilchen, welche in einem weiteren Prozessschritt in Aluminiumschmelze eingebracht wurden. Die eigentliche Schaumherstellung erfolgt also schmelzmetallurgisch. Die Vorgehensweise soll mittels der kleinen Treibmittelfraktion die Porenanzahl erhöhen und damit eine wesentlich feinere Porenstruktur

erzeugen. Die genutzten Effekte sind: eine agglomeratfreie Verteilung in den Cu-Teilchen sowie eine gute Benetzbarkeit der Cu-Teilchen in der Aluminiumschmelze. Die Ergebnisse sind vielversprechend. Die tatsächliche Verteilung der TiH₂-Partikel in der Cu-Matrix ist zwar aufgrund fehlender Pulverschliffbilder nicht beurteilbar, aber die resultierende Schaumstruktur ist deutlich feiner als beim ungemahlenem Referenzmaterial und zugleich sehr homogen. Auch diese Arbeiten erfolgten im Labormaßstab.

2.3 Mechanisches Legieren durch HEM

Der Begriff Mahlen bezeichnet im eigentlichen Sinne das Zerkleinern von relativ groben Materialien wie zum Beispiel Erzen zu feinem Pulver. Die Verwendung von Kugelmöhlen zur Herstellung von Werkstoffen mit besonderen physikalischen bzw. mechanischen Eigenschaften, teilweise mit der Entstehung neuer Phasen, ist vergleichsweise jung. Forscher um Benjamin [22] entwickelten zunächst oxiddispersionsverfestigte (ODS) Ni-Basis-Superlegierungen für die Anwendung in Gasturbinen. Inzwischen ist das Mechanische Legieren zu einem geeigneten Instrument bei der Herstellung einer ganzen Reihe von Werkstoffen geworden. Der für das Mechanische Legieren grundlegende Prozess wird in **Abb. 2a)** dargestellt. Dabei werden die Mahlkugeln und das Mahlpulver Kollisionsprozessen unterzogen, was zum Deformieren, Zerschneiden und Kaltverschweißen der Pulverteilchen führt. Das Verformungsverhalten der Pulverkomponenten hat dabei einen entscheidenden Einfluss auf das Gefüge, welches sich während des Mahlvorgangs ausbildet. Zur Einteilung der Pulverkomponenten werden die Systeme spröde/duktile, spröde/spröde und duktil/duktile unterschieden. Beim Dispergieren harter Partikel in duktiler Matrix (duktile/spröde) werden diese zum Teil zerkleinert und im Interface zwischen duktilen Pulverbestandteilen kaltverschweißt. Das stetige Brechen und Wiederverschweißen der im Zwischenstadium lamellaren Verbundpulverteilchen führt schließlich zu einer homogenen Verteilung der Partikel in der Matrix. **Abb. 2b)** schematisch die typische Entwicklung eines Verbundpulvers während des mechanischen Dispergierens. Die für die Verbundpulverbildung typischen Stadien verändern sich durch Verwendung unterschiedlichen Mahlequipments im Wesentlichen nur hinsichtlich ihrer Ausprägung und abhängig vom zeitlichen Verlauf.

Die einsetzbaren Mahlaggregate lassen sich hinsichtlich ihrer Kapazität und Effektivität, dem Design und ihrer zusätzlichen Funktionen unterscheiden. Die auf dem Markt zur Verfügung stehenden Mahlsysteme überspannen einen großen Kapazitätsbereich.

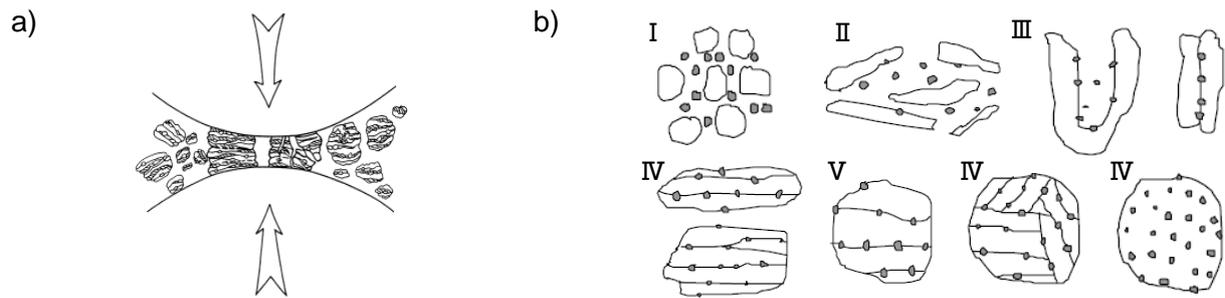


Abb. 2: Schematische Darstellung der Vorgänge beim Kugelmahlen: a) Kugel-Pulver-Kollision [23], b) Verbundpulverbildung beim Einbringung spröder Partikel in duktile Matrizes (nach [24]).

Die verarbeitbare Mahlgutmasse reicht von einigen Gramm Mahlgutgewicht bei kleineren Labor-Vibrationsmühlen bis hin zu einigen Tonnen bei industriellen Trommelmühlen. Die Möglichkeit der Hochskalierung bis in sehr große Dimensionen ist prinzipiell gegeben. Der geringere Energieeintrag einer großen Trommelmühle gegenüber einer Simoloyer-Hochenergiemühle fällt aufgrund des um Größenordnungen höheren Mahlvolumens nicht ins Gewicht und kann durch längere Mahldauer kompensiert werden. Aufgrund der Größe und der langsamen Prozessgeschwindigkeit ist der auf die Mahlgutmasse normierte Wartungsaufwand signifikant geringer und damit eine weitaus wirtschaftlichere Herstellung möglich.

2.4 Partikelverstärkung

Das Verfahren HEM ist ausgesprochen geeignet, eine homogene agglomeratfreie Verteilung von Partikeln bis in den nano-skaligen Bereich innerhalb einer duktilen Matrix zu erzeugen. Dabei können die Partikel entweder in beliebiger Größe zugegeben werden oder in situ durch chemische Reaktionen, i. d. R. Oxidationen, entstehen. Die Kombination mit der im Projekt angestrebten Verteilung von Treibmittelteilchen wäre ohne zusätzlichen Aufwand realisierbar. Eine derartige Verstärkung der Schaumstruktur hätte nicht nur die in zahlreichen Arbeiten sowohl für die SM- als auch für die PM-Route nachgewiesene und diskutierte Stabilisierung der Schaumstruktur während des Schäumens zur Folge [2,12,13], sondern könnte im Sinne eines diskontinuierlich verstärkten Metallmatrix-Verbundwerkstoffes darüber hinaus zur Verbesserung der mechanischen Eigenschaften führen. Beispielsweise wiesen Haesche et al. [13] anhand der Zugabe von bis zu 5 % Partikeln (SiC und Al_2O_3) eine stabilisierende Wirkung auf die Schaumstruktur während des Schäumprozesses nach, die mit zunehmendem Partikelgehalt und abnehmender Partikelgröße zunimmt. Dieser Effekt könnte genutzt werden, die feingliedrige Porenstruktur während des Schäumens vor einem frühzeitigen

Koagulieren durch Drainageeffekte zu schützen.

Im Rahmen einer Stichversuchsreihe wurde qualitativ der Einfluss des Hochenergiekugelmahlens der Pulvermischung auf die resultierende Schaumstruktur evaluiert [25]. Die als Matrixmaterial verwendete Aluminiumlegierung (EN AW-6060), eine typische Legierung für Al-Schäume, wurde in Form eines handelsüblichen, gasverdünsten Pulvers ($< 100 \mu\text{m}$) gemeinsam mit dem als Treibmittel eingesetzten TiH_2 -Partikeln ($< 53 \mu\text{m}$) in einer Simoloyer-Hochenergiekugelmühle verarbeitet. **Tab. 1** zeigt die Zusammensetzung der sechs Preformmaterialien, die Gegenstand des Stichversuches waren. Um das Verschweißen der Partikel sowie die Haftung an Rotor, Kugeln und Kammer zu begrenzen, wurden geringe Mengen Stearinsäure als Prozesskontrollmittel (PCA – process control agent) zugegeben [26].

Tab. 1: Herstellungparameter aller im Vorversuch evaluierten Proben.

Mahldauer [min]	0	0	30	30	120	120
TiH₂-Anteil [Gew.-%]	0,8	1,5	0,8	1,5	0,8	1,5

Die Herstellungsrouten unterschieden sich bei der verwendeten Methodik nur in der Vorbehandlung der Pulver (**Abb. 3**). Durch HEM wurden die spröden TiH_2 -Partikel kontinuierlich in die duktile Aluminiummatrix eingewalzt. Die Verdichtung für alle Materialien erfolgte dann durch direkte Pulverextrusion bei einer Temperatur von $450 \text{ }^\circ\text{C}$ bis zu einem Querschnitt von 25 mm mit einem Extrusionsverhältnis von ca. 16:1 und einer Stempelgeschwindigkeit von 2 mm/s . Eine Übersicht über die Mikrostrukturen der extrudierten Preformmaterialien ist in **Abb. 4** dargestellt.

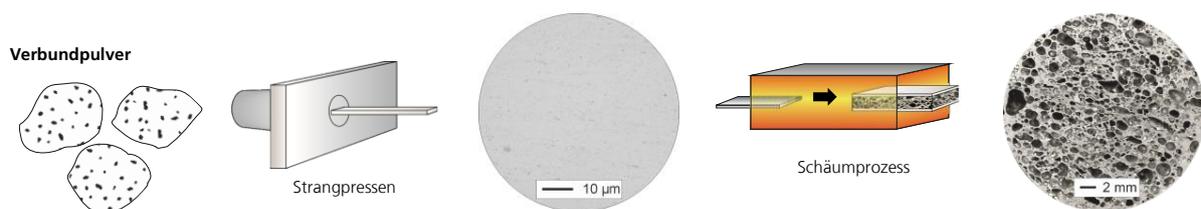


Abb. 3: Verfahrensablauf mit mechanisch legiertem Preformpulver im ersten Prozessschritt und die resultierende Schaumstruktur (Ergebnis eigener Vorarbeiten).

Die Bilder der gemischten Referenzprobe (**Abb. 4 a**) veranschaulicht die Größe und die breite Partikelgrößenverteilung der TiH_2 -Partikel im Ausgangszustand. Bereits eine Mahldauer von 30 Minuten verändert die Größenverhältnisse signifikant (**Abb. 4 b**). Die Reduzierung der Treibmittelgröße ist offensichtlich. Der Effekt setzt sich mit zunehmender Mahldauer fort, wenngleich in geringerem Ausmaß.

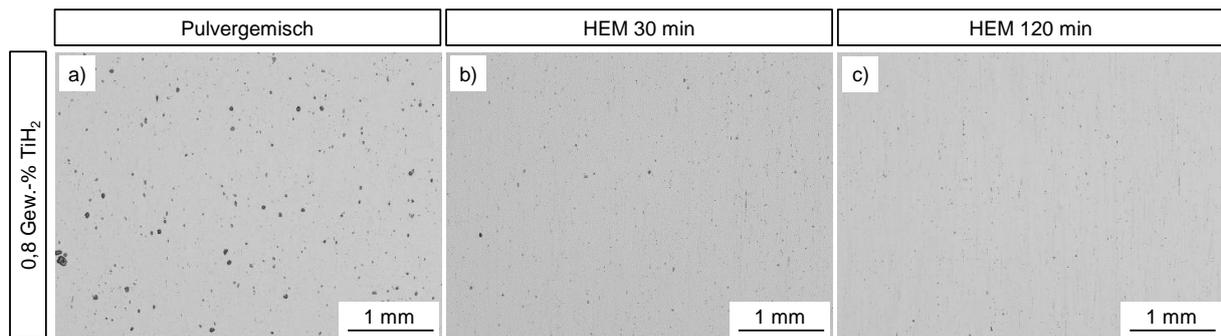


Abb. 4: Längsschliffaufnahmen von stranggepressten schäumbaren Material aus AlMg1Si-Pulver mit 0,8 Gew.-% TiH₂, hergestellt durch Mischen (a) und HEM für 30 min (b) und 120 min (c).

Die unterschiedlichen Mikrostrukturen des schäumbaren Materials haben erhebliche Auswirkungen auf das Schäumverhalten und vor allem auf die resultierende Schaumstruktur. Unter den getesteten Bedingungen wiesen sowohl die aus dem ungemahlene Pulvergemisch als auch die aus gemahlene Pulvern hergestellten Materialien eine gute Schäumbarkeit auf. Die resultierenden Schaumstrukturen (**Abb. 5**) unterscheiden sich deutlich. Die quantitative Analyse der Porengröße der Proben verdeutlicht die Zusammenhänge (**Abb. 6**). Alle Details werden in [25] veröffentlicht.

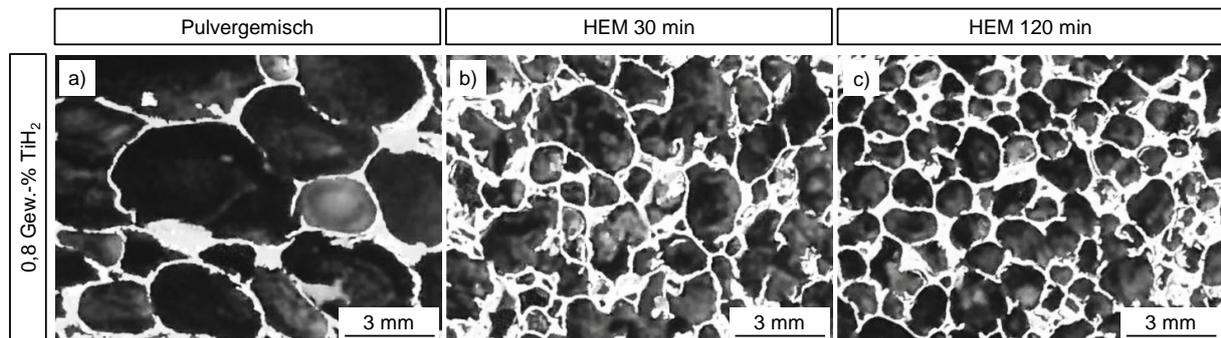


Abb. 5: Aufgeschäumtes extrudiertes Material AA6060 mit 0,8 Gew.-% TiH₂, hergestellt durch Mischen (a) und HEM für 30 min (b) bzw. 120 min (c).

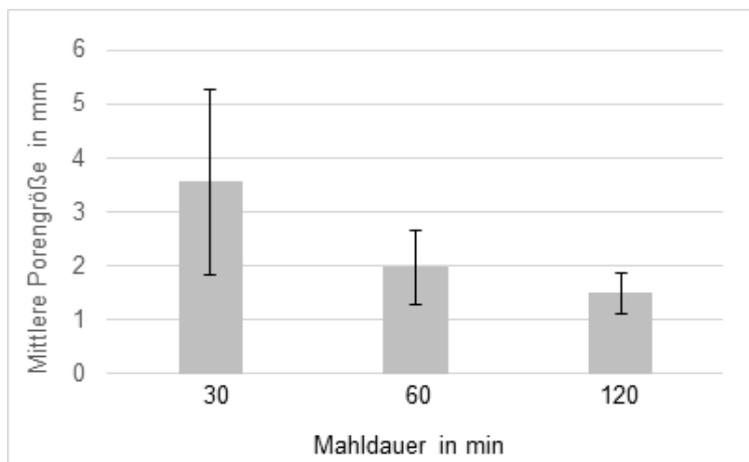


Abb. 6: Gemittelte Porengröße (Bestimmung der Feret-Durchmesser mithilfe des Morphological Segmentation-Plug-Ins [27]) von aufgeschäumtem extrudiertem Material EN AW-6060 in Abhängigkeit der Mahldauer der zugrundeliegenden Pulver).

3 Arbeitshypothese und Lösungsweg

Die Vorarbeit weist die prinzipielle Wirksamkeit der angedachten Methodik im Labormaßstab nach. Eine Überführung in den industriellen Maßstab und hin zu Industriebedingungen (Ofenprozess) steht noch aus. Das Kernanliegen des avisierten Projektes wird darüber hinaus die Evaluierung der Auswirkungen und Grenzen einer homogenen Treibmittelpartikelverteilung auf die resultierende Porenstruktur von pulvermetallurgisch hergestellten Aluminiumschäumen sein.

Aus den Erkenntnissen soll eine möglichst kostengünstige, serientaugliche Prozessroute abgeleitet werden, welche anhand von Halbzeugdemonstratoren zu validieren ist. Klares Ziel: die Schwankungen der mechanischen Eigenschaften des Schaumkernes des Demonstratorhalbzeuges liegen signifikant unter denen konventionell geschäumter Halbzeuge aus kommerziell erhältlichem schäumbarem Material. Insbesondere die untere Grenze der Festigkeit muss bei vergleichbarer Dichte deutlich höher liegen, da sie für eine sichere Bauteilauslegung elementar wichtig ist. Die wichtigsten Arbeitshypothesen hierfür sind:

- durch HEM können Treibmittelteilchen homogen und agglomeratfrei im Matrixmaterial verteilt werden,
- die Feinverteilung führt zu feinporigen, gleichmäßigen Schaumstrukturen,
- zermahlene Primäroxide (Oxidhäute der Pulverteilchen) sowie eingebrachte Oxide durch Mahlen an Luft sorgen durch die feine Verteilung für eine Stabilisierung des Schäumprozesses und ermöglichen die Herstellung großer Schaumvolumina mit identischen Eigenschaften (Intensität des Effektes ist über die Atmosphäre steuerbar [28]).

Da auch die wirtschaftliche Herstellbarkeit von immenser Bedeutung ist, werden neben den werkstofftechnischen die folgenden prozesstechnischen Hypothesen untersucht:

- bereits eine geringe Mahldauer reicht aus, um entscheidende Effekte zu erzielen,
- HEM ermöglicht die Verwendung von sortenreinem Aluminiumschrott, der mittels eines am IWU [29], erprobten Verfahrens vorkonditioniert wird,
- die vollständige Konsolidierung des Pulvers ist aufgrund der vollständigen Einbettung der Treibmittelteilchen in Al-Matrixpulverteilchen sekundär,
- HEM kann ohne zusätzlichen Aufwand zur Veränderung der Matrixlegierung oder/und zur Einbringung einer Partikelverstärkung eingesetzt werden [30].

Die genannten Punkte sind durch systematische und umfassende Untersuchungen zu validieren, Grenzen und weitere Chancen sind aufzuzeigen.

Der Lösungsansatz im Vergleich zur üblichen pulvermetallurgischen Herstellungsrouten ist in der **Abb. 7** schematisch dargestellt.

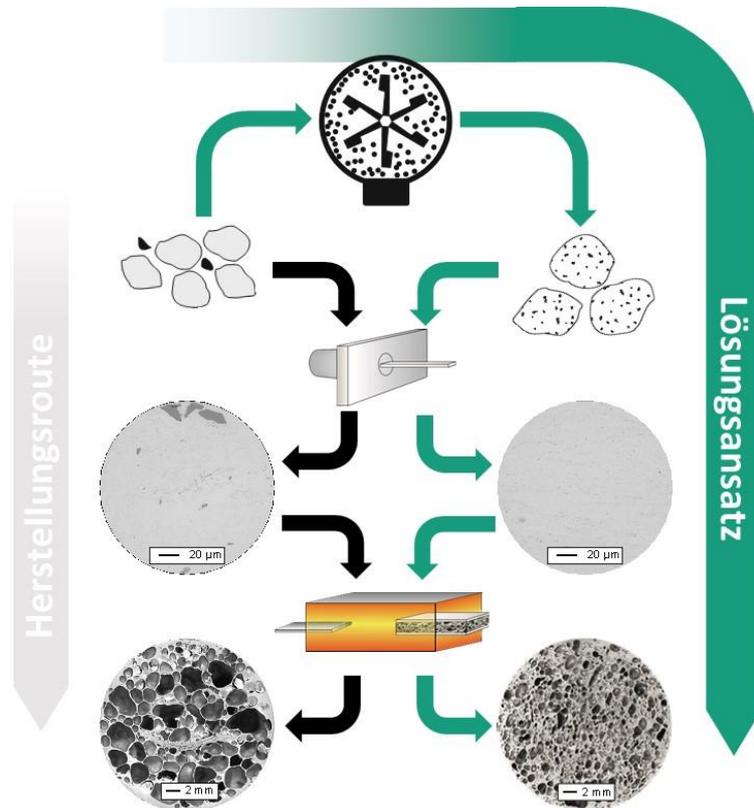


Abb. 7: Lösungsansatz zur Herstellung gleichmäßiger Poren in pulvermetallurgisch hergestellten Metallschäumen über Hochenergiekugelmahlen

4 Durchgeführte Arbeiten und Ergebnisse

4.1 Preformpulverherstellung durch Hochenergiekugelmahlen (AP1)

4.1.1 Ausgangspulver

Arbeiten: Im Projekt relevante Pulver aus Basis von Legierungen und reinen Elementen wurden beschafft und charakterisiert, um die Veränderung der Pulverform und Größe durch den Mahlprozess zu bewerten. Es erfolgten mikroskopische Analysen vorhandener und bereitgestellter Pulver an Pulverschleifen, sowie eine Bestimmung der Partikelgröße mittels Laserbeugung (CiLAS 1180). Das Treibmittel TiH₂ hat sich für das Schäumen von pulvermetallurgisch basierten Al-Schäumen in der Vergangenheit bewährt. Im Rahmen des Projektes wurde TiH₂ von der Fa. H.C. Stark GmbH verwendet und charakterisiert.

Ergebnisse: Die durchgeführten Versuche des Versuchsplans 1V (vgl. Kap. 4.1.3) haben gezeigt, dass die Ausgangsgröße der Pulver für die Mahldauer und die Verteilung der Komponenten ein wichtiger Aspekt ist, der bei den Versuchen mit statistischer Versuchsplanung 2V möglichst konstant und vergleichbar sein muss. Dies wurde bei der Auswahl der Pulver für das umfangreichere Versuchsprogramm folglich berücksichtigt. Alle Arten von Aluminiumpulvern wurden deshalb in der Größe D50 < 50 µm beschafft. Die Resultate der Bestimmung der Größenverteilung der Pulver der verschiedenen Hersteller sind in **Tab. 2** zusammengestellt. Die **Abb. 8** zeigt die Schliiffaufnahmen der verwendeten Metallpulver.

Tab. 2: Bestimmung der Partikelgröße der Ausgangspulver über Laserbeugungstechnologie (CiLAS 1180).

Material	Hersteller	D10 in µm	D50 in µm	D90 in µm
Al	ECKA	13,67	27,62	46,34
Si	Elkem	1,38	10,95	26,79
Mg	AlfaAeser	19,64	44,31	75,88
AlMgSi0.5	ECKA	8,95	25,17	43,73
AlSi10	ECKA	9,10	26,40	44,33

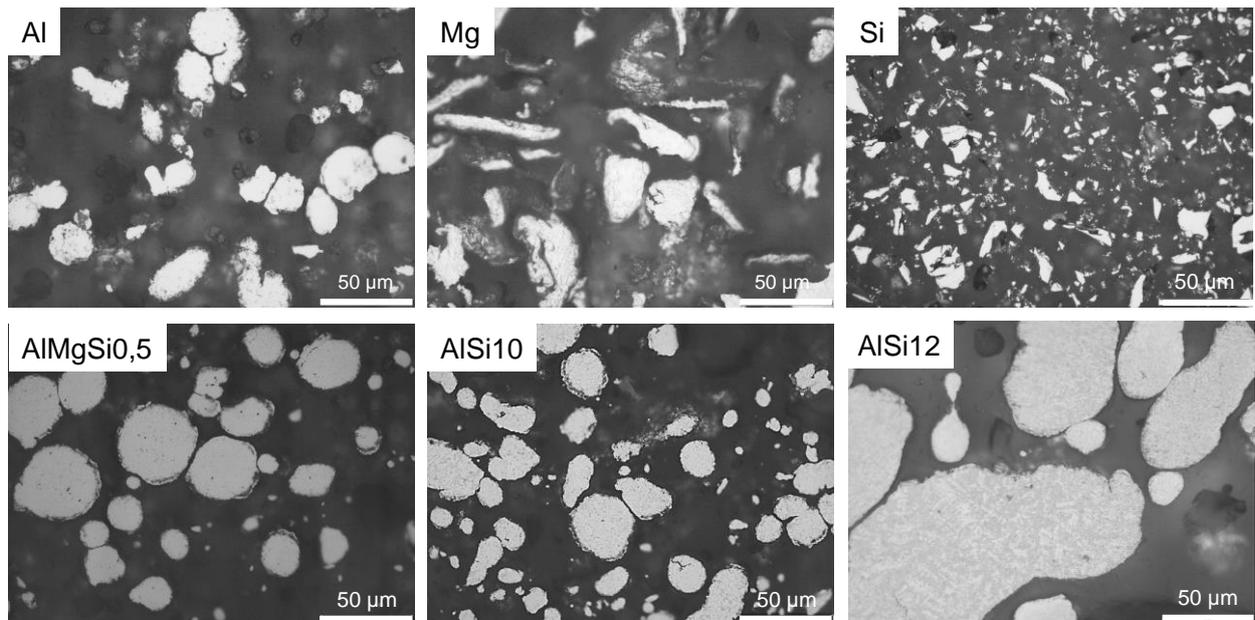


Abb. 8: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Ausgangspulver im Pulverschliff

Das Treibmittel hat lt. Hersteller einem D50-Wert von $< 45 \mu\text{m}$, was sich über Pulverschläffe belegen lässt, **Abb. 9a**. Die Messung mit Laserbeugung ist aufgrund der Reaktion mit dem Lösemittel Wasser nicht ohne weiteres möglich. Die Thermische Analyse zeigt, dass die Freisetzung des Wasserstoffes bei $500 \text{ }^\circ\text{C}$ beginnt und das Maximum bei $540 \text{ }^\circ\text{C}$ erreicht. Der Masseverlust bis $700 \text{ }^\circ\text{C}$ beträgt $3,42 \%$ was der gravimetrischen Menge des freigesetzten Wasserstoffes entspricht, **Abb. 9b**.

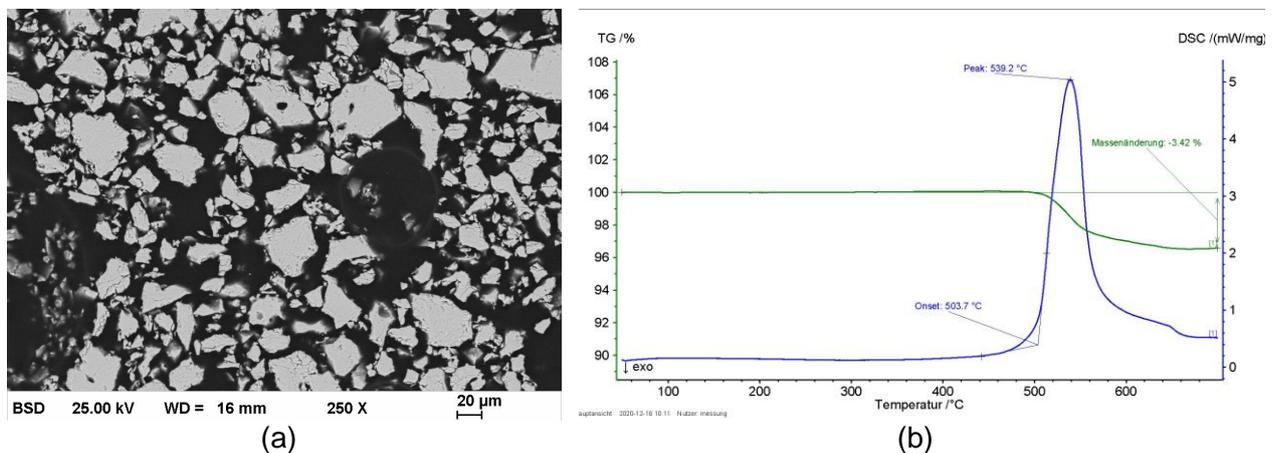


Abb. 9: Treibmittelpulver TiH_2 : (a) Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme (RE-Kontrast) und (b) Thermische Analyse mit Heizrate von 10 K/min unter Ar -Atmosphäre; DSC (blau)- und TG-Signal (grün).

4.1.2 Zersetzungsverhalten des TiH_2

Der Einfluss des Vormahlens und damit die Auswirkungen einer mechanischen Zerkleinerung des TiH_2 auf dessen Zersetzungsverhalten des reinen Treibmittels TiH_2 wurde mittels thermischer Analysen (DSC und TG) untersucht. Es kommt durch die Zerkleinerung im HEM-Prozess zu einer

Verschiebung der Wasserstofffreisetzung hin zu geringeren Temperaturen. Bei den Messungen zeigte sich eine Verschiebung des Maximums im DSC-Signal hin zu geringen Temperaturen sowie eine Verkleinerung der Fläche unter der Kurve. Während bei dem TiH_2 im Ausgangszustand (wie geliefert) die Freisetzung des Wasserstoffes erst bei 450 °C einsetzt und bei 540 °C das Maximum erreicht, kann im gemahlene Zustand bereits ein Masseverlust ab 320 °C detektiert werden, der in mehreren Stufen den deutlich geringeren Maximalwert bei 500 °C erreicht (**Abb. 10**). Der Unterschied der Masseänderung beträgt 1,13 % bei 700 °C.

Dieses Verhalten stellt vor dem Hintergrund der gewünschten Schaumbildung während des Schmelzintervalls der verwendeten Legierung, eine tendenziell ungünstige Verschiebung dar. Es ist zu erwarten, dass Wasserstoff entweicht, bevor die Legierung, die erforderliche Viskosität erreicht hat. Auf Grundlage der Erkenntnisse wurde im Rahmen des Projektes mittels Legierungselemente Cu und Zn eine Absenkung der Solidus-Temperatur an der AlSi-Legierung untersucht, welche in Kap. 4.1.5 näher dargestellt wird.

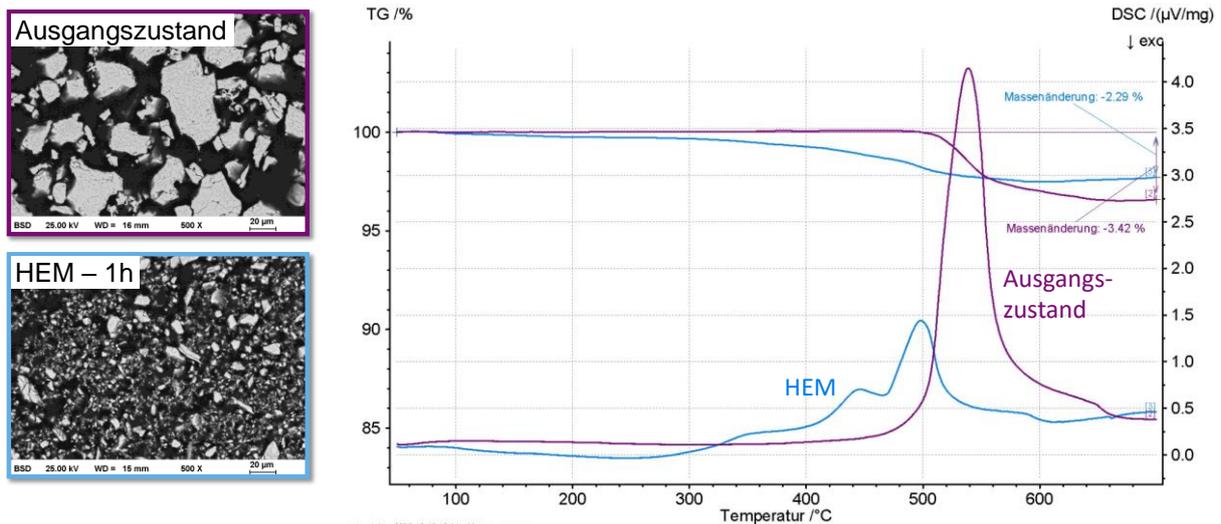


Abb. 10: Thermische Analyse des TiH_2 im ungemahlene Zustand (lila) und 1h HEM (blau)

4.1.3 Komponenten- vs. Legierungspulver (1V)

Arbeiten: Im Rahmen der Kick-Off-Veranstaltung wurde vom Projektausschuss eine Verwendung von Einzelkomponentenpulver als Vergleich zum üblichen Legierungspulver für die Preformpulverherstellung („Versuchsreihe 1V zu den Ausgangsmaterialien“) vorgeschlagen. In dem zusätzlichen Versuchsprogramm 1V wurden die in **Tab. 3** dargestellten Möglichkeiten der Pulveraufbereitung vor dem Kompaktieren für (A) $\text{AlMgSi}_{0,5}$ und (B) AlSi_{12} (stellvertretend für AlSi_{10}) betrachtet. Die Hochenergiemahlversuche erfolgten in einer Kugelmühle (Simoloyer CM08, Fa. Zoz GmbH) mit einer Gesamtmenge von 800 g. Die Mahldauer und die Zugabe von

Prozesshilfsstoffen wie Stearinsäure wurde in Abhängigkeit des Mahlverhaltes individuell angepasst. Für die Versuche wurde eine Menge von 0,8 Gew.-% TiH_2 verwendet.

Tab. 3: Versuchsprogramm 1V zur Untersuchung der Eignung von Legierungs- und Komponentepulver für die Schaumherstellung

Bez.	Beschreibung	A (AlMgSi0.5)		B (AlSi12)	
1V-1	Vorlegierte Pulver mit Treibmittel mischen	Mischen	AlMgSi0,5-Pulver 0,8 Gew.-% TiH_2		x
1V-2	Elementares Al-Pulver mit Pulvern der Legierungselemente + Treibmittel mischen	Mischen	Al 99,5-Pulver 0,8 Gew.-% TiH_2 Mg + Si		x
1V-3	Vorlegierte Pulver mit Treibmittel mahlen	Mischen 1 h HEM	Al 99,5-Pulver 0,8 Gew.-% TiH_2 Mg + Si	Mischen 1 h HEM	Al 99,5-Pulver 0,8 Gew.-% TiH_2 12 Gew.-% Si
1V-4	Elementares Al-Pulver mit Pulvern der Legierungselemente + Treibmittel mahlen	1 h HEM	Al 99,5-Pulver 0,8 Gew.-% TiH_2 Mg + Si	1 h HEM	Al 99,5-Pulver 0,8 Gew.-% TiH_2 12 Gew.-% Si
1V-5	Elementares Al-Pulver mit Treibmittel mahlen → Verbundpulver mit Legierungselementen mischen	2 h HEM	AlMgSi0,5-Pulver 0,8 Gew.-% TiH_2	2 h HEM	AlSi12-Pulver 0,8 Gew.-% TiH_2

Ergebnisse: Die Mahlversuche des ersten Versuchsplans 1V haben gezeigt, dass es bei der Verwendung elementarer Pulver (**Abb. 21 a+b**) trotz geringerer Mahldauer zu einer starken Vergrößerung der Preformpulverteilchen kommt. Hervorgerufen wird dies durch dominierende Kaltverschweißungsvorgänge des Aluminiums, die bei legierten Pulvern mit ähnlicher Menge der Stearinsäure weniger stark ausgeprägt sind. Elektronenmikroskopisch kann belegt werden, dass bereits nach kurzen Mahldauern von einer Stunde (**Abb. 21d+e**) bis max. 2 Stunden (**Abb. 21f**) eine sehr gute Dispersion des TiH_2 (helle Punkte) in der Aluminium- bzw. in der Al.-Legierungsmatrix erreicht wird. Dabei scheinen die TiH_2 -Teilchen eine Verkleinerung im Mahlprozess zu erfahren (ursprüngliche Größe D50; ca. 45 μm).

4.1.4 Treibmittelverteilung durch HEM (2V)

Arbeiten: Der aufgestellte Versuchsplan 2V berücksichtigt Legierungspulver und Komponentepulver. Die Verarbeitung der Pulver mittels Hochenergiekugelmahlen (HEM) ermöglicht die zwischenzeitliche Entnahme von Proben, wodurch pro Versuchsdurchgang mehrere Versuchspunkte für die dominante Einflussgröße „Mahldauer“ untersucht werden können. Verbunden mit statistischer Versuchsplanung können 60 Versuchspunkte in 12 Versuchen angefahren werden (**Tab. 4**). Dies spielt vor dem Hintergrund des zeitlichen Aufwands eines Mahlversuchs eine wichtige Rolle und ermöglicht eine effiziente Ressourcennutzung. Die Planung erfolgte mit der Software Cornerstone (CamLine GmbH). Von den Pulvervarianten wurden die Ausmahlmengen bestimmt und eine Methode zur Charakterisierung der TiH₂-Partikelverteilung im Pulver auf Basis der Quadrate-Methode entwickelt und erprobt (vgl. Kap. 4.4). Auf Basis der Methode erfolgte die Bestimmung der Homogenität und Partikelgröße von TiH₂ im Pulver für alle 36 Zustände des Versuchsplans (vgl. **Tab. 4**)

Tab. 4: Statistischer Versuchsplan 2V für die Untersuchung zur Verteilung des TiH₂ im Pulver.

HEM-Versuch	Legierung	Pulver: Komp/Leg	PCA-Zugabe pro 30 min (Gew.-%)	TiH ₂ Vormahldauer (min)	TiH ₂ Gehalt (Gew.-%)	Atmosphäre	Mahldauer (min)				
							30	60	90	120	150
1	AlSi10	Legierungspulver	0,1	0	1,6	Luft	x	x	x		
2	AlMg1Si0,5	Legierungspulver	0,3	10	0,8	Luft	x			x	x
3	AlMg1Si0,5	Legierungspulver	0,1	0	0,8	Argon		x	x	x	
4	AlSi10	Legierungspulver	0,3	10	1,6	Argon	x	x			x
5	AlMg1Si0,5	Komponentenpulver	0,2	10	1,6	Luft			x	x	x
6	AlSi10	Komponentenpulver	0,3	10	0,8	Luft	x	x	x		
7	AlMg1Si0,5	Komponentenpulver	0,5	0	0,8	Luft	x			x	x
8	AlMg1Si0,5	Komponentenpulver	0,5	0	1,6	Luft		x	x	x	
9	AlMg1Si0,5	Komponentenpulver	0,2	0	1,6	Argon	x	x			x
10	AlMg1Si0,5	Komponentenpulver	0,2	10	0,8	Argon			x	x	x
11	AlSi10	Komponentenpulver	0,5	0	0,8	Argon	x	x	x		
12	AlMg1Si0,5	Komponentenpulver	0,5	10	1,6	Argon	x			x	x

Ergebnisse: Die 12 Pulvervarianten des stat. Versuchsplans (**Tab. 4**) wurden einheitlich 150 min gemahlen und zu festgelegten Mahldauern (30, 60, 90, 120 und 150 min) geringe Pulverproben für Analysen entnommen. Die **Abb. 11** zeigt die Entwicklung der Pulvergröße sowie die Verteilung des TiH₂ in dem Legierungspulver am Beispiel des Variante 2V-1. Bereits nach kurzer Mahldauer erfolgt eine starke Zerkleinerung des Treibmittelpulvers (helle Punkte) sowie eine fortschreitende Einarbeitung desgleichen in das Matrixpulver.

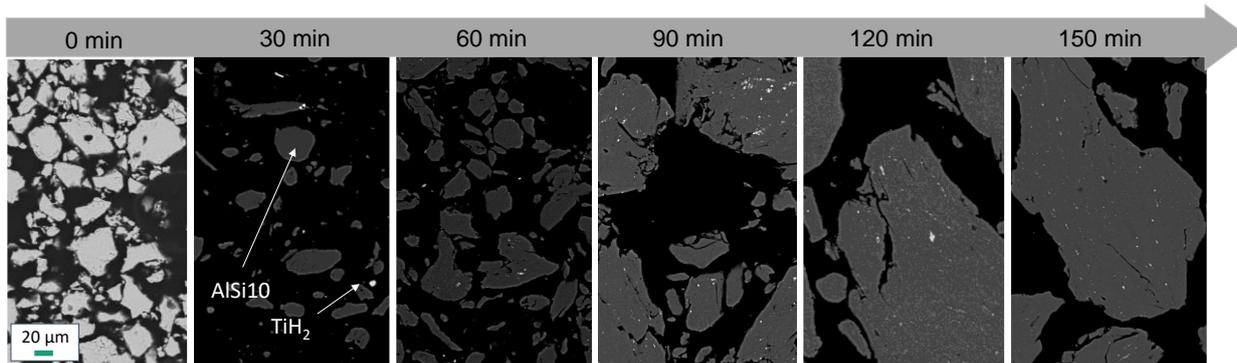


Abb. 11: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen (RE-Kontrast) von Pulverschliffen der Variante 2V-1 → HEM von AlSi10 + 0,8 % TiH₂ in Luft mit 0,1 g PCA/30 min; bei 0 min ist das TiH₂ in der ursprünglichen Größe abgebildet.

Beim Ausmahlen der Pulver nach 150 min zeigten sich bereits deutlich Unterschiede in der aufgefangenen Menge, die mit der Ausmahlprozedur erreicht wird. Der Pulververlust bzw. Pulverrückstand kommt durch Kaltverschweißungen, Anhaftungen an Wänden, Rotor oder Kugeln zustande und hängt stark von bestimmten Mahlparametern ab. In **Abb. 12** sind die Ausmahlmengen nach 20 und 60 min von ursprünglich 800 g dargestellt. Aus Sicht der Wirtschaftlichkeit sind Varianten mit einer Ausbeute von > 80 % von Interesse.

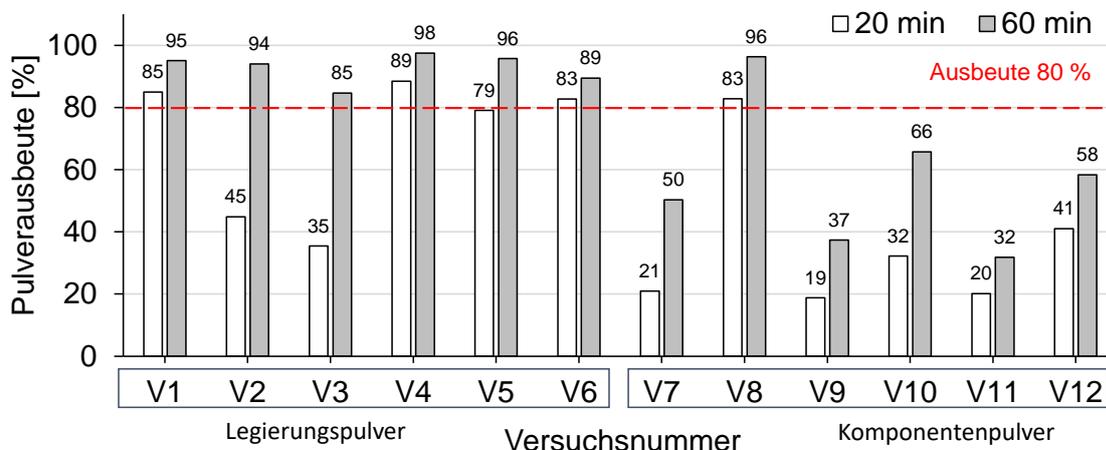


Abb. 12: Ausmahlmenge des Versuchsplans 2V nach 20 und 60 min nach einer Gesamtmahldauer von 150 min

Die Auswertung des stat. Versuchsplans 2V erfordert eine quantifizierbare Größe für die Qualität der Verteilung des Treibmittels in dem gemahlten Matrixpulver. Zu diesem Zweck wurde die Quadrante-Methode verwendet, welche zur Beurteilung von Verstärkungspartikel in Verbundwerkstoffen genutzt wird und im Kap. 4.4 ausführlich dargestellt ist. Maßgeblich ist eine einheitenlose Größe β welche die Homogenität beschreibt. Je niedriger der β -Wert ist (>0), umso homogener ist die Verteilung der untersuchten Komponente. Auf Basis eines statistischen Versuchsplans (D-Optimal) wurden materialografische Pulverschliffe für REM-Untersuchung an 36 Pulverzuständen angefertigt. An drei Pulverausschnitten wurde die Homogenität (β -Wert) der

TiH₂-Verteilung ermittelt und der Mittelwert (**Abb. 13a**) sowie die Standardabweichung (**Abb. 13b**) bestimmt.

	Mahldauer in Stunden				
	0,5	1	1,5	2	2,5
2V1	7,8	6,1	4,9		
2V2	10,6			4,1	4,2
2V3		7,1	7,9	6,9	
2V4	5,0	3,5			2,8
2V5			7,6	5,6	5,8
2V6	9,4	7,2	4,0		
2V7	6,6			5,9	4,2
2V8		4,9	3,0	3,0	
2V9	4,9	4,0			3,3
2V10			4,1	3,9	4,1
2V11	6,4	4,7	5,0		
2V12	6,3			4,1	3,9

(a)

	Mahldauer in Stunden - Standardabweichung				
	0,5	1	1,5	2	2,5
2V1	3,0	2,1	0,6		
2V2	3,4			1,6	1,1
2V3		2,4	3,1	2,8	
2V4	1,0	0,7			0,4
2V5			2,7	2,3	2,1
2V6	3,4	3,6	0,6		
2V7	1,5			2,9	1,1
2V8		2,7	0,5	0,5	
2V9	0,7	1,4			0,6
2V10			0,7	0,9	1,0
2V11	1,4	0,9	1,0		
2V12	1,6			0,9	0,8

(b)

Abb. 13: Einzelergebnisse der TiH₂-Verteilung (β -Wert) basierend auf einem D-Optimalen statistischen Versuchsplan: (a) Mittelwert, (b) Standardabweichung.

Für die Ergebnisse liefert die lineare Regression ein adjustiertes R² von 0,69. Die Faktoren, Mahlatmosphäre und Menge an Prozesshilfsmittel haben keinen signifikanten Einfluss auf die Verteilung. Das komplexe Zusammenspiel der weiteren Einflussfaktoren kann in einem Predicted Response Graph (Vorhersage-Diagramm) dargestellt werden, **Abb. 14**. Aus dem Modell werden die potenziell erzielbaren Ergebnisse vorhergesagt, wenn sich eine oder mehrere Einflussgrößen im Rahmen definierter Grenzen verändern.

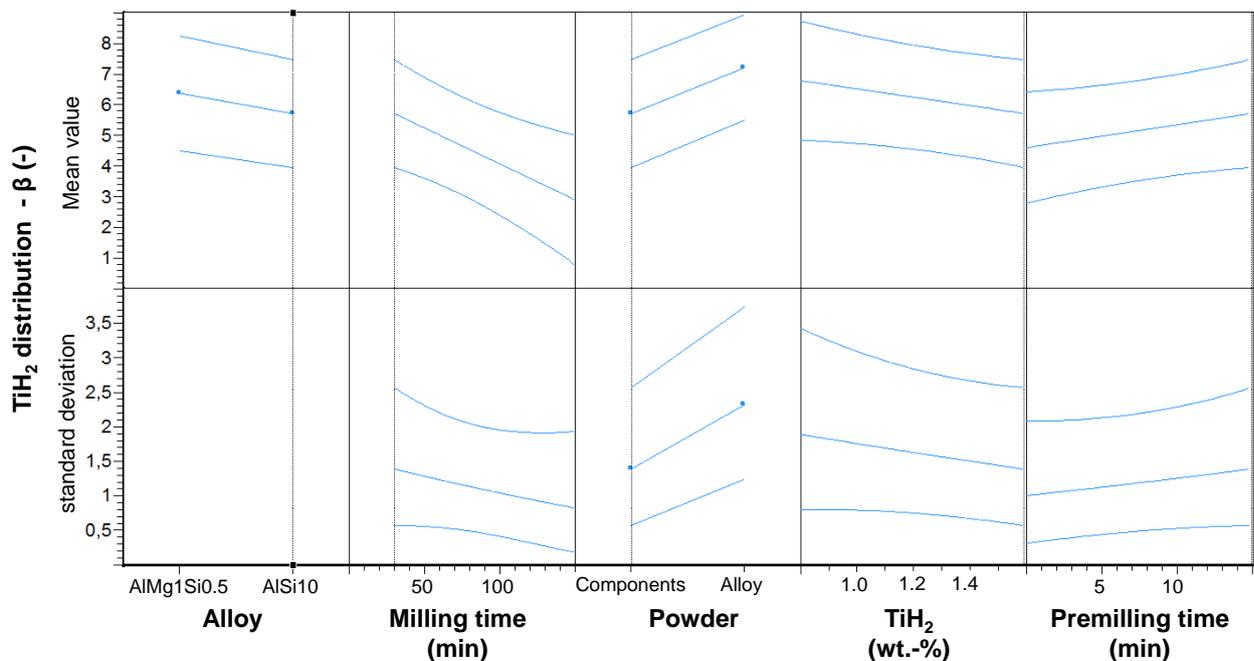


Abb. 14: Predicted Response Graphen des Mittelwertes der TiH₂-Verteilung und der Standardabweichung in Abhängigkeit relevanter Einflussgrößen (im Zustand der Optimierung).

Aus der Analyse lassen sich einige grundsätzliche Aussagen zur TiH_2 -Verteilung beim HEM ableiten:

- mit zunehmender Mahldauer sinkt der β -Wert (wird homogener)
- AlSi10-Legierung besser geeignet für homogene Verteilung als AlMgSi-Legierung
- Komponentenpulver vorteilhafter als Legierungspulver
- eine größere Menge des Treibmittels verteilt sich homogener als eine kleinere Menge
- Vormahlen des Treibmittels (zerkleinern) ist ungünstig
- keinen Einfluss der Mahlatmosphäre und des PCA-Gehaltes

Die durchgeführte Optimierung mit Zielgrößen $\beta \rightarrow$ minimal und Standardabweichung ebenso minimal, liefert das folgende Ergebnis:

- Legierung AlSi10 als Komponentenpulver,
- Mahldauer von 150 min,
- kein Vormahlen des Treibmittels und
- eine Menge von 1,6 Gew.-% des Treibmittels.

Es sei erwähnt, dass diese Bewertung lediglich die Verteilung des TiH_2 im Pulver beschreibt und noch keine Aussage über das Schäumverhalten zulässt. Die Ergebnisse der Schäumversuche zu diesen Prefomaterialien sind in Kap. 4.3.2 beschreiben.

4.1.5 Legierung mit angepasstem Schmelzintervall (3V)

Arbeiten: Das veränderte Zersetzungsverhalten des TiH_2 durch den Mahlprozess (vgl. Kap. 4.1.2) und die aus dem Schaumtester (AP3, vgl. Kap. 4.3) gewonnenen Ergebnisse lassen vermuten, dass die Schmelzintervalle der Al-Legierung zu hoch liegen, um die Porenbildung in gewünschter Weise zuverlässig zu initiieren. Zu diesem Zweck wurde in ternären Systemen aus Al-Si-Cu und Al-Si-Zn nach chemischen Zusammensetzungen recherchiert, die das Schmelzintervall der hypoeutektischen AlSi10-Legierung verringern können. Es konnten drei Legierungen identifiziert werden, deren theoretischem Schmelzintervalle in **Tab. 5** dargestellt sind. Die recherchierten Legierungen wurden über HEM der Einzelkomponenten mit 1 Gew.-% TiH_2 und einer Stunde Mahldauer hergestellt

Ergebnisse: Die Verteilung der Elemente wie Cu, Si und Zn ist bereits nach kurzer Mahldauer von einer Stunde sehr gut gelungen und in den Pulverschliffen der **Abb. 15a-c** nachgewiesen. Die Ergebnisse der thermischen Analysen (**Abb. 16**) dieser Pulver belegen, dass durch mechanisches Legieren von Einzelkomponenten eine nahezu identisches Schmelzverhalten der in der Literatur beschriebenen Legierungen erreicht werden kann. Einzig die Legierung mit erhöhtem Zn-Anteil von 40% konnte aufgrund des niedrigen Verdampfungspunktes nicht ohne

Schäden am Messsystem geprüft werden.

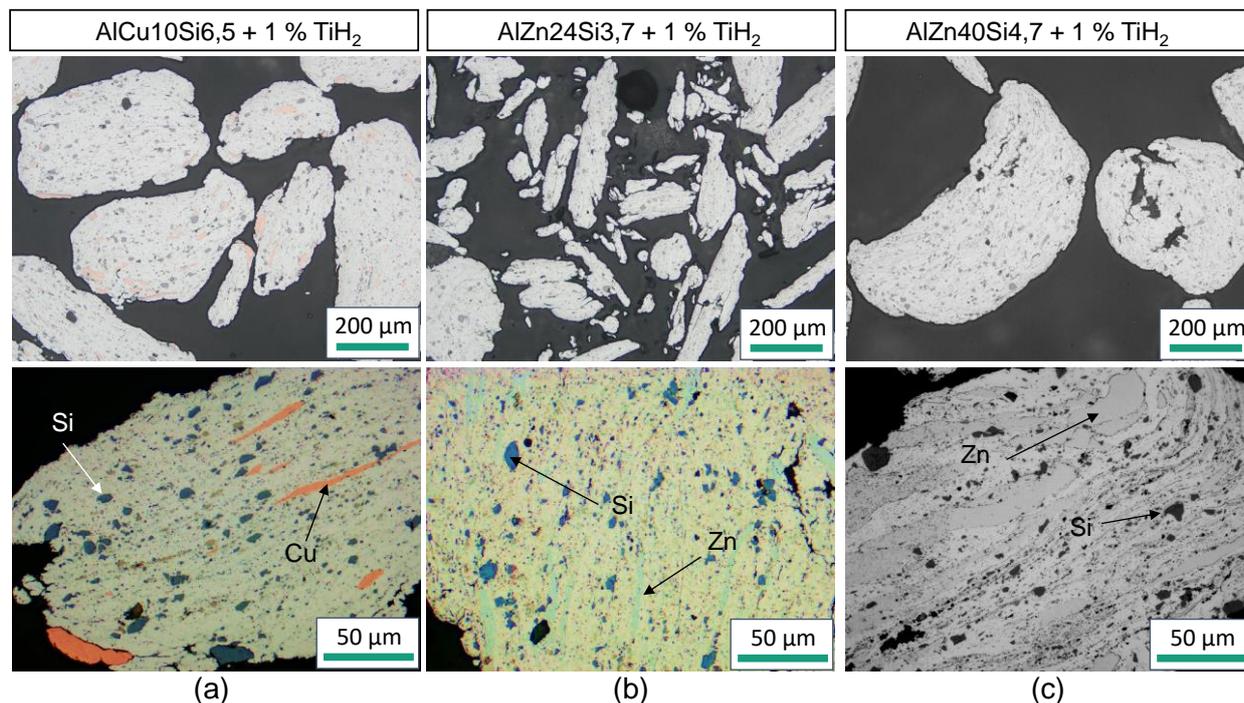


Abb. 15: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Verbundpulver (a) AlCu10Si6,5, (b) AlZn24Si3,7 und (c) AlZn40Si4,7.

Tab. 5: Schmelzbereich der avisierten Legierungen nach Literatur und eigenen DSC-Messungen.

Legierung	Solidustemp. T _s (°C)		Liquidustemp. T _L (°C)		ΔT (°C)	
	Lit.	Exp.	Lit.	Exp.	Lit.	Exp.
AlCu10Si6,5	521,3 [32]	519,4	587,8 [32]	601	66,5	81,6
AlZn24Si3,7	ca. 520 [33]	524	ca. 585 [33]	> 600	65	> 76
AlZn40Si	470 [34]	k. I.*	520 [34]	k. I.*	50	k. I.

* das Zink neigt stark zum Abdampfen und konnte nicht exp. bestimmt werden

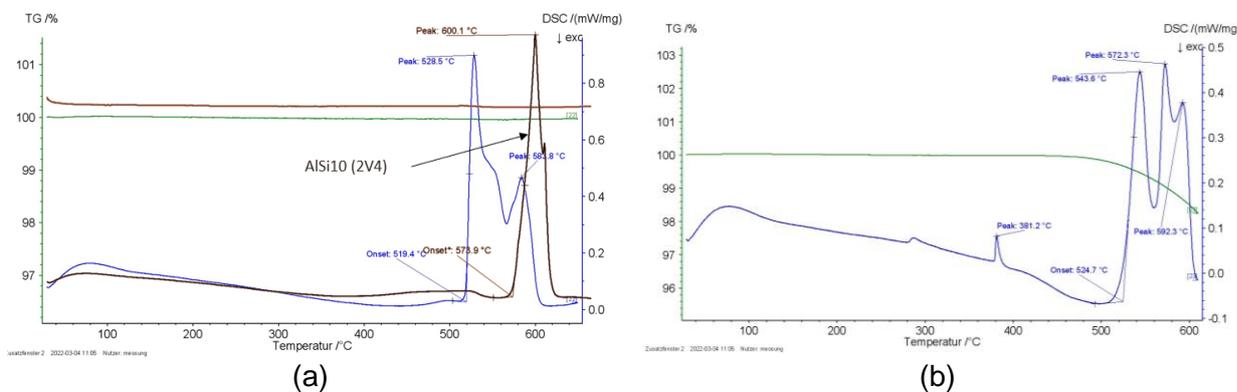


Abb. 16: Thermische Analyse gemahlener Aluminiumlegierungen zur Absenkung des Schmelzintervalls (a) AlCu10Si6,5 und 2V-4 AlSi10 und (b) AlZn24Si3,7.

4.2 Konsolidierung der Preformpulver durch Strangpressen (AP2)

Arbeiten: Die hergestellten Varianten der Preformpulver (vgl. Kap. 4.1) wurden für die beiden im Pulverstrangpressverfahren zu schäumbarem Preformprofilen (5 x 20 mm²) weiterverarbeitet. Die durch das Hochenergiekugelmahlen pro Charge zur Verfügung gestellten Mengen belaufen sich auf ca. 800 g. Für das Strangpressen in der am Fraunhofer IWU zur Verfügung stehenden Strangpressanlage ist diese Menge eigentlich zu gering, um das Verfahren unter stabilen Bedingungen zu betreiben. Nicht zuletzt durch die Unterstützung der Fa. Müller Engineering gelang die Verarbeitung dieser Kleinstmengen. Die Pulver wurden dazu mittels Al-Folie in zylindrische Kapseln mit Durchmesser 100 mm gebracht (**Abb. 17a+b**), anschließend auf 400 °C durchgewärmt und im Indirekt-Verfahren bei einer Rezipiententemperatur von 450 °C stranggepresst (**Abb. 17c+d**).

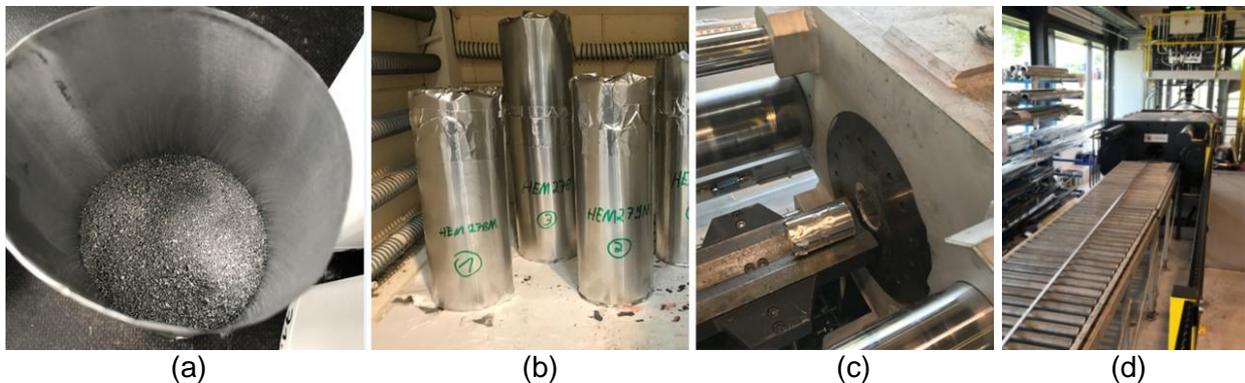


Abb. 17: Strangpressen von Preformpulver: (a) offene und (b) geschlossene Pulverkapseln, (c) Strangpressanlage am Fraunhofer IWU zum indirekten Pulverstrangpressen mit eingelegter Kapsel und (d) ausgepresster Strang

Den Pulverkapseln wurde pro Versuch eine Distanzscheibe beigelegt, um möglichst wenig Versuchsmaterial an den verfahrenstechnisch notwendigen Pressrest zu verlieren. Exemplarisch sind in **Abb. 18** die hergestellten Stangen auf Basis des Versuchsplans 1V dargestellt. Im weiteren Projektverlauf erfolgte die direkte Verarbeitung aller hergestellten Verbundpulver aus Kap. 4.1 im Strangpressverfahren mit der vorgestellten Methode und die Überführung von insgesamt 45 verschiedenen Verbundpulvern bzw. Pulvermischungen (Referenzmaterialien) in massive Stränge. Eine Variation von Strangpressparametern, war ursprünglich im Antrag vorgesehen, wurde jedoch auf Basis dichter und schäumbarer Halbzeuge, sowie in Rücksprache mit dem PA nicht weiter in den Fokus der wissenschaftlich technischen Untersuchung gerückt. Die überwiegend sehr guten Pressergebnisse legen nahe, dass einer guten Schäumbarkeit der Materialien – hierfür ist eine relative Dichte von mindestens 98,5 % [35] erforderlich – verdichtungsseitig nichts entgegenpricht. Stattdessen wurden Untersuchungen zur Absenkung des Schmelzintervalls sowie die Eignung von Komponentenpulvern betrachtet, was im Antrag nicht vorgesehen war, jedoch eine interessante und vom PA gewünschte Ausrichtung war.

Ergebnisse 1V: Alle Varianten konnten trotz der unterschiedlichen Pulverbeschaffenheit zu makroskopisch dichten Stangen gepresst werden, (vgl. **Abb. 18a+b**). Allerdings zeigte sich, dass sich die Variante mit 12 % zugemischten Silizium (1V-3B) an der Grenze des Prozessfensters befindet (vgl. **Abb. 18b**). Die lichtmikroskopischen Aufnahmen der gepressten Stangen (Variante 1V-5B) belegen eine deutlich inhomogenere Verteilung der Komponente Si und TiH_2 (**Abb. 21g**). Werden die Pulver sowohl als elementare Pulver als auch als Legierungspulver vermahlen ergibt sich eine nahezu gleichmäßige Dispersion der Komponenten (**Abb. 21h+i**).

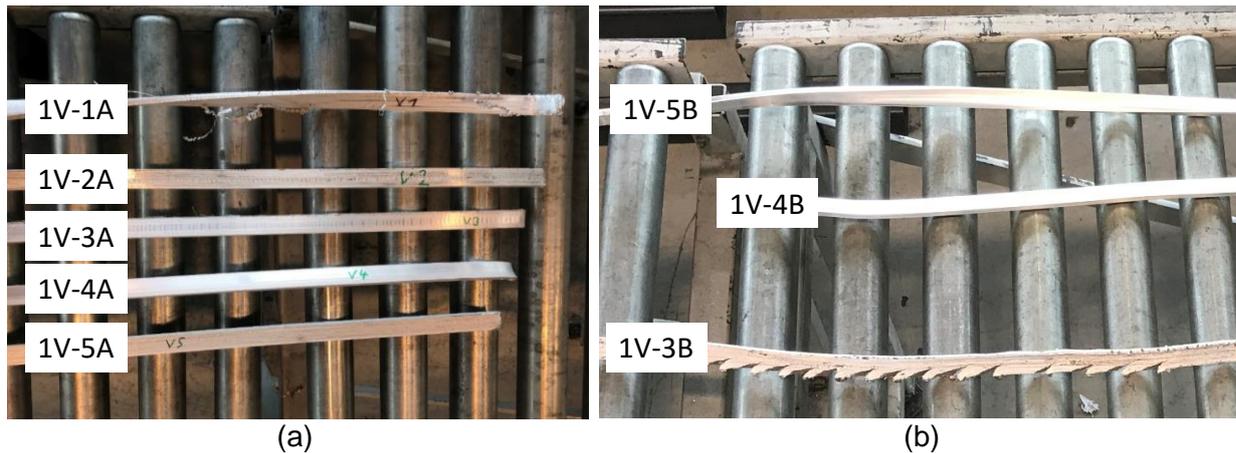


Abb. 18: Stranggepresste Profile der Preformpulver aus dem Versuchsplan 1V mit (a) $AlMgSi0.5$ -Basis und (b) $AlSi12$ -Basis.

Ergebnisse 2V: Alle Preformpulver des Versuchsplans 2V konnten problemlos zu Strängen verarbeitet werden. Die mikrostrukturellen Ergebnisse in Verbindung mit dem Schäumresultat sind der **Abb. 22** zu entnehmen. Auch diese Mikrostrukturaufnahmen zeigen deutlich, dass eine nahezu vollständige Verdichtung stattgefunden hat, was Ziel des Arbeitspunktes war.

Ergebnisse 3V: **Abb. 19** vergleicht beispielhaft die drei oben bereits beschriebenen, im Projekt erarbeiteten schäumbaren Sonderwerkstoffe mit den nur gemischten Referenzwerkstoffen gleicher chemischer Zusammensetzung.

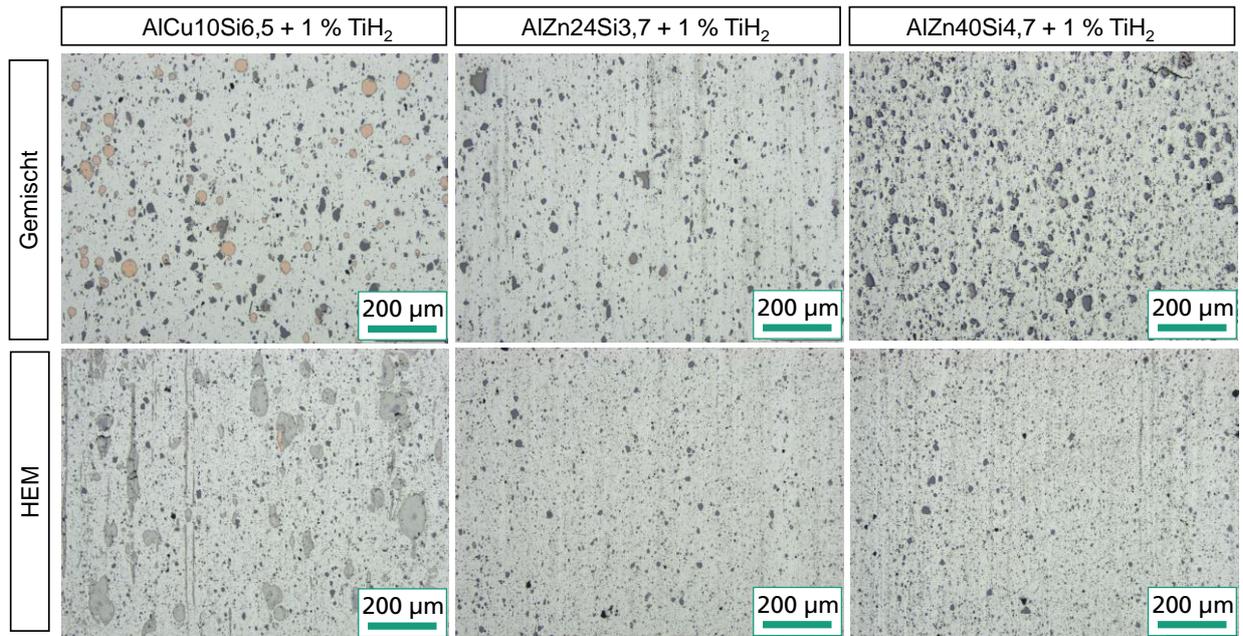


Abb. 19: Lichtmikroskopische Aufnahmen stranggepresster schäumbarer Halbzeuge jeweils aus 3V im gemahlene (HEM) und als Referenz im gemischten Zustand.

4.3 Schaumherstellung (AP3)

4.3.1 Komponenten vs. Legierungspulver (1V)

Arbeiten: Definierte Proben des stranggepressten Materials der Versuchsreihe 1V wurden mit einer offenen Acetylenflamme sowie unter definierten Bedingungen im Ofen bei 680 °C geschäumt. Mikroskopische und makroskopische Untersuchungen am Pulver-, Strang- und Schaumzustand wurden miteinander verglichen.

Ergebnisse: Die Porenstruktur im Ofen geschäumter Proben ist bei den gemahlten Varianten (**Abb. 21a-c**) erwartungsgemäß feiner und weist eine gleichmäßigere Verteilung auf, als es im Standardmaterial (**Abb. 20**) üblich ist. Die Unterschiede zwischen den ausschließlich gemahlten Varianten erscheinen marginal. Es ist aber zu berücksichtigen, dass das legierte Pulver in den hier gezeigten Vorversuchen eine deutlich größere Kornfraktion aufwies als das verwendete Reinaluminium. Die Verdoppelung der Mahldauer sollte dies kompensieren. Die lichtmikroskopischen Querschliffaufnahmen des Vormaterials (**Abb. 21h+i**) deuten die erfolgreiche Umsetzung an. Dennoch kann nicht zweifelsfrei belegt werden, dass die Komponentenvariante immer mindestens gleichwertige Schaumergebnisse hervorbringt. Hinzu kommen Unterschiede in der Verarbeitbarkeit, die durchaus die Wirtschaftlichkeit der Serienverwendung beeinflussen könnten. Um dies fundiert bewerten zu können, wurde entschieden, beide Varianten in den vorgesehenen Versuchsplanungen zu berücksichtigen.

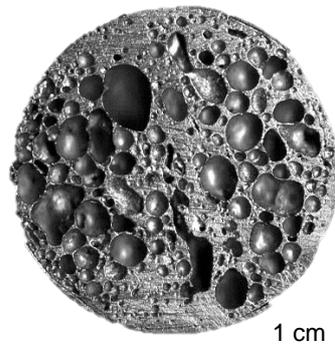


Abb. 20: Makroaufnahme einer geschäumten Referenzprobe (AlSi10 + 0,8 % TiH₂ gemischt)

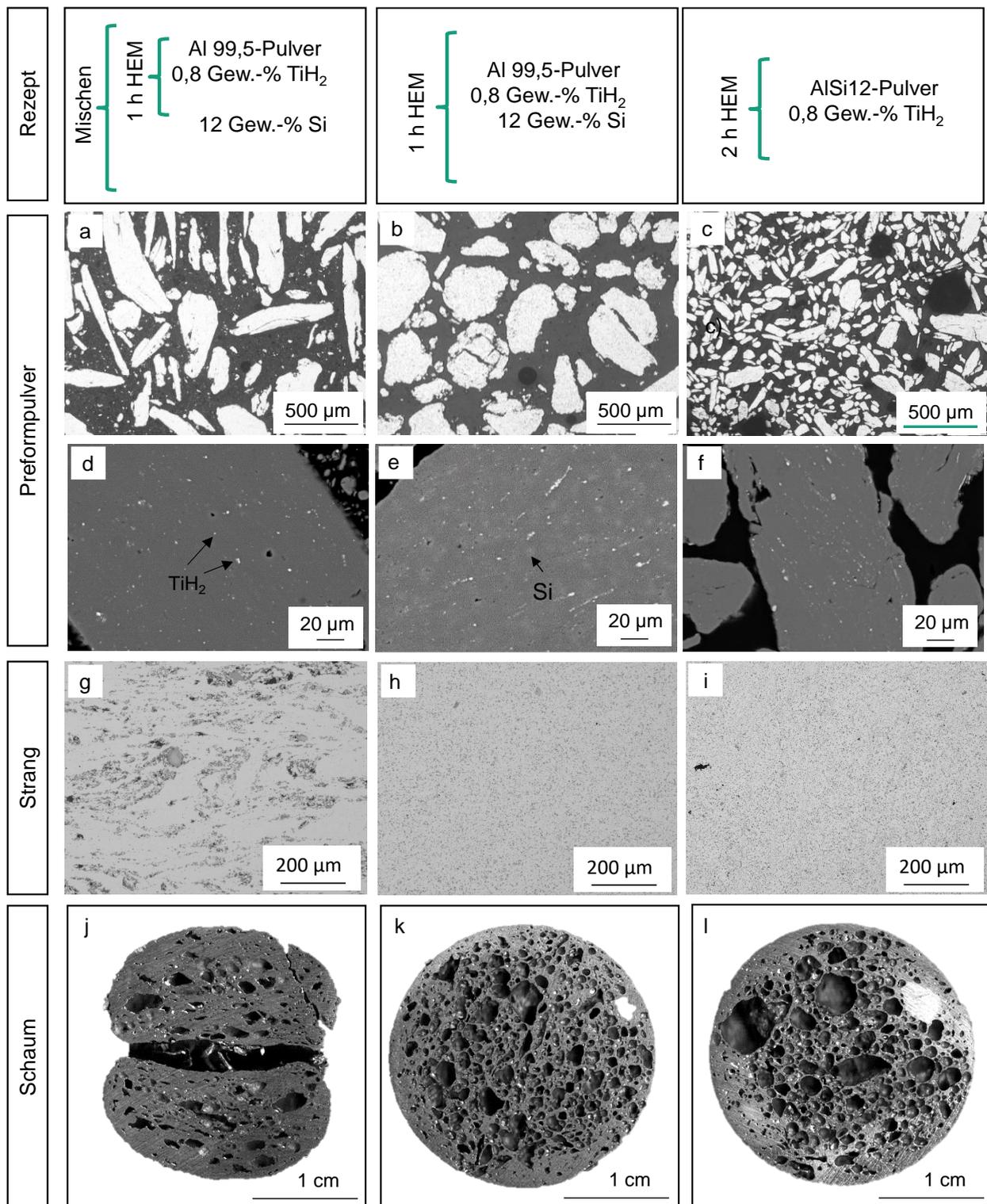


Abb. 21: Stadien der Versuchsdurchführung am Beispiel AlSi12,

- a–c: lichtmikroskopische Schliffaufnahmen der gemahlten Pulver
- d–f: rasterelektronenmikroskopische Schliffaufnahmen der gemahlten Pulver
- g–h: lichtmikroskopische Schliffaufnahmen der stranggepressten Halbzeuge
- j–l: Makroaufnahmen der im Ofen ($T_{\text{Ofen}} = 680 \text{ °C}$) geschäumten Proben

4.3.2 Schäumversuche zum DOE der Treibmittelverteilung (2V)

4.3.2.1 Schäumversuche mit Flamme ohne Form

Arbeiten: Stranggepresste Proben der Versuchsreihe 2V wurden mit einer offenen Ethinflamme geschäumt. Mikroskopische und makroskopische Untersuchungen am Pulver-, Strang- und Schaumzustand wurden miteinander verglichen.

Ergebnisse: Die in **Abb. 22** gezeigten Schaumproben in Gegenüberstellung zu den Halbzeugen, aus denen sie hergestellt wurden, vermitteln den Eindruck, dass die Differenzierung zwischen unterschiedlichen „HEM“-Proben marginal ist im Vergleich zum Ausgangsmaterial. Die Werkstoffe resultieren aus dem Versuchsplan 2V, der in erster Linie der Charakterisierung des Mahlverhaltens diente, so dass alle zum Weiterverarbeiten zur Verfügung stehenden Zustände 150 min gemahlen wurden (relativ lange). Das Aufschäumen mit Flamme gelingt zuverlässig und reproduzierbar, die Übertragbarkeit der feinporigen Struktur auf Ofenprozesse, wird aber mit zunehmender Probengröße schwieriger. Als Ursache wird die Verschiebung der Zersetzungstemperatur des HEM-zerkleinerten TiH_2 vermutet (vgl. 4.1.2) bzw. **Abb. 10**.

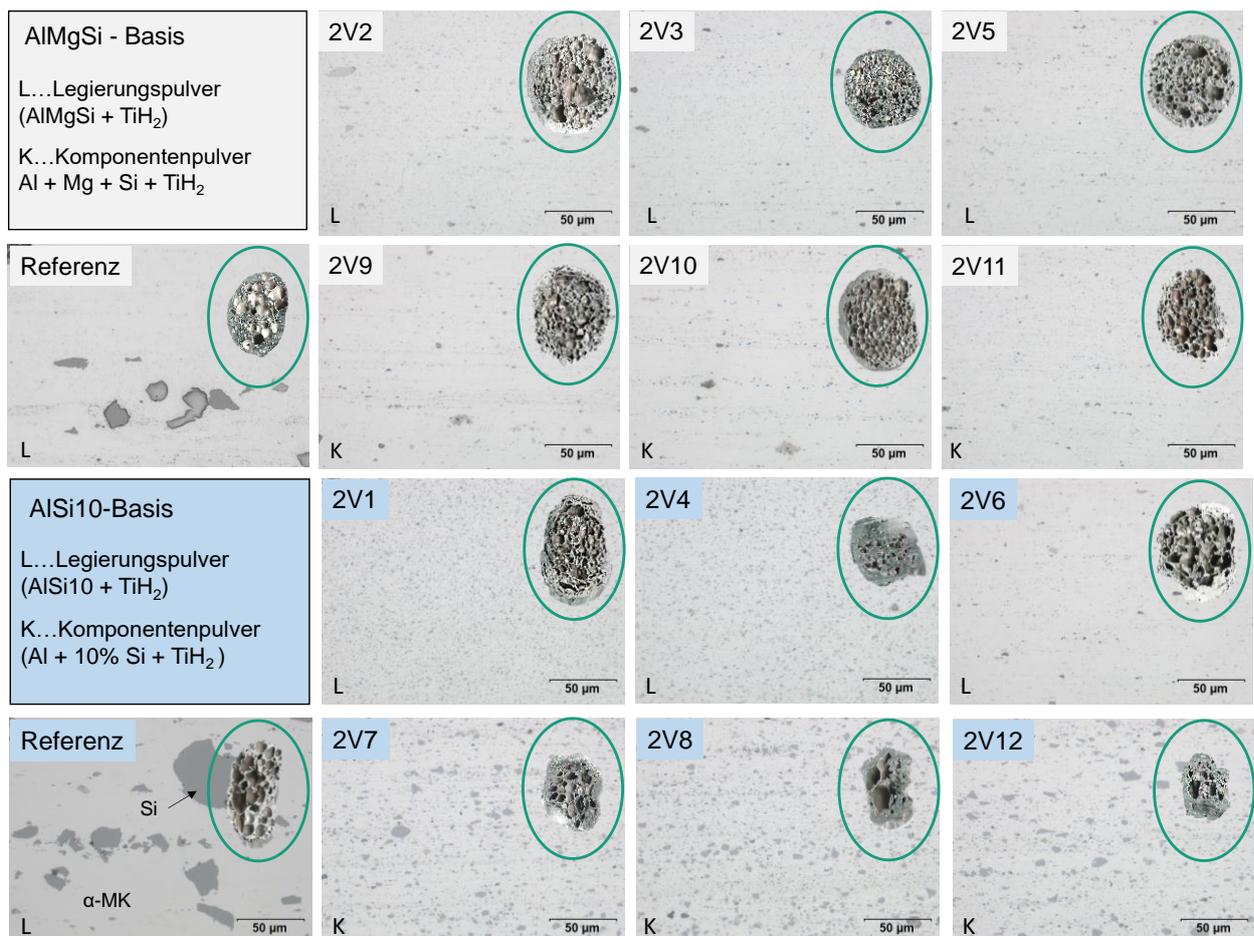


Abb. 22: Lichtmikroskopische Aufnahmen stranggepresster schäumbarer Halbzeuge (\varnothing 8 mm) der 2V-Reihe (grau AIMgSi; blau AlSi10, Mahldauer 2,5 h; übrige Parameter: vgl. **Tab. 4**) und zugehörige Schaumstruktur nach Schäumung mit Ethinflamme, Referenz oben (AIMgSi): auf 8 mm umgepresstes AIMgSi-Standardmaterial), Referenz unten (AlSi10): auf 8 mm umgepresstes AlSi10-

Standardmaterial); grünes Oval entspräche einer Expansion um Schäumfaktor 5.

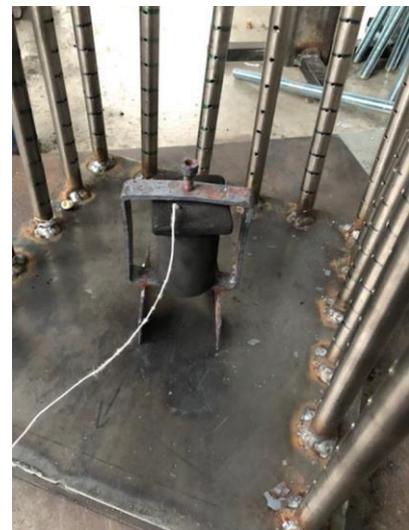
Die Schmelztemperaturen der Legierungen AlMgSi und AlSi10 passen nunmehr weniger gut zur Zersetzungstemperatur des Treibmittels. Hohe Aufheizraten, wie beim Schäumen mit Flamme, verschieben die Zersetzung zu höheren Temperaturen, so dass der Effekt dort weitgehend kompensiert wird. Bei langsamer Aufheizung, wie sie etwa bei Ofenprozessen stattfindet, entweicht der Wasserstoff aber z. T. vorzeitig durch ein sich bildendes Rissnetzwerk und die Schaumbildung wird gestört. Abhilfe soll die Anpassung der Schmelztemperatur bringen, für die mehrere unterschiedliche Legierungen evaluiert werden.

4.3.2.2 *Schäumversuche im Laborofen mit unterschiedlichen Temperaturregimes und unterschiedlichen Formen*

Arbeiten: Die Herstellung von definierten Probenformen mittels Kokille wurden überwiegend mit dem in **Abb. 23a** gezeigten Laborofen (Fa. Linn High Term) hergestellt. Es wurde entweder ohne Form, aber überwiegend mit formgebenden Kokillen (beispielhaft ebenfalls abgebildet) geschäumt. Dabei kann die Form wie in **Abb. 23b** kraftschlüssig verschlossen werden oder aber offen gelassen bzw. lediglich mit dem Graphitdeckel abgedeckt werden. Für die entstehende Schaumstruktur hat sich dieser Unterschied, insbesondere für die untersuchten gemahlene schäumbaren Materialien, als relevant herausgestellt.



a)



b)

Abb. 23: *Equipment für Ofen-Schäumversuche im Laborofen: (a) Laborofen für Schäumversuche, (b) Graphitkokille (hier $\varnothing 35 \times 60 \text{ mm}^2$).*

Ergebnisse: Typisch für alle gemahlene schäumbaren Chargen, deren Schäumverhalten im Schäumofen evaluiert wurde ist, dass eine kritische Ofentemperatur existiert (die Aufheizrate ist bestimmender Parameter) unterhalb dieser das Aufschäumen nicht oder nur mäßig einsetzt. Diese Temperatur liegt meist deutlich oberhalb des vergleichbaren Standardmaterials. Sie schwankte zum Teil auch nachweisbar zwischen repetitiven Chargen, aber nicht innerhalb einer

Charge. **Abb. 24a+b** veranschaulicht dies am Beispiel zweier analog hergestellter Chargen. Ein ähnliches Schäumergebnis konnte mit der Wiederholungscharge nur bei signifikant höheren Temperaturen erreicht werden. Die Charge aus **Abb. 24b** zeigte bei einer Ofentemperatur von 680°C lediglich ein minimales Aufquellen. In der **Abb. 24c** ist zum Vergleich das Schäumergebnis, dass mit analogen Ausgangsmaterialien aber ohne HEM durch Mischen hergestellt wurde.

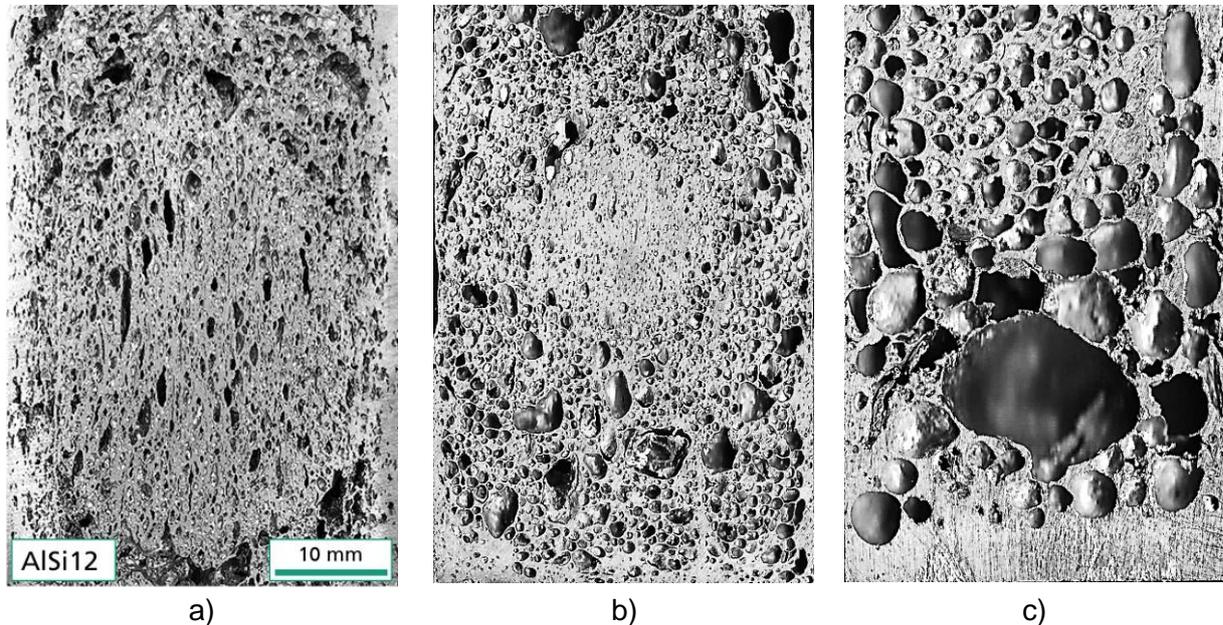


Abb. 24: AlSi12-Schaumbroben aus unterschiedlichen Chargen und ungemahlene Referenz (hergestellt durch Mischen + Strangpressen):
a) Charge A bei $T_{\text{Ofen}} = 680 \text{ }^{\circ}\text{C}$
b) Charge B bei $T_{\text{Ofen}} = 740 \text{ }^{\circ}\text{C}$
c) Referenz bei $T_{\text{Ofen}} = 740 \text{ }^{\circ}\text{C}$ (ohne HEM).

Das per se trägere Schäumverhalten kann vermutlich auf die Existenz von kleinen oxidischen und karbidischen Phasenbestandteilen, eingetragen durch die beim Mahlen verwendete Luft und den PCA (Stearinsäure), erklärt werden. Der Unterschied zwischen analog hergestellten Phasen wurde noch nicht zufriedenstellend verstanden und muss im Nachgang vor einer industriellen Verwertung noch gezielt untersucht werden. Ein Effekt der sowohl beim Schäumen mit Flamme, als auch bei der Herstellung von dreidimensionalen Proben im Ofen beobachtet wurde, ist die höhere Stabilität des Schaumes. Sie führt dazu, dass eine zu lange Wärmebehandlung, die normalerweise zu starker Koagulation der Poren und Drainageeffekten (Ablaufen der Schmelze an den Zellwänden) führt, deutlich länger stabil ist. Für die Schaumherstellung von großen Sandwichplatten oder komplexer Geometrie, könnte dies eine nennenswerte Verbreiterung des Prozessfensters bedeuten bzw. Teilegrößen und Geometrien ermöglichen, die bisher nicht herstellbar sind. **Abb. 25** verdeutlicht die Auswirkungen einer zu langen Wärmebehandlung auf die Schaumstruktur bei der Verarbeitung von schäumbarem AlSi10-Standardmaterial und einer hochenergiegemahlene AlSi10-Charge im Vergleich. Das Standardmaterial (**Abb. 25a**) zeigt bei der gewählten Temperatur von 680 °C zunächst ein deutlich größeres Expansionsverhalten, die

zu lange Wärmebehandlung führt aber zu Koagulation und starken Drainageeffekten, die sich aufgrund der Schwerkraft anhand der Verdichtung im unteren Bereich der Probe zeigen. Die HEM-Probe (**Abb. 25b**) schäumt bei 680 °C nur mäßig, die Koagulation und Drainageeffekte sind aber deutlich geringer.

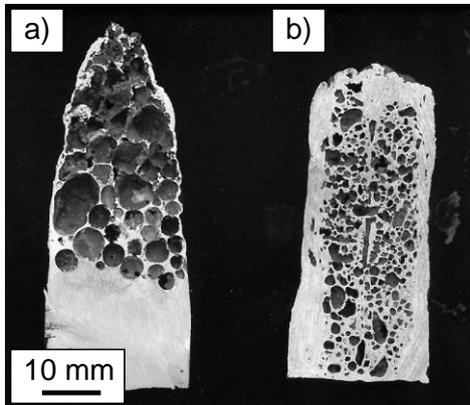


Abb. 25: AISi10-Schaumproben nach 20 min bei 680 °C Ofentemperatur: a) Standard, b) HEM.

Einige der nachfolgenden Kapitel bauen auf im Schäumofen hergestellten Proben auf und erhalten weitergehende Ergebnisse.

4.3.2.3 Schäumversuche im Schäumexpandometer des PA-Partners (HMF)

Arbeiten: Die beschriebene Kompensation des Zersetzungspunktes durch höhere Heizraten kann anhand von Versuchen in einer eigens dafür entwickelten Versuchseinrichtung „Schäumexpandometer“, **Abb. 26a**, (Hersteller: slovak academy of sciences) veranschaulicht werden, indem das Expansionsvermögen mit der Heizrate in ungewöhnlichem Maß ansteigt, **Abb. 26b**.

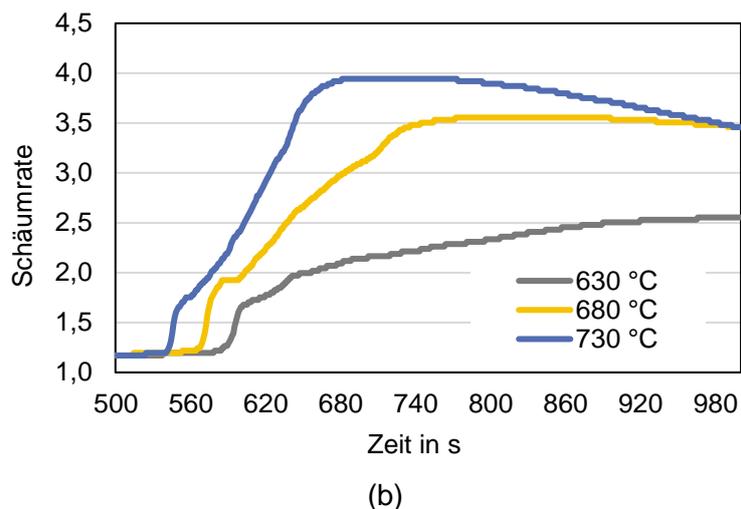
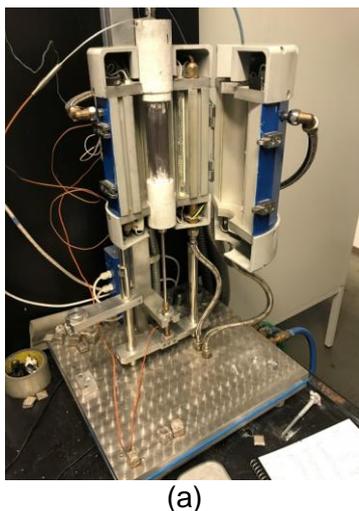


Abb. 26: Schäumversuche im Schäumexpandometer: (a) Schäumtester, (b) Schäumrate in Abhängigkeit der Heizrate (repräsentiert durch die Kokillentemperatur des Schäumtesters); Material AISi12 + 0,8 Gew.-% (gemahlen aus elementaren Pulvern).

Ergebnisse: Nach den Methoden der statistischen Versuchsplanung durchgeführte Schäumtestversuche an der Versuchsreihe 2V (**Tab. 4**, alle mit 150 min Mahldauer) verdeutlichen, dass das Expansionsvermögen nicht nur wie zu erwarten mit steigendem Treibmittelgehalt zunimmt, sondern auch mit steigendem PCA-Gehalt abnimmt, **Abb. 27**. Der Effekt kann vermutlich auf die Einlagerung der durch den PCA (Stearinsäure) entstehenden oxidischen und karbidischen Reaktionsprodukte zurückgeführt werden. Derartige Kleinstphasen erhöhen die Viskosität der Schmelze, verringern damit die Dynamik beim Schäumen und dadurch das Expansionsvermögen. Andererseits können sie, aus dem gleichen Grund zur Stabilisierung einmal entstandener Schaumstrukturen beitragen, Drainageeffekte werden gehemmt.

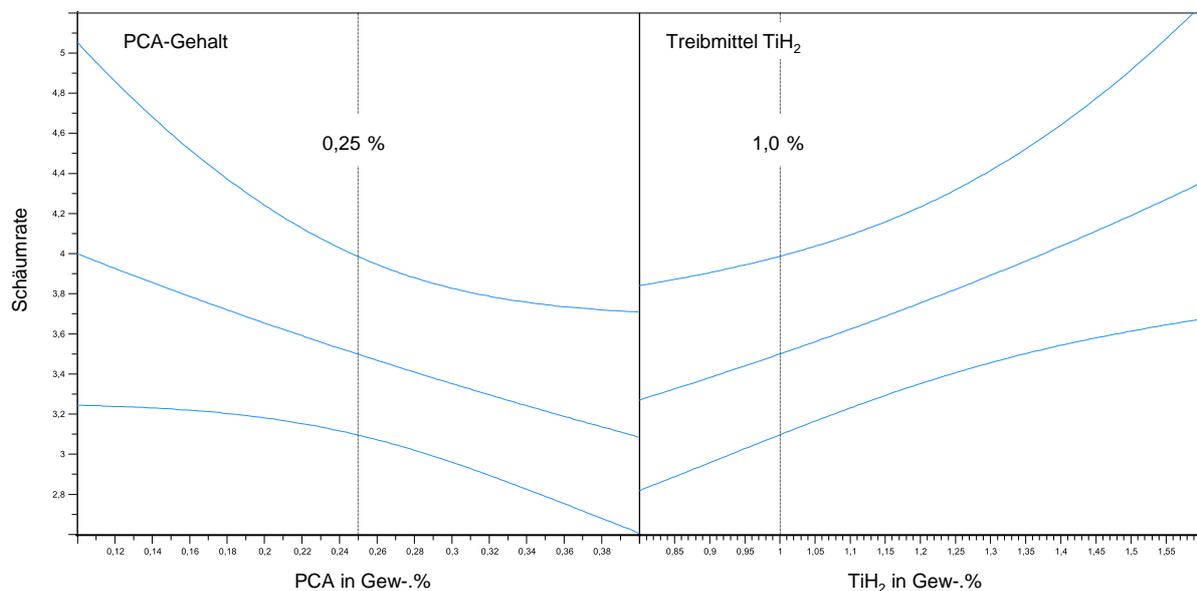


Abb. 27: Predicted Response Graphen, welche die bei Schäumtestversuchen ermittelten Abhängigkeiten von den beiden als signifikant evaluierten Einflussgrößen PCA- und Treibmittelgehalt veranschaulichen.

4.3.3 Schäumversuche mit angepasster Legierung

Arbeiten: Die hierzu durchgeführten Versuchsreihen dienen dazu der in Kapitel 4.1.2 beschriebenen Fehlanpassung zwischen Zersetzungspunkt des feingemahlten Treibmittels und der Schmelztemperatur der Legierung zu begegnen. Dazu wird durch Zugabe von schmelzpunktabsenkenden Legierungselementen wie Cu und Zn zusätzlich zum Si der Schmelzpunkt der Legierung abgesenkt. Die Zugabe erfolgte in Pulverform, durch mechanisches Legieren parallel während des HEM zur TiH₂-Eintragung. Damit kann die Verschiebung der Solidustemperatur erreicht werden. Es wurden mehrere Versuchsreihen zur Herstellung sequenziell durchgeführt. Dabei wurden insgesamt drei verschiedene Legierungen jeweils mehrfach unter unterschiedlichen Herstellungsbedingungen zu schäumbarem Strangmaterial verarbeitet. Die Stränge der Versuchsreihe 3V wurden mit der Flamme geschäumt und anschließend getrennt.

Um die Ergebnisse zu bewerten, wurden zunächst mittels DSC die Schmelzbereiche der Legierungen erstellt und dann sowohl Schäumversuche mittels Flamme als auch im Schäumofen mit Form hergestellt und ausgewertet.

Ergebnisse: Die Schmelzpunktabenkung konnte wie gewünscht erreicht werden (**Tab. 6**). Zu berücksichtigen ist, dass im Gegensatz zur naheutektischen Legierung AlSi10 und zur eutektischen Legierung AlSi12, breite Schmelzbereiche vorhanden sind.

Tab. 6: Schmelzbereiche der pulvermetallurgisch hergestellten Legierungen mit niedrigerem Schmelzpunkt, ermittelt anhand von DSC-Messungen.

Legierung	Ts (°C)	TL (°C)	ΔT (°C)
AlCu10Si6,5	521,3	581,8	60
AlCu10Si9,5	521,5	568,5	47
AlZn24Si3,7	520	585	65
AlZn40Si4,7	470	520	50

Schäumversuche

Die Versuche mittels offener Flamme sind zum Teil vielversprechend, aber es zeigt sich bereits, dass nicht alle schäumbaren Materialien wie gewünscht funktionieren (**Abb. 28**). Insbesondere bei den Schäumversuchen im Ofen entsteht nur zum Teil die gewünschte HEM-Schaum-Struktur (**Abb. 30**). Insgesamt entsteht der Eindruck, dass ein schmaler Schmelzbereich (zwischen Solidus und Liquidus) günstiger ist für die Entstehung dieser Struktur.

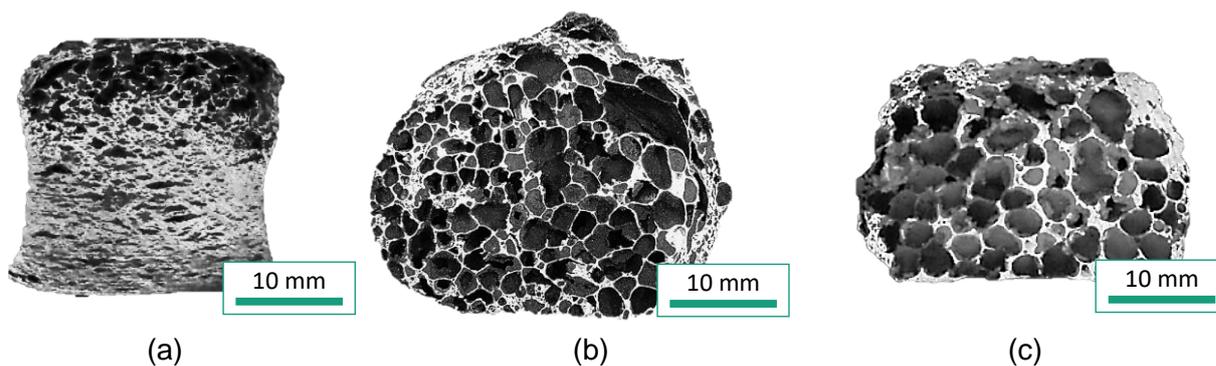


Abb. 28: Makroskopische Aufnahmen mittels Flamme geschäumter stranggepresster Halbzeuge aus gemahlener (HEM) Legierung mit abgesenkter Schmelztemperatur (a) AlCu10Si6,5, (b) AlZn24Si3,7 und (c) AlZn40Si4,7 mit 1,0 % TiH₂.

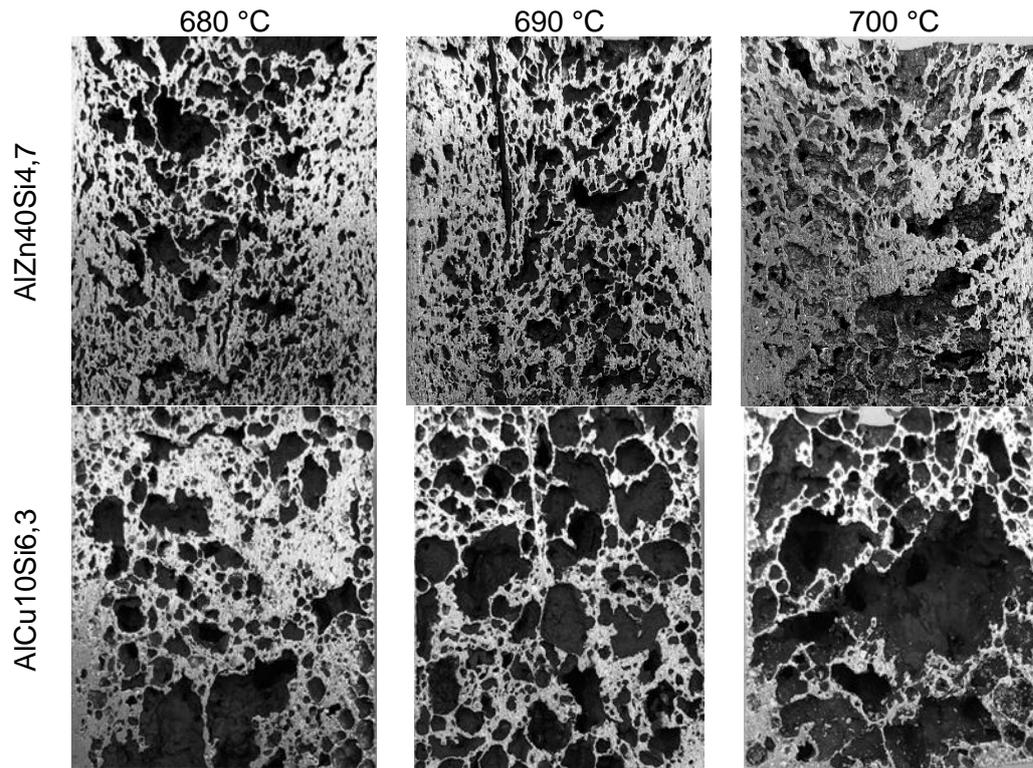


Abb. 29: Makroskopische Aufnahmen mittels im Ofen bei unterschiedlichen Temperaturen geschäumter, stranggepresster Halbzeuge aus gemahlener (HEM) Legierungen mit abgesenkter Schmelztemperatur.

4.4 Mikrostrukturelle Charakterisierung (AP4)

4.4.1 TiH₂-Verteilung

Arbeiten: Zur Beurteilung der Verteilung von TiH₂ im Pulver und Strang wurden die Materialien eingebettet und materialografisch wasserfrei präpariert. Bei Legierungen ist es schwierig eine zweifelsfreie Unterscheidung zwischen den Legierungselementen und Treibmittelkomponente zu gewährleisten. Zu diesem Zweck wurden ausgewählte Proben im Rasterelektronenmikroskop (REM) mit Rückstreuелеktronendetektor (RE) untersucht. Elemente mit großen Ordnungszahlunterschieden können mit der Methode kontrastreich dargestellt werden. Das TiH₂ erscheint deutlich heller als Al oder Si oder Mg, **Abb. 30a**. Auf Basis dieser Aufnahmen wurde eine quantifizierbare Größe für die Qualität der Verteilung des Treibmittels in dem gemahlene Matrixpulver erarbeitet und erprobt, welche auf einer Arbeit zur Beurteilung von Verstärkungspartikel in Verbundwerkstoffen basiert [31]. Dabei wird ein mikroskopisches Bild in Quadrate zerlegt und die in jedem Quadrat befindlichen Partikel gezählt und daraus ein Homogenitätsparameter (β) ermittelt, **Gl. 1**.

$$\beta = \frac{q}{(q-1)(q-2)} \sum \left(\frac{N_{q,i} - \bar{N}_q}{\sigma} \right)^3 \quad \text{Gl.1}$$

- q Anzahl an Quadraten
- $N_{q,i}$ Anzahl an Partikeln im Quadrat
- \bar{N}_q Mittlere Anzahl der Partikel in den Quadraten
- σ Standardabweichung von \bar{N}_q

Wie beschrieben erscheinen die TiH₂-Partikel hell in der dunklen Al-Matrixlegierung. Mit einer Bildverarbeitungssoftware (verwendet: Image J) können diese Punkte extrahiert und digitalisiert werden, **Abb. 30b**. Dies ermöglicht eine weitere Auswertung mit einem Tabellenkalkulationsprogramm (verwendet: Microsoft Excel) und die Berechnung des β -Wertes, **Abb. 30c**. Je geringer dieser β -Wert ist, desto homogener ist die Komponente in der Matrix verteilt.

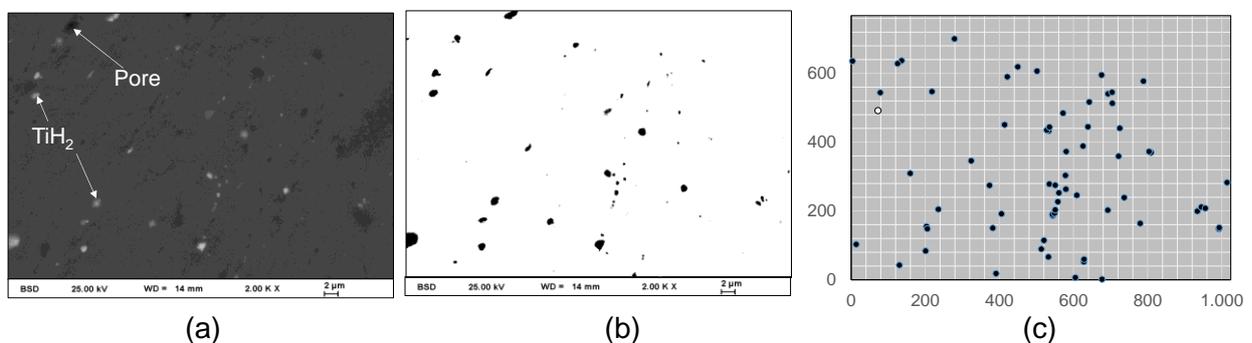


Abb. 30: Digitalisierung von TiH₂-Partikeln in einer Aluminiummatrix: (a) REM-Bild (RE-Kontrast) mit hellem TiH₂, (b) S/W-Trennung von TiH₂ in ImageJ durch Schwellenwert 170, (c) Übertragung der x-y-Koordinaten in ein quadratisch geteiltes Diagramm.

Ergebnisse: An der gemahlene Variante 2V-1 wurden verschiedene Einstellungen (Quadratanzahl, Vergrößerung, Mahldauer) vorgenommen, um den Einfluss dieser auf den β -Wert zu untersuchen. Zusammenfassend können folgende Ergebnisse festgehalten werden:

Quadrate: Mit steigender Anzahl der Quadrate steigt der β -Wert (**Abb. 31a**)

Vergrößerung: Mit steigender Vergrößerung steigt der β -Wert (**Abb. 31b**).

Mahldauer: Bei steigender Mahldauer sinkt der β -Wert unabhängig von der gewählten Vergrößerung, **Abb. 31c**. Für die Auswertung des Versuchsplans wurde eine Vergrößerung von 1500-fach und 600 Quadrate gewählt.

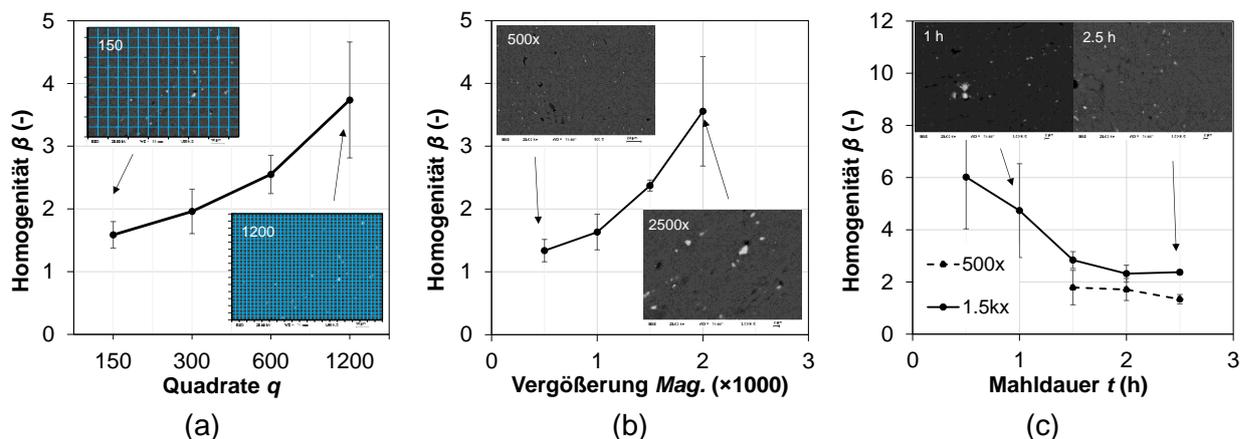


Abb. 31: Verteilung (β) von TiH_2 (0,8 Gew.-%) in HEM-Pulver aus AlSi10: (a) Einfluss der Quadrat-Anzahl ($t=2,5$ h, Mag. 1000x), (b) Vergrößerung von REM-Bildern ($t=2,5$ h, $q=600$), (c) Mahldauer bei verschiedenen Vergrößerungen ($q=600$).

Im direkten Vergleich einer gemischten und gemahlene Variante aus AlSi10 und 0,8 Gew.-% TiH_2 nach dem Strangpressen zeigt sich der deutliche Unterschied in der Verteilung der Partikel im Querschnitt bei Betrachtung der Proben im Rasterelektronenmikroskop, **Abb. 32a+b**. Über die beschriebene Quantifizierungsmethode können für beide Legierungssysteme eine deutliche Verbesserung des β -Wertes durch das Mahlen nachgewiesen werden. Bei der Basis AlSi10 sinkt der Wert von 4,6 auf 1,0 und bei AlMgSi von 6,9 auf 0,7.

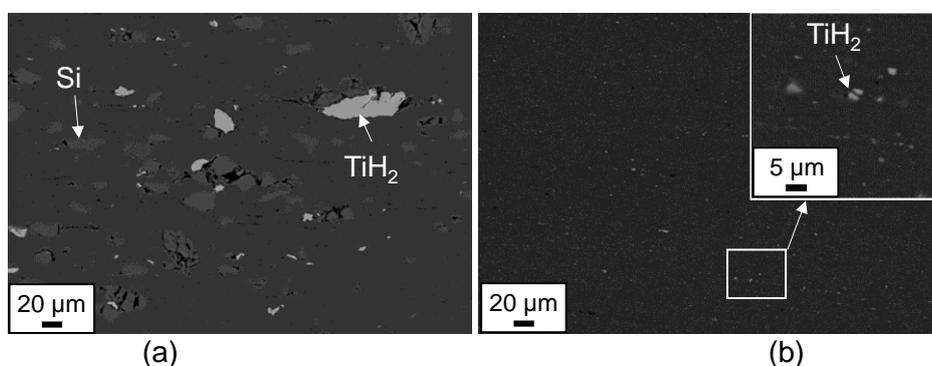


Abb. 32: REM-Aufnahme (RE-Kontrast) einer von stranggepresstem AlSi10 mit TiH_2 (0,8 Gew.-%): (a) Pulver gemischt, (b) HEM-Gemahlen (2V1).

Neben diesem Parameter können aber auch die mittlere Partikelfläche und der mittlere Durchmesser ermittelt werden. Beide Werte werden signifikant kleiner durch die Prozessroute über den Mahlprozess (HEM), **Tab. 7**.

Tab. 7: Quantifizierung der TiH_2 -Teilchen im stranggepressten Material (REM mit Vergrößerung 250-fach und $q=600$)

Preformmaterial	Mittl. Fläche / μm^2	Mittl. Durchmesser / μm	Verteilung β / -
AlMgSi (Mix)	120.73 \pm 33.43	12.4 \pm 6.52	6.91 \pm 1.70
AlMgSi (HEM)	0.63 \pm 0.10	0.89 \pm 0.35	0.71 \pm 0.18
AlSi10 (Mix)	30.57 \pm 10.38	6.24 \pm 3.63	4.61 \pm 1.10
AlSi10 (HEM)	0.57 \pm 0.18	0.86 \pm 0.47	1.05 \pm 0.13

4.4.2 Charakterisierung der Porengröße

Arbeiten: Ein weiterer bedeutsamer Aspekt der Charakterisierung ist die Ermittlung der Porengröße im Schaum. Auch hier ist eine Quantifizierung schwer und bisher durch kein genormtes Verfahren definiert. Häufig unterliegt sie einer subjektiven Einschätzung. Um für die Versuchspläne eine quantifizierbare Größe zu ermitteln, wurden ein Vorgehen erarbeitet, welches die Bestimmung eines mittleren Porendurchmessers erlaubt. Die geschäumten Proben wurden in der Richtung senkrecht zur Ausdehnungsrichtung (Extrusionsrichtung) getrennt. Die nun sichtbaren offenen Poren in diesem Querschnitt wurden mit schwarzem Harz ausgefüllt und dann geschliffen, damit sich die Zellwände deutlich von den Poren abheben. Die Schliffe wurden mit einem Dokumentenscanner (Auflösung: 1200 dpi) aufgenommen, **Abb. 33a** und anschließend mit der Software ImageJ (Version 1.53f51) weiterverarbeitet. Die Aufnahme wird in ein 8-Bit-Bild umgewandelt und anhand eines im Bild befindlichen Maßbalkens, die Länge für ein Pixel bestimmt (1 Pixel = 9,4 μm). Die Segmentierung der Zellwände erfolgte mit Hilfe der morphologischen Segmentierung (MorphoLib-Plugins) auf Basis einer Wasserscheiden-transformation. Die „Dämme“ wurden bei der Segmentierung mit der Option „Border Image“ und einer Toleranz zwischen 30 und 50 erstellt (**Abb. 33b**). Das Ergebnis wird als Wasserscheiden-Linien für die weitere Analyse in ImageJ angezeigt, (**Abb. 33c**). Das Bild wird invertiert und die Porengröße in einem repräsentativen Bereich analysiert. Der Feret-Durchmesser und die Fläche der Poren werden mit der Funktion "Partikel analysieren" bestimmt.

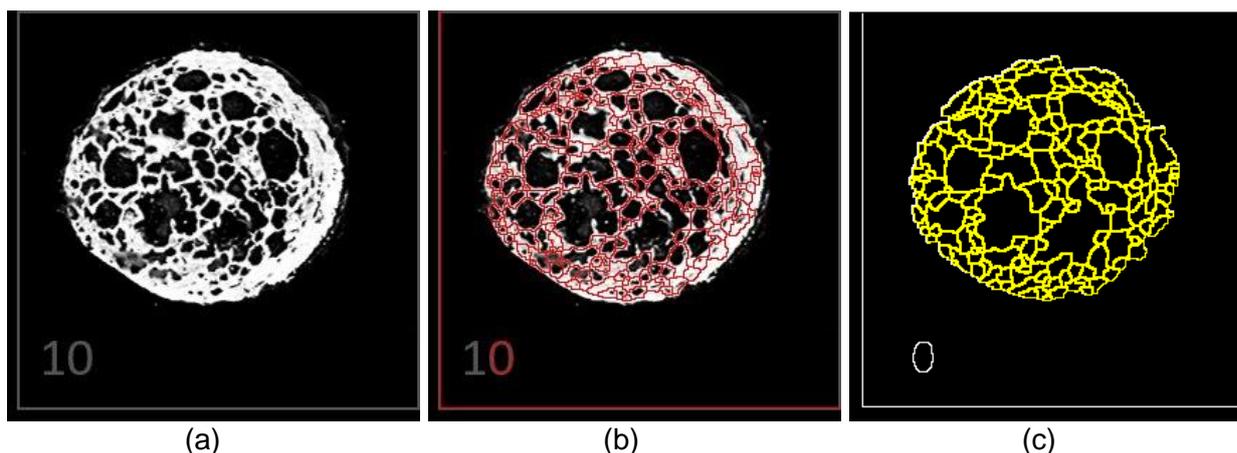


Abb. 33: Segmentierung von Schaumquerschnitten: (a) Bildscan mit 1200 dpi (grauer Rahmen = 30 mm); (b) Wasserlinien nach morphologischer Segmentierung mit ImageJ (Boarder Image, Toleranz 50); (c) maskierte Poren.

Ergebnisse: Das Vorgehen kann verwendet werden, um quantitative Aussagen über die Porengröße der Schäume zu erhalten. Hier sind exemplarisch ein Vergleich mittels Flamme geschäumter Proben einer gemischten und gemahlene Pulvervariante auf Basis von AlSi10 und AlMgSi gezeigt, (**Abb. 34**). Eine Auswertung der segmentierten Bereiche (Poren), welche in der Abbildung gelb umrandet, sind belegen die subjektive Einschätzung einer tendenziell geringen Porengröße bei HEM gemahlene Varianten. In der **Tab. 8** sind der Feret-Durchmesser der segmentierten Flächen sowie die Anzahl dieser angegeben. Zum Teil ist es erforderlich Bereiche auszuschließen, die segmentiert wurden, aber an dessen Stellen keine Poren vorhanden sind. Die Methode weist noch zahlreiche Schwächen auf und bedarf einer Weiterentwicklung.

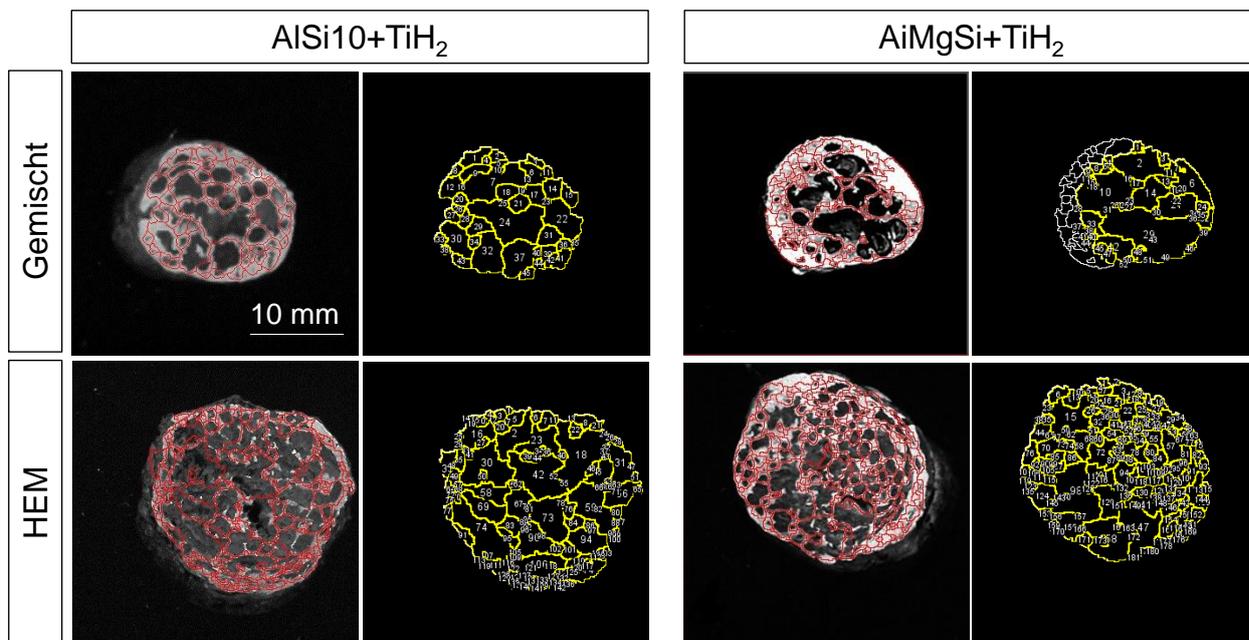


Abb. 34: Quantifizierung des Porendurchmessers an Schaumproben aus unterschiedlichen Herstellungsrouten.

Tab. 8: Quantifizierung der Porengröße aus **Abb. 34**.

Preformmaterial	Porenanzahl	Feret-Durchmesser / mm
AlMgSi (Mix)	52	1.89
AlMgSi (HEM)	78	1,79
AlSi10 (Mix)	45	2.53
AlSi10 (HEM)	142	1.76

Es muss jedoch erwähnt werden das zahlreiche Faktoren das Ergebnis beeinflussen und daher der Wert nur als Näherung betrachtet werden kann.

- 2-dimensionale Darstellung der Pore
- Verlauf der Zellwände und Abgrenzung von Poren nicht immer eindeutig
- Segmentierung abhängig von Qualität der Probe und Einstellungen des Benutzers
- Anzahl der untersuchten Proben
- gewählter Auswertungsbereich

4.5 Herstellung von Halbzeugen für die mechanische Prüfung und Analyse ausgewählter Eigenschaften (AP5)

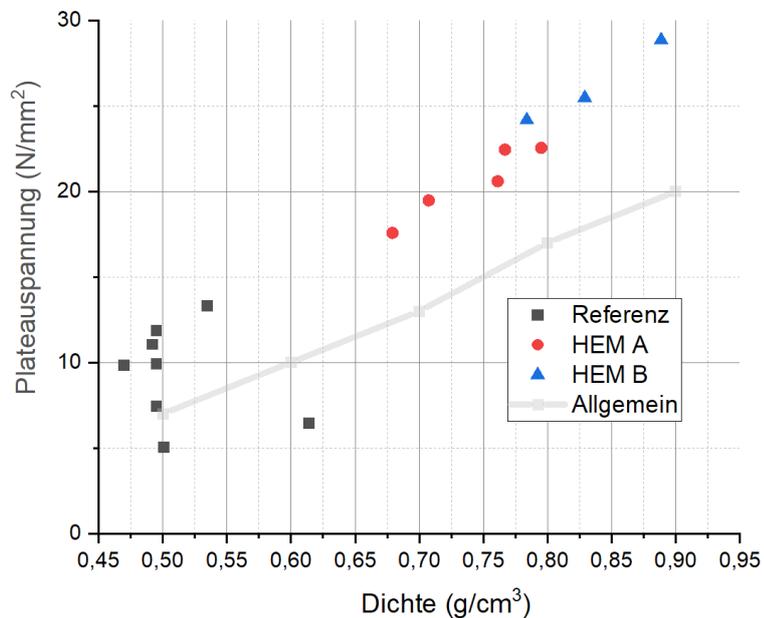
Arbeiten: Die Herstellung der Druckproben in Anlehnung an die DIN 50134 erfolgte aufgrund der in den vorangegangenen Kapiteln beschriebenen Erkenntnisse, auf Basis von niedrigschmelzenden AlSi-Legierungen. Es wurden HEM-Druckproben einer Aluminium-Silizium-Legierung mit 10 Gew.-% Si und 1,2 Gew.-% TiH₂ (Typ A) sowie einer Aluminium-Silizium-Legierung mit 12 Gew.-% Si und 1,0 Gew.-% TiH₂ (Typ B) verwendet. Die Mahldauer betrug nur 30 min. Für die Referenzproben wurde übliches schäumbares AlSi10-Material mit 0,8 Gew.-% TiH₂ verwendet. Es wurden jeweils Proben der Abmessungen D35 X 60 mm³ durch Schäumen in einer Graphitform bei 715-730 °C hergestellt, die durch spanende Bearbeitung zu Prüfkörpern der Abmessung D30 x 50 mm³ weiterverarbeitet wurden. Die Abmessungen liegen damit im Rahmen der Vorgaben der DIN 50134 sind aber etwas kleiner als die gegebene Empfehlung. Es kann insbesondere bei den Referenzproben mit größerer Porenstruktur nicht garantiert werden, dass stets eine Porenanzahl > 10 in allen räumlichen Probenausdehnungen vorliegt. Im Zusammenhang mit der Zielstellung des AP stellt dies im direkten Vergleich kein Problem dar, denn der zu erwartende Unterschied zwischen homogener, feinskaliger Porenstruktur und inhomogener, grober Porenstruktur wird mit zunehmendem Abmaß der geprüften Struktur wieder verschleiert. Die bei der Herstellung entstehende Schaumhaut wurde, wie in DIN 50134 gefordert, bei allen Proben entfernt (**Abb. 35a**). Die Druckversuche wurden mit einer Universalprüfmaschine Zwick

1475 (100 kN) mit gestaffelter Geschwindigkeit gemäß Norm ($\leq 5\%$: 0,00011 1/s; $\leq 70\%$: 0,0011 1/s) durchgeführt.

Ergebnisse: In der **Abb. 35b** sind die in den Druckversuchen erreichten Plateauspannungen in Abhängigkeit von der Dichte dargestellt. Die Ergebnisse zeigen, dass die Plateauspannung wie üblich mit zunehmender Dichte ansteigt und bei den Herstellungsrouten und Materialvarianten unterschiedliche Dichtewerte erreicht werden. Die HEM-prozessierten Proben haben allgemein eine höhere Dichte im Bereich zwischen 0,7 und 0,9 g/cm³, während die mit Standardmaterial hergestellten um den Wert 0,5 g/cm³ pendeln. Die Ursache liegt vor allem in der hohen Ofentemperatur, die gleich gewählt wurde, um auch das Schäumverhalten differenzieren zu können. AlSi10-Standardmaterial entwickelt unter diesen Bedingungen aber eine so hohe Dynamik, dass die Herstellung von Proben geringer Dichten allein über den Parameter Zeit nicht möglich ist. Zusätzlich wurden daher typische Werte für Aluminium-Standardschaum (von der FS1 hergestellt und geprüft) eingezeichnet (grau). Die HEM-Materialien erreichen in der Plateauspannung Werte größer 20 MPa und liegen damit leicht oberhalb der üblichen Al-Schäume. Außerdem scheint der Abstand mit höherer Dichte größer zu werden. Es wird vermutet, dass der Anteil größerer Poren in den HEM-Materialien bei Dichte geringerer Dichte ebenfalls zunimmt. Der deutlichste Unterschied besteht in der Streubreite, die bei den sich träger verhaltenden HEM-Proben merklich geringer ist.



(a)



(b)

Abb. 35: Druckversuche: (a) Druckprobe $\varnothing 30 \times 50$, hier AlSi10 mit 10 Gew.-% Si und 1,2 Gew.-% TiH₂ (Typ A), die Schaumhaut wurde durch Überdrehen entfernt. (b) Werte der Plateauspannungen der Schaumproben in Abhängigkeit von der Dichte und der Herstellungsmethode.

4.6 FEM-Sandwichauslegung (AP6)

Arbeiten und Ergebnisse: Im AP6 wurden die in AP5 ermittelten Druckversuchskennwerte zunächst als Materialmodell nachvollzogen und anschließend für die Simulation der 4-Punkt-Biegeversuche herangezogen.

Nachbildung des Druckversuchs als FEM-Modell

Zur Ableitung des Materialmodells wurde eine repräsentative Spannung-Dehnung-Kurve der HEM-Proben ausgewählt (P5 – Dichte = $0,77 \text{ g/cm}^3$; Plateauspannung = $22,5 \text{ MPa}$) und ein linearisiertes Materialmodell mit der realen Druckkurve abgeglichen (**Abb. 36**). Weiterhin wurde der E-Modul des Materialmodells abgeglichen (**Abb. 37**), der aus konstruktionstechnischer Sicht im Vordergrund steht, da das Bauteil innerhalb seiner Lebensdauer nicht plastisch verformt werden sollte. Das Prozedere wurde für weitere reale Druckkurven (P1 – Dichte = $0,68 \text{ g/cm}^3$; Plateauspannung = $17,6 \text{ MPa}$) wiederholt, um den Einfluss der Dichte im Materialmodell erfassen zu können (**Abb. 38**).

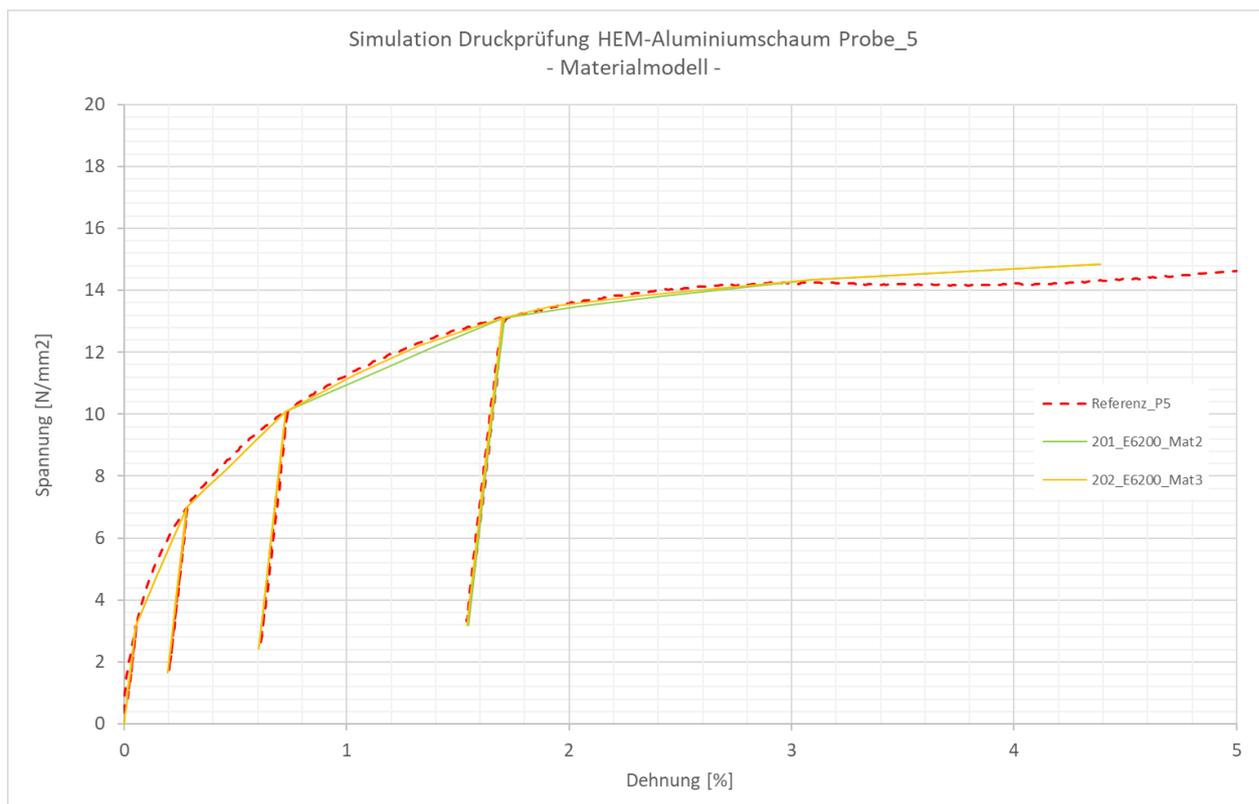


Abb. 36: Nachbildung des Druckversuchs als FEM-Modell und Abgleich des linearisierten Materialmodells.

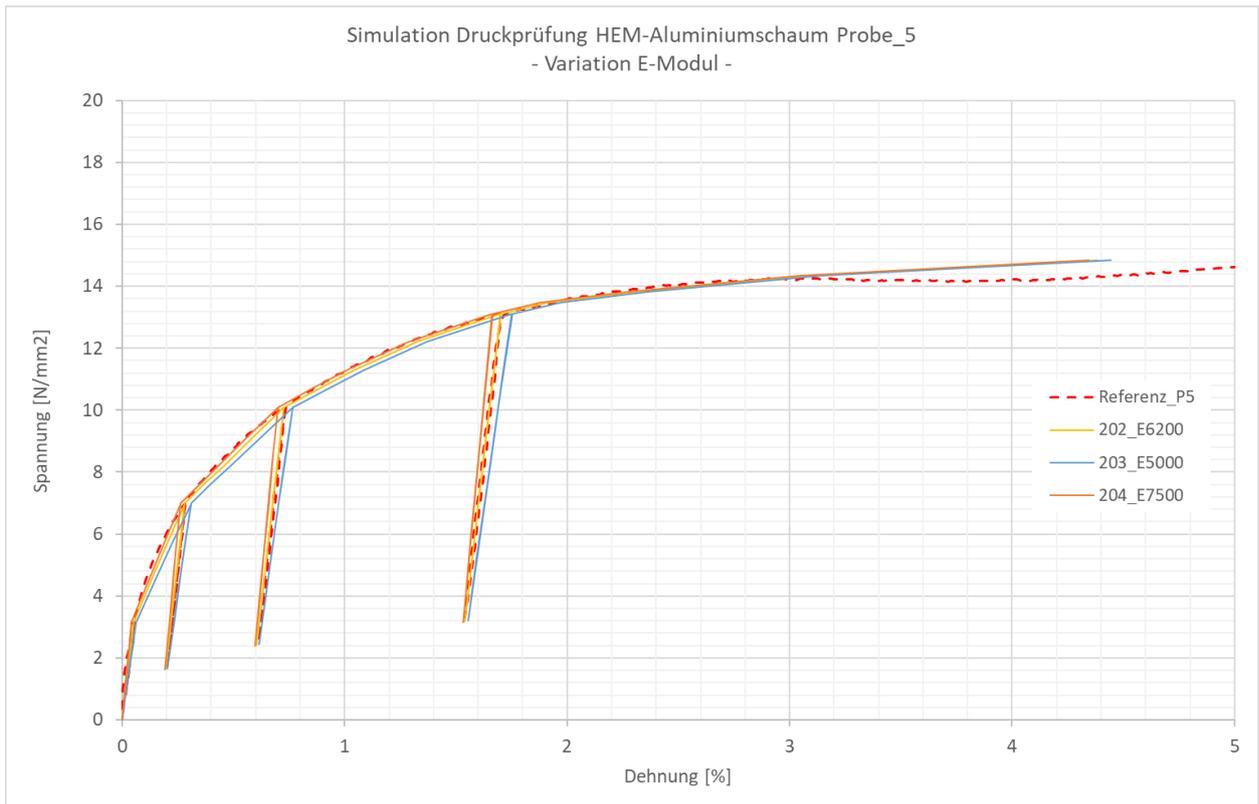


Abb. 37: Materialmodell mit unterschiedlichen E-Moduln zur Optimierung.

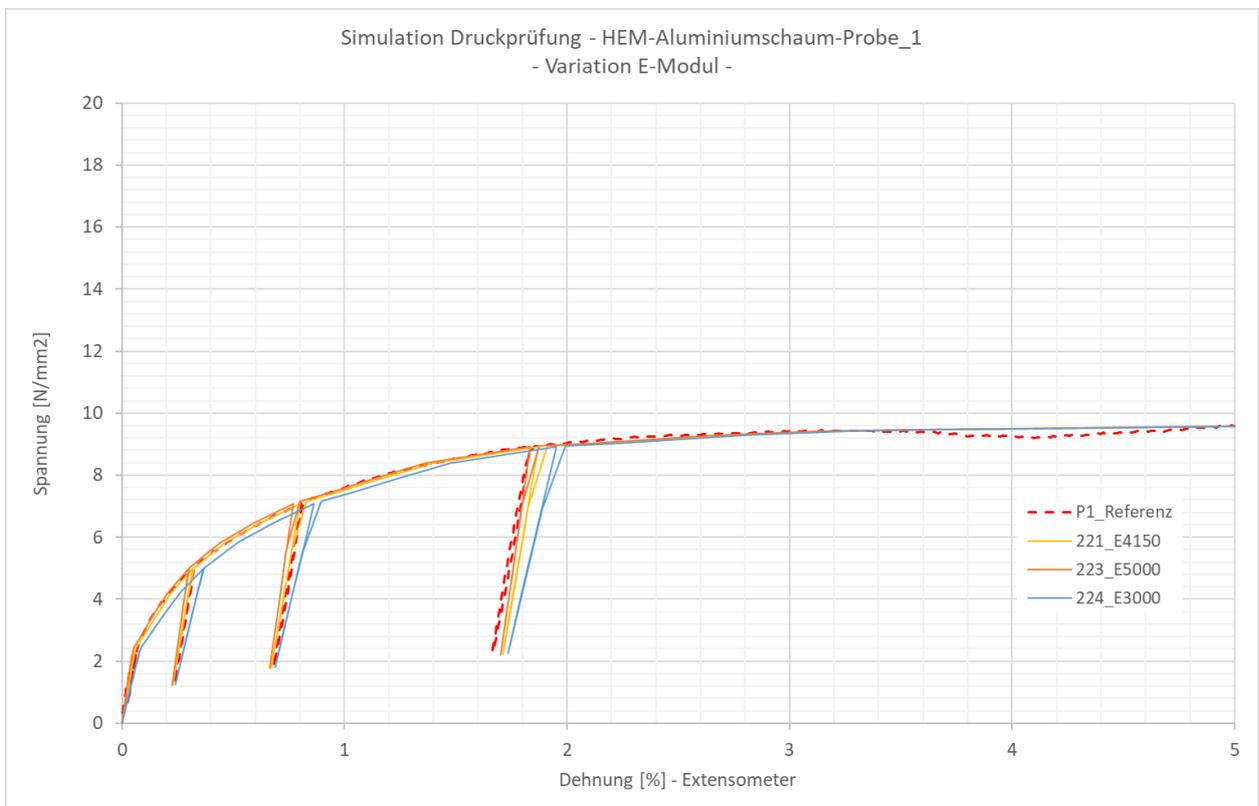


Abb. 38: Wiederholung für weitere Druckkurven, um Dichteeinfluss zu erfassen.

Simulation des 4-Pkt-Biegeversuches

Das ermittelte Materialmodell wurde dann in einer Simulation des verwendeten 4-Punkt-Biegeversuches angewendet (**Abb. 39**). **Abb. 40** veranschaulicht die Annäherung durch Verfeinern des Materialmodells, während in **Abb. 41** verschiedene Schaumkernmaterialmodelle eingesetzt werden. Die Berechnung ergibt eine Festigkeit für den Schaumkern der zwischen den Proben P5 und P1 liegt. Mittels eines gemittelten Materialmodells für den Schaumkern ergibt sich schließlich die Annäherung für den aus konstruktionstechnischer Sicht relevanten Bereich. Bei einem Kernmaterial gemittelt aus den Kenndaten von P1 und P5 (P3m) stimmt der Biegeverlauf mit den Versuchsdaten überein (**Abb. 42**). Der erste Knick im Graph bei ca. 2200 N Stempelkraft entsteht durch die beginnende plastische Verformung im Kernmaterial (A). Der zweite Knick (ca. 4200 N) steht für die plastische Verformung der Deckschichten (B). Die Vorhersage der Verformung zeigt **Abb. 43** in Gegenüberstellung einer der Sandwich-Biegeproben (siehe auch Kap. 4.7) mit HEM-Schaumkern. Bei letzterer ist die gute Anbindung und an die Deckbleche erkennbar.

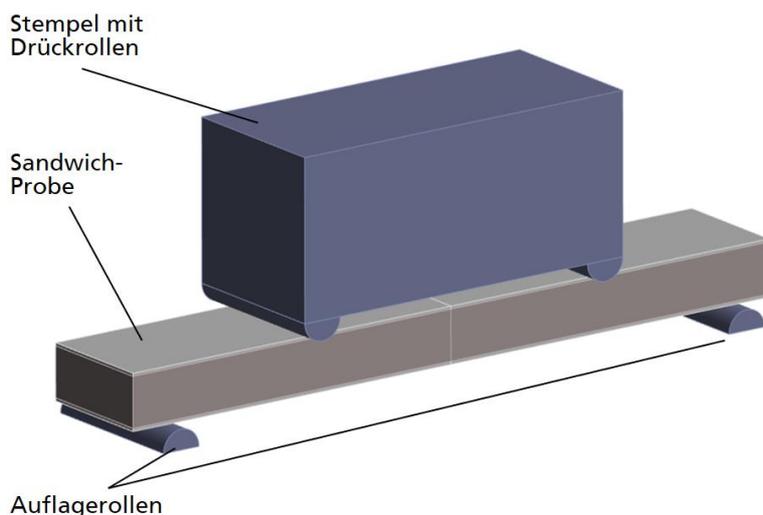


Abb. 39: Nachbildung des 4-Punkt-Biegeversuches als FEM-Modell.

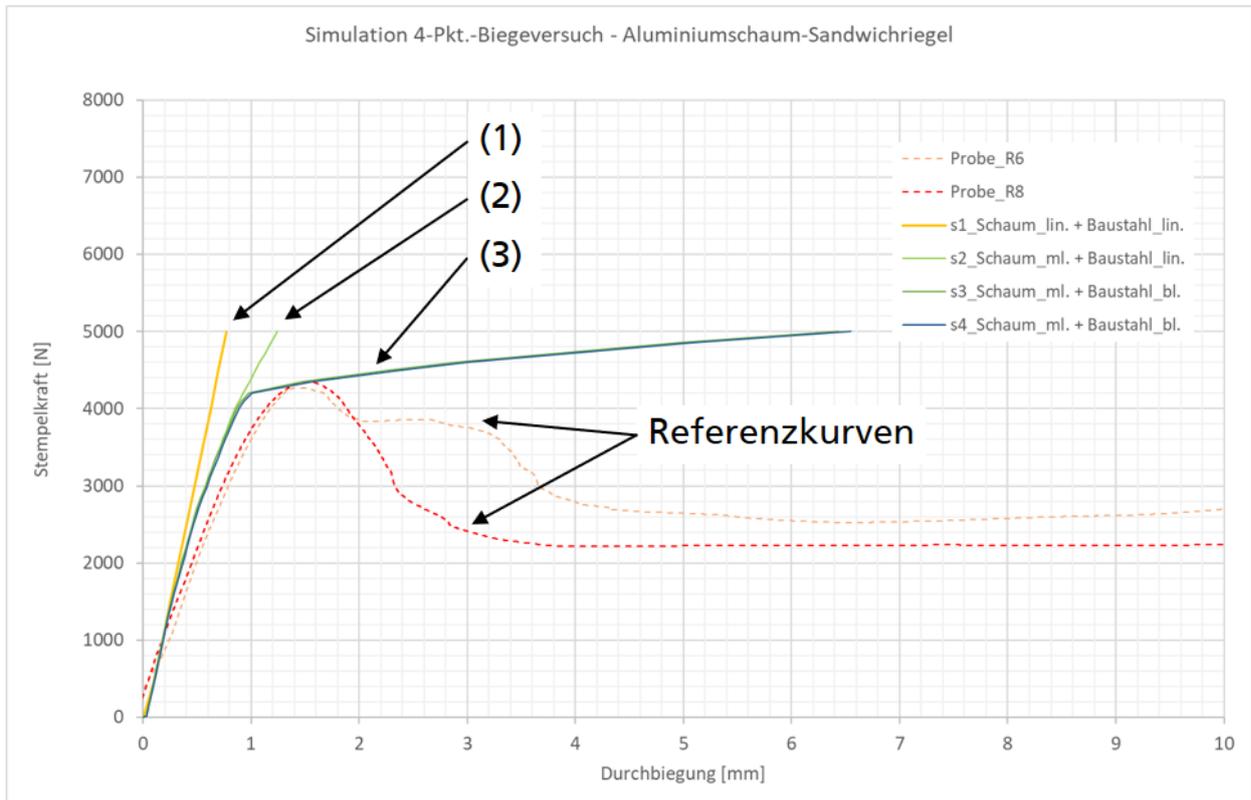


Abb. 40: Nachbildung des Biegeversuches mit verschiedenen Materialmodellen unter Nutzung des ermittelten Materialmodells für den Schaumkern:
(1) Kernmaterial + Deckschichten linear elastisch,
(2) Kernmaterial nichtlinear + Deckschichten linear elastisch,
(3) Kernmaterial + Deckschichten nichtlinear.

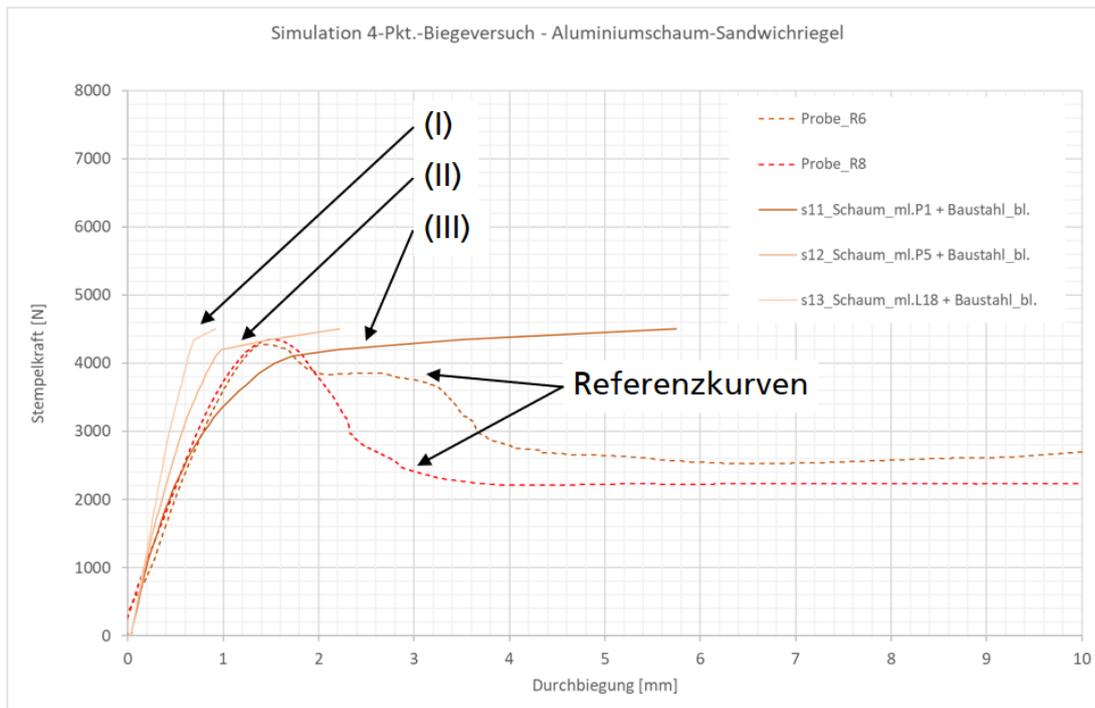


Abb. 41: Einsetzen der zuvor erarbeiteten dichteabhängigen Materialmodelle:
 (I) Kernmaterial Druckprobe L18 (Dichte = 0,89 g/cm³; Plateauspannung = 28,9 MPa),
 (II) Kernmaterial Druckprobe P5 (Dichte = 0,77 g/cm³; Plateauspannung = 22,5 MPa),
 (III) Kernmaterial Druckprobe P1 (Dichte = 0,68 g/cm³; Plateauspannung = 17,6 MPa).

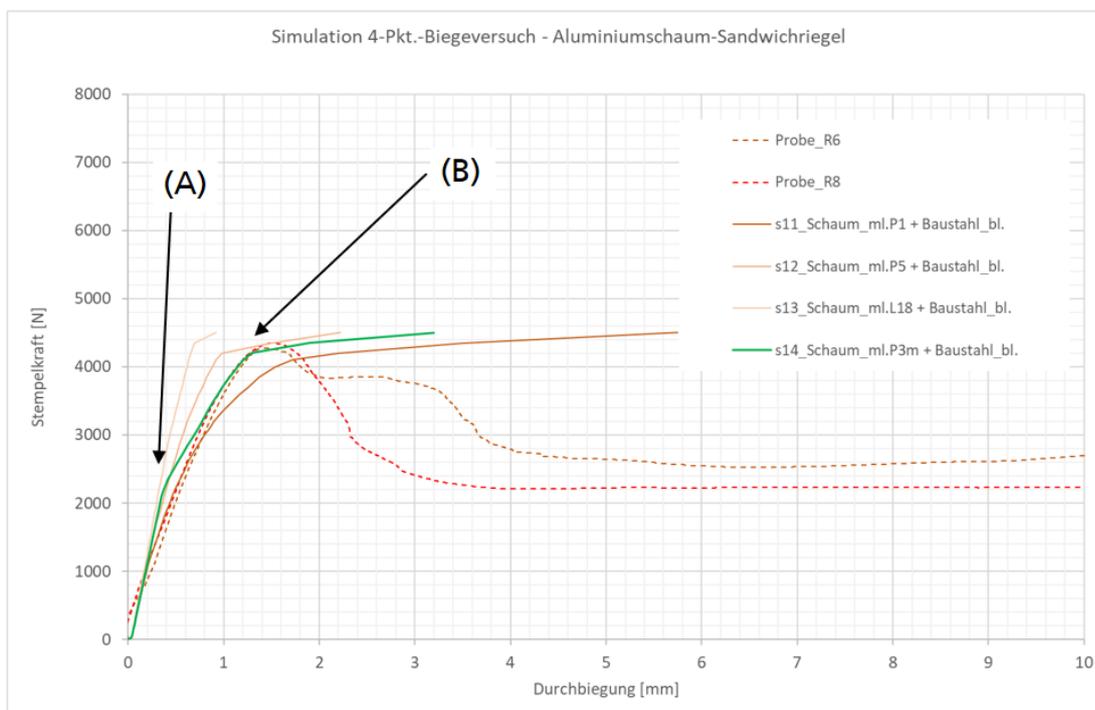


Abb. 42: Verwendung eines gemittelten Materialmodells (zwischen P1 und P5) ergibt den übereinstimmenden Biegeverlauf:
 (A) beginnende plastische Verformung im Kern bei ca. 2200 N,
 (B) plastische Verformung der Deckschichten ab ca. 4200 N.

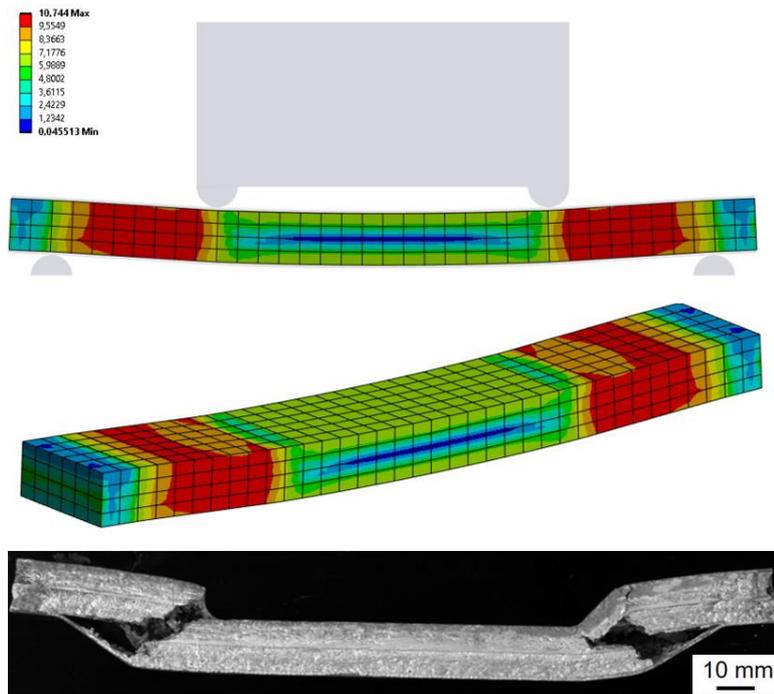


Abb. 43: Simulation der Verformung im 4-Pkt.-Biegeversuch mit dem erarbeiteten Materialmodell und Seitenansicht der Biegeprobe R6 nach dem Versuch.

4.7 Übertragung auf größere Halbzeuge in Sandwichbauweise, Demonstration der Vorhersagbarkeit und der verbesserten Festigkeit (AP7)

Arbeiten: Auf Basis der Ergebnisse der Versuchspläne erfolgte die Auswahl eines geeigneten Mahlrezeptes, welches beim PA-Partner Zoz GmbH (Zoz) an einer größeren Kugelmühle mit 20 Liter Fassungsvermögen CM20 hergestellt wurde und mit den Ergebnissen des gleichen Rezeptes, das an der CM08 (8 Liter) der Professur Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde erzeugten Charge verglichen wurde. Da zwischen den bei Zoz hergestellten und den eigenen Chargen Unterschiede im Schäumverhalten beobachtet wurden, wurden letztere für die Fertigung von Sandwiches herangezogen. Die Ursache für die Unterschiede konnten im Rahmen des Projektes nicht mehr vollständig erklärt werden. Anders als bei den Mahlvorgängen an der PVW wurde das Material bei Zoz unter Argon gemahlen und anschließend durch determinierte Zugabe von Luft passiviert. Die beobachtete geringere Freisetzung von Wasserstoff kann hierdurch jedoch nicht erklärt werden. Einen mikrostrukturellen Vergleich der beiden Rezepte im Pulver- und Strangzustand zeigt **Abb. 44**. Daran können keine nennenswerten Unterschiede ausgemacht werden. Es wird daher eher davon ausgegangen, dass ein höherer Energieeintrag bei der von Zoz verwendeten Hochenergiemühle aufgrund des verwendeten Setups und des Zustandes der Anlagenkomponenten erreicht wurde. Das würde bedeuten, dass eine kürzere Mahldauer ausgereicht und ein besseres Ergebnis hervorgebracht hätte.

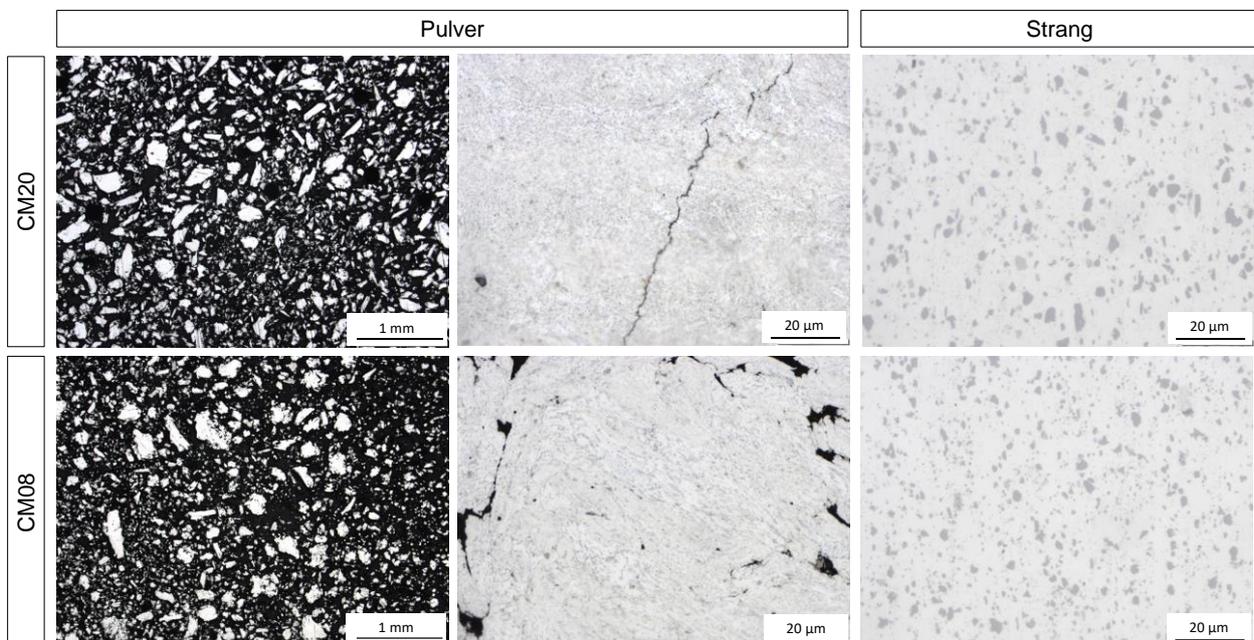


Abb. 44: Lichtmikroskopische Aufnahmen vom Pulver und Strang eines Mahlrezeptes, aus zwei verschiedenen HE-Mühlen (CM20 und CM08)

Durch die Beschränkung auf im Labormaßstab hergestelltes Material, war die zur Sandwichherstellung zur Verfügung stehende Materialmenge begrenzt. Entsprechend wurde im Rahmen des AP7.1 nur ein Typ einer kleinen Sandwichvariante auf Basis von AlSi10 hergestellt. Die geringere Bauteilgröße hat den Vorteil, dass trotz der geringen Menge eine Anpassung der Schäumparameter vorgenommen werden konnte. Ein Nachteil ist, dass die Herstellung von Sandwiches durch Anschäumen bei kleinen Abmaßen vor allem in Bezug auf die Anbindung zwischen Deckblech und Schaumkern kritischer ist, da die zur Verfügung stehende Reaktionszeit kürzer ist.

Aufgrund der beschriebenen Affinität des HEM-Schaum-Vormaterials zu hohen Aufheizraten wurden Stahl-Aluminiumschaum-Sandwiches (SAS) ausgewählt. Für die Sandwiches fanden DC01-Deckbleche mit einer Stärke von je 0,8 mm Verwendung. Es wird aber davon ausgegangen, dass trotz der höheren erforderlichen Ofentemperaturen auch Aluminium-HEM-Aluminiumschaumsandwiches hergestellt werden können. Um dies durch Anschäumen zu erreichen, wäre möglicherweise ein mehrstufiger Aufheizprozess zielführend, dessen genaue Parameterfindung eine zusätzliche Versuchsreihe mit dem entsprechenden Materialbedarf bedeutet hätte. Noch unkomplizierter im Serienprozess sollte dies mit der AFS-Variante, bei der Decklage und Kernmaterial vor dem Aufschäumen verwalzt werden, funktionieren.

Für die Biegeprüfungen wurden die hergestellten Sandwiches als Proberiegel in der Dimension $180 \times 30 \times 14 \text{ mm}^3$ (L x B x H) verwendet (**Abb. 45**).

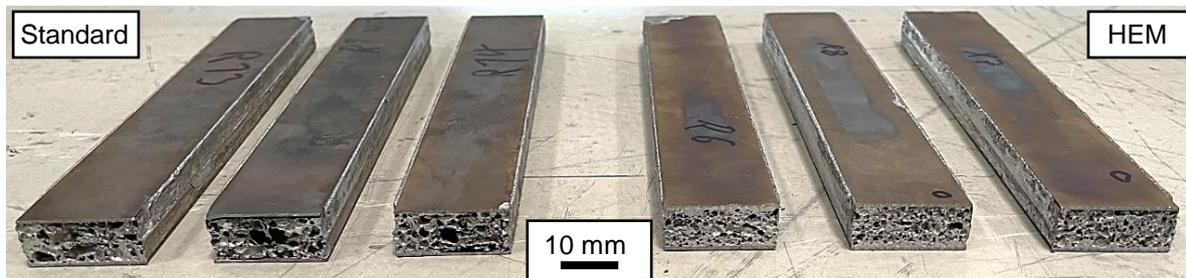


Abb. 45: Sandwiches (Auswahl) für 4-Punkt-Biegeversuche mit den Abmessungen $180 \times 30 \times 14 \text{ mm}^3$ (L x B x H).

Die Biegeprüfung selbst wurde in Anlehnung an die DIN 53 293:1982 „Prüfung von Kernverbunden – Biegeversuch“ zum Vergleich der Schubfestigkeit durchgeführt. Das Länge/Dicke-Verhältnis weicht im genutzten Prüfaufbau (**Abb. 46a+b**) von der Norm ab, aber alle Proben wurden unter gleichen Bedingungen mit einer Universalprüfmaschine Zwick1475 (100 kN) geprüft.

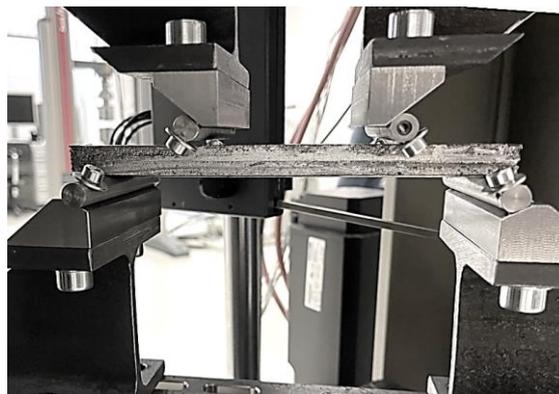
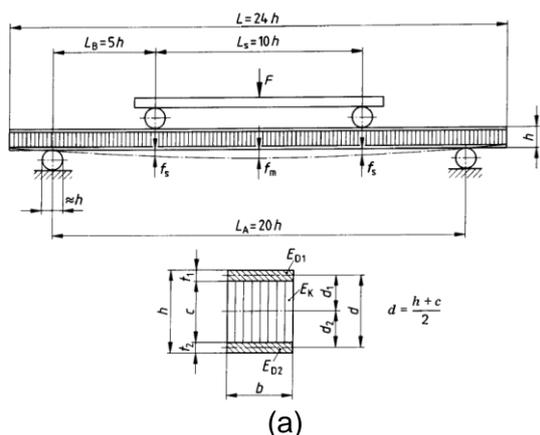


Abb. 46: Prüfaufbau für 4-Pkt.-Biegeversuche (a) Schema mit Formelzeichen nach DIN 53 293 und (b) Prüfaufbau mit Sandwichschaum.

Ergebnisse: Die beschriebene HEM-Schaum-Struktur konnte erfolgreich auf die Geometrie der Sandwichriegel übertragen werden. **Abb. 47** bildet zwei reine Schaumplatten (keine Deckbleche) im Sandwichformat ab. Die HEM-Schaum-Version veranschaulicht, dass die Struktur sich analog zu den Beobachtungen bei kleinerem Probenvolumen verhält. Vereinzelt liegen überdurchschnittliche Poren vor. Diese sind vermutlich auf Koagulation zurückzuführen, die aber auch hier deutlich träger abläuft als bei schäumbarem Standardmaterial.

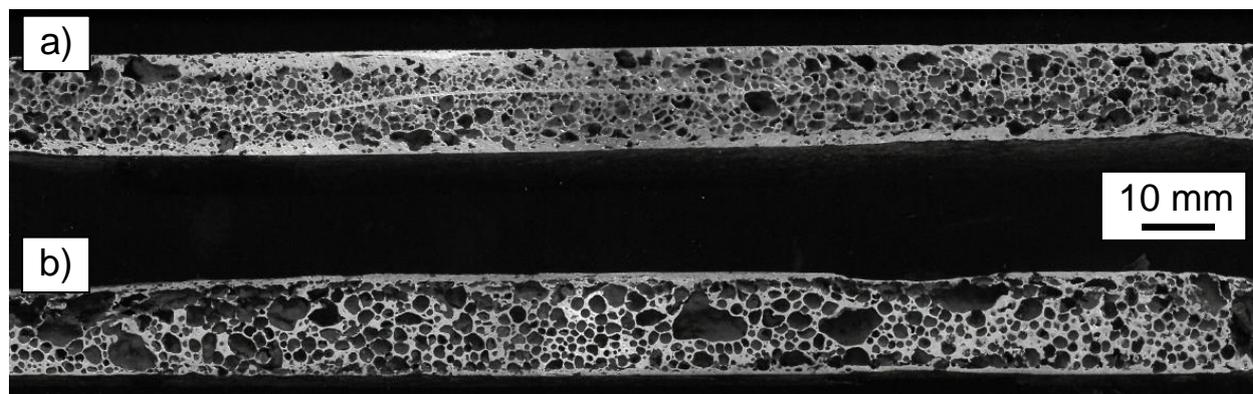


Abb. 47: Schaumplatten: a) AlSi10-HEM-Schaum-Material mit einer Mahldauer von 30 min ca. 17 min geschäumt bei 715 °C; b) AlSi10-Standardmaterial, ca. 14 min geschäumt bei 715 °C.

Die Schubspannung im Kern wird bei den Sandwichverbunden als Vergleichskriterium herangezogen. Sie wird berechnet nach **Gl. 2**

$$\tau = \frac{F}{2 \cdot b \cdot d} \quad \text{Gl. 2}$$

mit τ -Schubspannung im Kern, F -Kraft, b -Probenbreite, d -Probendicke.

Abb. 48 zeigt die Kurvenverläufe der SAS mit HEM-Schaum-Kern und Referenzsandwiches mit identischem Aufbau. Da die Anbindung durch Anschäumen mit Standard-AlSi-Material in der Regel schlechter ist wurden auch Proben mit AlMgSi0,5-Schaumkern gegenübergestellt. Diese wurden am Fraunhofer IFAM (Dresden) mit vergleichbarem Aufbau geprüft.

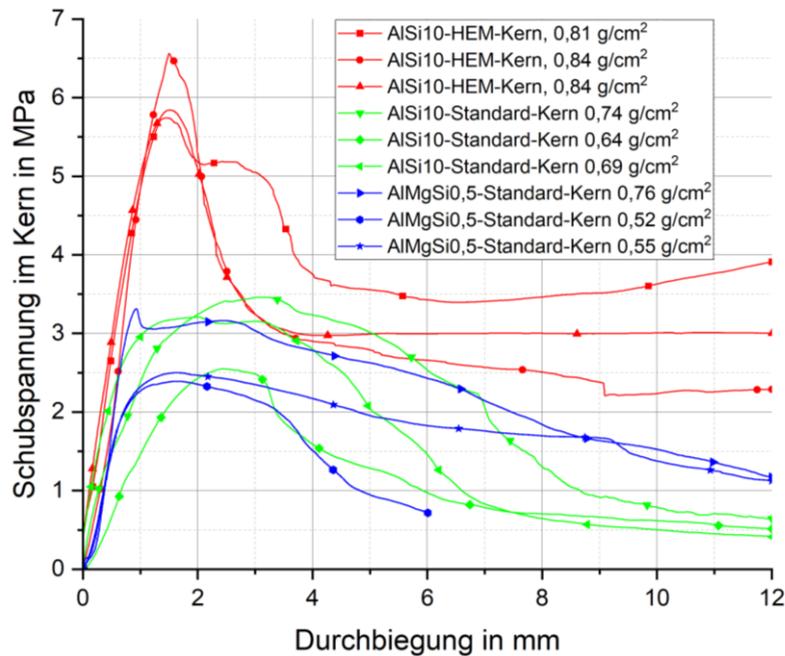


Abb. 48: Schubspannungsverläufe der Stahl-Aluminiumschaumsandwiches mit HEM-Schaum-Kern und Referenzsandwiches mit gleichem Aufbau und Standard-Schaumkern.

Diskussion: Bei der Herstellung der Sandwiches mit Stahldeckblechen erweist sich das Schäumverhalten des schäumbaren HEM-Materials als vorteilhaft für die Verbundfestigkeit. Die Herstellung der Standard-Sandwiches mit guter Anbindung und Dichten $> 0,7 \text{ g/cm}^3$ ist schwierig, da beide Größen gegenläufig sind. Durch eine hohe Dynamik während des Schäumens, die nur mit Austreten von Schmelze aus der Schäumform einhergehen kann, kann die Anbindung durch Aufbrechen von Oxidhäuten positiv beeinflusst werden. Die Dichte nimmt dabei stark ab. Hohe Dichten gelingen mit entsprechender Auslegung mit schäumbarem Material (Masse des schäumbaren Materials im Verhältnis zum Volumen des herzustellenden Schaumkerns) bei eher geringer Dynamik. Die Anbindung ist dabei u. U. so gering, dass keine Prüfung möglich bzw. zielführend ist.

Die bisher zur Herstellung von HEM-Schaum-Sandwiches evaluierten schäumbaren Materialien benötigen eine höhere Mindestofentemperatur, die entscheidend für die wirksame Aufheizrate ist. Anders als beim Standardmaterial bleibt aber die entstehende Dynamik mäßig und auch eine längere Verweildauer im Ofen führt nicht zu einem extremen Abfall der Dichte durch rasche Vergrößerung der Porenstruktur und Auslaufen von Schmelze. Der Prozess wirkt unter diesen angepassten Bedingungen toleranter. Hinzu kommt eine offenbar deutlich bessere Grenzflächen-ausbildung zwischen Schaum und Stahldeckblechen, die so nicht vorhergesehen wurde. Das Phänomen muss in Folgeprojekten validiert und die Ursache erforscht werden. Für die Herstellung sehr großer Sandwiches ist das beobachtete Verhalten vielversprechend, konnte aber im Rahmen des Projektes mangels der erforderlichen Menge schäumbaren Materials nicht mehr evaluiert werden. Die Forschungsstellen werden dies aber weiterverfolgen.

5 Angaben zu den Zuwendungen

Verwendungen für den Zeitraum 01.06.2020 – 30.09.2022

- wissenschaftlich-technisches Personal (Einzelansatz A.1 des Finanzierungsplans)

FS 1 (IWU)				
	2020	2021	2022	Σ
A.1	5,79	10,32	10,37	26,29

FS 2 (PVW)				
	2020	2021	2022	Σ
A.1	2,50	10,50	8,00	21,00

- Geräte (Einzelansatz B des Finanzierungsplans)
Es wurden wie geplant keine Geräte erworben.
- Leistungen Dritter (Einzelansatz C des Finanzierungsplans)
Es wurden wie geplant keine Leistungen Dritter in Anspruch genommen.

6 Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Die durchgeführten Arbeiten sind planmäßig erfolgt. Auf Basis der Hinweise des PA-Ausschusses und den erarbeiteten Ergebnissen aus AP1 wurde der Versuchsplan zum Strangpressen in AP2 limitiert und an Stelle dessen, zwei weitere Legierungssysteme (AlSiCu und AlSiZn) in AP1 mit niedrigerem Schmelzpunkt in die Untersuchungen einbezogen. Die Versuchsreihe zur Absenkung des Schmelzintervalls erscheint nach den gewonnenen Erkenntnissen zielführender und bietet für eine wirtschaftliche Verwertung deutlich mehr Potenzial als die Optimierung der Strangpressparameter. Die aktuell im Projekt gewählten Parameter erreichen ein sehr gutes Strangpressergebnis.

7 Wissenschaftlich-technischer und wirtschaftlicher Nutzen

Wirtschaftliche/technische Erfolgsaussichten für zeitnahe industrielle Umsetzung

Die Herstellung von Aluminiumschaum mit hochenergiegemahlten Einsatzstoffen führt nachweislich zu einer deutlich verbesserten Schaumstruktur, die wiederum die Einstellung definierter Schaumeigenschaften mit geringem Streuband zur Folge hat. Zudem konnte erfolgreich der Einsatz vom Komponentenpulver für die Schaumherstellung nachgewiesen werden, was vor allem eine flexible Anpassung gewünschter Legierungsgehalte (z. Bsp. Si-Gehalt) ermöglicht. Das im Vorhaben an die

HEM-Schaum-Strukturangepasste Materialmodell für Aluminiumschaum, welches in entsprechenden Simulations- und Berechnungstools (z. B. Ansys) eingesetzt werden kann, steht am IWU zur Verfügung und kann für die Auslegung von Leichtbaukonstruktionen mit HEM-Aluminiumschaum-Sandwiches verwendet werden. Nicht unmittelbar, aber nach entsprechender Modifikation, lassen sich die technologischen Erkenntnisse in die Fertigungsprozesse beteiligter oder neu hinzugezogener KmU einspeisen. Hier sind Firmen prädestiniert, die sich direkt mit der Aluminiumschaumfertigung oder mit einzelnen Fertigungsschritten der Metallpulververarbeitung wie auch der Entwicklung entsprechender Anlagentechnik beschäftigen:

- Anlagen zur Aufbereitung von Metallpulvern durch HEM und Strangpressen (z. B. ZOZ GmbH, Müller Engineering GmbH, Powder Light Metals GmbH)
- Aufbereitung von (schäumbaren) Metallpulvern im HEM-Verfahren (potenzielle Ausgründung oder Portfolioerweiterung von Schaumherstellern etc.)
- Herstellung schäumbaren Preformmaterials (z. B. Grillo-Werke AG, Havel metal foam GmbH)
- Herstellung von Aluminiumschaum (z. B. Havel metal foam GmbH, pohltec metalfoam GmbH)

Einschätzung der Finanzierbarkeit

Die Integration des Arbeitsschrittes „HEM“ in die Prozesskette der Aluminiumschaumfertigung bedeutet per se erst einmal einen höheren Aufwand. Der Mehraufwand führt jedoch zu einer deutlich verbesserten Schaumqualität. Es hat sich gezeigt, dass bereits nach einer sehr kurzen Mahldauer von 30 min signifikante Verbesserung erzielt werden, was wiederum den Mehraufwand wirtschaftlich im Rahmen hält. Auch der Einsatz großserientauglicher Trommelmühlen kann in Betracht gezogen werden, was wiederum die Mehrkosten verringert. Zudem kann durch die Pulververarbeitung durch Mahlen auf preiswertes Recyclingmaterial zurückgegriffen werden.

Es ist zu empfehlen, die Fertigung der Preformpulver (HEM) und des schäumbaren Halbzeugs (Strangpressen) bei jeweils geeigneten Unternehmen als Dienstleistung durchzuführen.

Konkreter Nutzen für die Unternehmen

Der größte Nutzen der im Vorhaben entwickelten Schaumkernmaterialien kommt Werkstoffanwendern zu. Sie erhalten durch die verbesserten Materialeigenschaften einen leicht recycelbaren, vollwertigen Leichtbaukonstruktionswerkstoff. Dieser Vorteil kommt insbesondere bei der Kombination mit massiven Aluminiumbauteilen zum tragen, etwa als Sandwich mit Aluminiumdeckblechen. Hierfür kommen nach jetzigem Erkenntnisstand zunächst vor allem SAS (Stahl-Aluminiumschaum-Sandwich) infrage. Hierfür konnte eine sehr gute Anbindung nachgewiesen werden. Im Zusammenhang mit dem beobachteten niedrigen Schäumdrücken für HEM-Schaum-Materialien sollte zudem der Herstellungsaufwand insbesondere bei dünnwandigen Deckblechen reduziert werden können. Hierfür werden weiterführende Forschungsarbeiten zur Validierung angestrebt. Ebenso muss die Übertragbarkeit auf das AFS (Aluminium-Foam-Sandwich) und das AAS (Aluminium-Aluminiumschaum-Sandwich) in weiterführenden Arbeiten evaluiert werden. Bei ersterem entsteht der Verbund vor dem eigentlichen Schäumen, durch Walzen, bei letzterem während des Schäumens. Den Unternehmen steht in allen drei Fällen ein **Leichtbauwerkstoff mit hoher Biegesteifigkeit und geringem Gewicht** zur Verfügung, der die Anforderungen an die Nachhaltigkeit erfüllt. Der Kugelmahlprozess selbst könnte bei schnellwachsender Nachfrage einen Engpass erzeugen und bietet damit ein neues Betätigungsfeld für entsprechend ausgestattete Firmen bzw. Potenzial für Firmenneugründungen. Da die Anforderungen an die Beschaffenheit der Mahlausrüstung voraussichtlich nicht speziell sein müssen (Stahlwerkzeuge und Kugeln), sind die zu erwartenden Unterhaltungskosten für das Mahlequipment überschaubar.

8 Plan zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft

Durchgeführte Transfermaßnahmen (von Projektbeginn bis heute)

Maßnahme	Ziel	Ort/Rahmen	Soll	Ist
Sitzungen des PA	Information des PA, Planung und Abstimmung der Projektschritte	1. Projektvorstellung IWU, Chemnitz	07/2020	15.07.20 (1)
		2. Vorstellung der Ergebnisse zum HEM und Diskussion über das weitere Vorgehen PVW, Chemnitz	10/2020	27.01.21 (2)
		3. Vorstellung Ergebnisse zum Schäumen und Diskussion über das weitere Vorgehen IWU, Chemnitz (3) & HMF, Brandenburg an der Havel (4)	07/2021	16.06.21 (3) 19.10.21 (4)
		4. Vorstellung der Ergebnisse zur Auslegung und Berechnung und Diskussion des weiteren Vorgehens PVW, Chemnitz	03/2022	22.03.22 (5) 28.06.22 (6) 06.10.22 (7)
		5. Abschlusspräsentation und Diskussion über weiterführende Aktivitäten IWU, Chemnitz	07/2022	15.12.22 (8)
Publikation Abschlussbericht	Zusammenfassung der Projektergebnisse	Website des Stifterverbands Metalle e. V.	08/2023	08/2023
Firmenbesuche	Akquisition von Folgeprojekten	Brandenburg an der Havel / Havel metal foam GmbH	ab 2021	19.10.21
		Olpe / Zoz GmbH		28.06.22

Zusätzlich durchgeführte Maßnahmen

Maßnahme	Ort/Rahmen	Soll	Ist
Veröffentlichung einer Mitteilung zum Projekt auf der Homepage der Professur Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde	(https://www.tu-chemnitz.de/mb/pvw/professur/blog_text.php?id=84)	-	07/2020
Vortrag im Expertenkreis FAST/SPS mit Material aus dem Projekt	Online-Veranstaltung	-	09.12.20
Mitteilung zum Projekt und zum Firmenbesuch auf der Homepage der Professur Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde	https://www.tu-chemnitz.de/mb/pvw/professur/blog_text.php?id=156	-	26.10.21
Poster mit Kurzvortrag auf internationalem Symposium	Leoben / 23. Symposium Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde https://dgm.de/verbund/2022/	07/22	20.- 22.07.22
Poster mit Kurzvortrag auf internationaler Konferenz	Dresden / 7 th International Conference on Cellular Materials CellMAT22, https://dgm.de/cellmat/2022/	10/22	10.10.22
Präsentation der Projektergebnisse	Landshut / 11. Landshuter Leichtbau-Colloquium (LLC)	-	01.- 02.03/22

Maßnahme	Ort/Rahmen	Soll	Ist
Präsentation der Projektergebnisse	Düsseldorf / Beiratssitzung des Stifterverbandes Metalle e.V.	-	10.06.23
Herstellung von Technologie-Demonstratoren „Stern“ für Interessenten (Industrie, Studierende) aus konventionellem und HEM-Schaum-Material	 Konventionell HEM-Schaum	-	12/22

Geplante Transfermaßnahmen (auch nach Projektende)

Maßnahme	Ziel	Ort/Rahmen	Zeitraum
Workshop	wiss. Präsentation der Ergebnisse in Sachsen	VEMAS-Workshop mit Netzwerk Zelluläre Metallische Werkstoffe	2023
Veröffentlichung in Fachzeitschrift (online)	wiss. Präsentation der Ergebnisse international Schwerpunkt „Mahlen“	MDPI Characterisation	2023
Veröffentlichung in Fachzeitschrift (online)	wiss. Präsentation der Ergebnisse international Schwerpunkt „Schaum“	Internationale Fachzeitschrift	2023/24
Akademische Lehre	Einbeziehung der Forschungsergebnisse in die Lehrveranstaltungen der Professur Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde	Lehrveranstaltung „Werkstoffverbunde“, PVW, Chemnitz Lehrveranstaltung „Complex Materials for Manufacturing“ PVW, Chemnitz	jährlich Sommersemester

Einschätzung zur Realisierbarkeit des Transferkonzepts

Die geplanten Transfermaßnahmen konnten fast vollständig realisiert werden und die nach dem Projektende geplanten Maßnahmen sind teilweise bereits in der Umsetzung. Die zeitnahe Veröffentlichung der Ergebnisse in einem reviewten Journal wird die neuen Erkenntnisse in die industrielle und akademische Community transportieren. Weitere zusätzliche Maßnahmen, welche von den FEen durchgeführt wurden, erhöhen insgesamt die Aufmerksamkeit und damit das Verwertungspotenzial der Projektergebnisse. Mit dem im Projekt evaluierten Prozess wurde der Werkzeugkasten „PM-Metallschaumherstellung“ um ein Instrument zur Beeinflussung der Schaumstruktur ergänzt. Die dabei erforschten Randbedingungen weichen zum Teil von der Verarbeitung mit herkömmlichen Materialien ab, was prozessabhängig nachteilig sein kann, aber für die Herstellung von Stahl-Aluminiumschaumsandwiches (SAS) offenbar auch große Chancen bietet, die so nicht vorhergesehen wurden. Die beschriebenen Beobachtungen hinsichtlich der Reproduzierbarkeit (Schwankungen zwischen den Chargen) stellen das größte Hindernis für eine unmittelbare Verwertung dar. Hier können einerseits durch die direkte Verwendung der Methode

am IWU (FE1) mit Hilfe der PVW (FE2) eigenfinanziert weitere Erfahrungen gesammelt werden. Das kann vor allem dazu dienen das Material hinsichtlich der Verarbeitbarkeit in Kleinserien besser einschätzen zu können sowie um die Eignung für Aluminium-Aluminiumschaumsandwiches (AAS) zu evaluieren und Kunden und Interessenten zukünftig verbesserte Schaumprodukte anzubieten. Ferner wird eine weitere Förderung in Form von Validierungsprojekten angestrebt. Auch die Betreibung einer Pilotanlage zur kostengünstigen Herstellung in großem Maßstab mit zuverlässiger Reproduzierbarkeit wäre denkbar.

9 Literatur

- [1] Hipke, T. Anwendungsbeispiele von Metallschäumen. *Dialog: Materialwissenschaft und Werkstofftechnik. - Oberursel: DGM-Informationsges.- Verl. - 2193-3383 (ISSN). - (2018) 2* **2018**, 2, S. 92-96.
- [2] Banhart, J. Metal Foams: Production and Stability. *Adv. Eng. Mater.* **2006**, 8, 781–794, doi:10.1002/adem.200600071.
- [3] Proa-Flores, P.M.; Mendoza-Suarez, G.; Drew, R.A.L. Effect of TiH₂ particle size distribution on aluminum foaming using the powder metallurgy method. *Journal of Materials Science* **2012**, 47, 455–464, doi:10.1007/s10853-011-5820-1.
- [4] Lehnhus, D. *Beitrag zur Optimierung der Herstellung und der Materialeigenschaften von Aluminiumschäumen*. Dissertation; VDI-Verl.: Düsseldorf, 2008, ISBN 9783183735051.
- [5] Bhosle, V.; Baburaj, E.; Miranova, M.; Salama, K. Dehydrogenation of TiH₂. *Materials Science and Engineering: A* **2003**, 356, 190–199, doi:10.1016/S0921-5093(03)00117-5.
- [6] GERAMIPOUR, T.; OVEISI, H. Effects of foaming parameters on microstructure and compressive properties of aluminum foams produced by powder metallurgy method. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* **2017**, 27, 1569–1579, doi:10.1016/S1003-6326(17)60178-X.
- [7] Cheng, Y.; Li, Y.; Chen, X.; SHI, T.; Liu, Z.; Wang, N. Fabrication of Aluminum Foams with Small Pore Size by Melt Foaming Method. *Metallurgical and Materials Transactions B* **2017**, 48, 754–762, doi:10.1007/s11663-016-0815-6.
- [8] Hartmann, J.; Fiegl, T.; Körner, C. Aluminum integral foams with tailored density profile by adapted blowing agents. *Applied Physics A* **2014**, 115, 651–660, doi:10.1007/s00339-014-8377-4.
- [9] Li, X.; Liu, Y.; Ye, J.; An, X.; Cao, Z.; Liu, X. Innovative surface modification of TiH₂ to fabricate aluminum foam with enhanced mechanical properties. *Materials Letters* **2018**, 210, 350–353, doi:10.1016/j.matlet.2017.09.066.
- [10] Vinod-Kumar, G.S.; Heim, K.; Jerry, J.; Garcia-Moreno, F.; Kennedy, A.R.; Banhart, J. Effect of Magnesium Addition on the Cell Structure of Foams Produced From Re-melted Aluminum Alloy Scrap. *Metallurgical and Materials Transactions B* **2017**, 48, 2551–2563, doi:10.1007/s11663-017-1043-4.
- [11] Das, S.; Mondal, D.P.; Rohatgi, P. Solidification Behaviour of Al–SiC Composite Foam. *Trans. Indian Inst. Met.* **2018**, 71, 2861–2866, doi:10.1007/s12666-018-1414-9.
- [12] Deqing, W.; Ziyuan, S. Effect of ceramic particles on cell size and wall thickness of aluminum foam. *Mat. Sci. Eng. A* **2003**, 361, 45–49, doi:10.1016/S0921-5093(03)00557-4.
- [13] Haesche, M.; Weise, J.; Garcia-Moreno, F.; Banhart, J. Influence of particle additions on the foaming behaviour of AlSi11/TiH₂ composites made by semi-solid processing. *Materials Science and Engineering: A* **2008**, 480, 283–288, doi:10.1016/j.msea.2007.07.040.
- [14] Heim, K.; Vinod-Kumar, G.S.; García-Moreno, F.; Banhart, J. Stability of various particle-stabilised aluminium alloys foams made by gas injection. *Journal of Materials Science* **2017**, 52, 6401–6414, doi:10.1007/s10853-017-0874-3.
- [15] Hsieh, C.-T.; Wei, J.-L.; Lin, J.-Y.; Chen, W.-Y. Hydrogenation and dehydrogenation of Mg₂Co nanoparticles and carbon nanotube composites. *Journal of Power Sources* **2008**, 183, 92–97, doi:10.1016/j.jpowsour.2008.04.057.
- [16] Neu, T.R.; Pfretzschner, B.; García-Moreno, F.; Banhart, J. Influence of the heating rate on the foaming behavior of various aluminium alloys. *Metals* **2017**, 7, doi:10.3390/met7090323.
- [17] Hangai, Y.; Saito, K.; Utsunomiya, T.; Kuwazuru, O.; Yoshikawa, N. Fabrication and compression properties of functionally graded foam with uniform pore structures consisting of dissimilar A1050 and A6061 aluminum alloys. *Mat. Sci. Eng. A* **2014**, 613, 163–170, doi:10.1016/j.msea.2014.06.039.
- [18] Ding, X.; Liu, Y.; Chen, X.; Zhang, H.; Li, Y. Optimization of cellular structure of aluminum foams produced by powder metallurgy method. *Materials Letters* **2018**, 216, 38–41, doi:10.1016/j.matlet.2017.12.144.

- [19] Matijasevic-Lux, B.; Banhart, J.; Fiechter, S.; Görke, O.; Wanderka, N. Modification of titanium hydride for improved aluminium foam manufacture. *Acta Materialia* **2006**, *54*, 1887–1900, doi:10.1016/j.actamat.2005.12.012.
- [20] Aksenov, A.A.; Mansurov, Y.N.; Ivanov, D.O.; Reva, V.P.; Kadyrova, D.S.; Shuvatkin, R.K.; Kim, E.D. Mechanical Alloying of Secondary Raw Material for Foam Aluminum Production. *Metallurgist* **2017**, *61*, 475–484, doi:10.1007/s11015-017-0520-y.
- [21] Cheng, Y.; Li, Y.; Chen, X.; Liu, Z.; Zhou, X.; Wang, N. Gas Release Behavior of Cu-TiH₂ Composite Powder and Its Application as a Blowing Agent to Fabricate Aluminum Foams with Low Porosity and Small Pore Size. *Metallurgical and Materials Transactions B* **2018**, *49*, 1014–1021, doi:10.1007/s11663-018-1240-9.
- [22] Benjamin, J. Dispersion strengthened superalloys by mechanical alloying. *Metallurgical and Materials Transactions B* **1970**, *1*, 2943–2951, doi:10.1007/BF03037835.
- [23] Suryanarayana, C. *Mechanical alloying and milling*; Dekker: New York, 2004, ISBN 0-8247-4103-X.
- [24] Kudashov, D. *Oxiddispersionsgehärtete Kupferlegierungen mit nanoskaligem Gefüge*; Universitätsbibliothek der TU BAF, 2005, ISBN 1617-3309.
- [25] Siebeck, S.; Trautmann, M.; Hohlfeld, J.; Hipke, T.; Wagner, G. Influence on the Microstructure of Powder Metallurgical Metal Foam by Means of Mechanical Alloying. *MSF* **2019** [Im Druck].
- [26] Nestler, D.; Siebeck, S.; Podlesak, H.; Wielage, B.; Wagner, S.; Hockauf, M. Influence of process control agent (PCA) and atmosphere during high-energy ball milling for the production of particle-reinforced aluminium matrix composites. *Mat.-wiss. u. Werkstofftech* **2011**, *42*, 580–584, doi:10.1002/mawe.201100832.
- [27] Legland, D.; Arganda-Carreras, I.; Andrey, P. MorphoLibJ: integrated library and plugins for mathematical morphology with ImageJ. *Bioinformatics* **2016**, *32*, 3532–3534, doi:10.1093/bioinformatics/btw413.
- [28] Siebeck, S.; Nestler, D.; Podlesak, H.; Wielage, B. Influence of Milling Atmosphere on the High-Energy Ball-Milling Process of Producing Particle-Reinforced Aluminum Matrix Composites. In *Integration of Practice-Oriented Knowledge Technology: Trends and Perspectives*; Fathi, M., Ed.; Springer: Berlin Heidelberg, 2013; pp 315–321, ISBN 978-3-642-34470-1.
- [29] Hohlfeld, J.; Hannemann, C.; Vogel, R.; Hipke, T.; Neugebauer, R. Alternative starting materials for the production of aluminum foam by the powder metallurgical process. *Production Engineering* **2011**, *5*, 25–30, doi:10.1007/s11740-010-0271-0.
- [30] Siebeck, S.; Nestler, D.; Wielage, B. Producing a particle-reinforced AlCuMgMn alloy by means of mechanical alloying. *Materialwiss. Werkstofftech.* **2012**, *43*, 567–571, doi:10.1002/mawe.201200002.
- [31] Grützner, S. Festphasenreaktionsverhalten bei der SPS-Synthese von in-situ TiB/TiC-partikelverstärktem Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr. Dissertation; Technische Universität Bergakademie Freiberg, Freiberg, 2020.
- [32] Peng, C.; Zhu, D.; Li, K.; Du, X.; Zhao, F.; Wan, M.; Tan, Y. Research on a Low Melting Point Al-Si-Cu (Ni) Filler Metal for 6063 Aluminum Alloy Brazing. *Applied Sciences* **2021**, *11*, 4296, doi:10.3390/app11094296.
- [33] Raghavan, V. Al-Si-Zn (Aluminum-Silicon-Zinc). *Journal of Phase Equilibria and Diffusion* **2007**, *28*, 197, doi:10.1007/s11669-007-9030-0.
- [34] Schäfke, F.P.; Thüerer, S.E.; Maier, H.J.; Klose, C. Development of an Aluminum-Based Hybrid Billet Material for the Process-Integrated Foaming of Hollow Co-Extrusions. *Metals* **2021**, *11*, 1382, doi:10.3390/met11091382.
- [35] Paulin, I.; Donik, Č.; Jenko, M. *Synthesis and characterization of aluminium foams made by the powder metallurgy route*, 2012, *1*.