



Max-Planck-Institut für Metallforschung
Stuttgart

Hochtemperaturverformung geschlossenzelliger Aluminiumbasisschäume

Matthias Haag

Dissertation
an der
Universität Stuttgart

Bericht Nr. 143
August 2003

Hochtemperaturverformung geschlossenzelliger Aluminiumbasisschäume

Von der Fakultät für Chemie der Universität Stuttgart
zur Erlangung der Würde eines Doktors der
Naturwissenschaften (Dr. rer. nat.) genehmigte Abhandlung

Vorgelegt von
Matthias Haag
aus Stuttgart

Hauptberichter: Prof. Dr. phil. Eduard Arzt
Mitberichter: Prof. Dr. mont. Helmut Clemens
Tag der mündlichen Prüfung: 5. Dezember 2003

Max-Planck-Institut für Metallforschung
und
Institut für Metallkunde der Universität Stuttgart

Stuttgart 2003

Matthias Haag

Hochtemperaturverformung geschlossenzelliger Aluminiumbasisschäume

Institut für Metallkunde der Universität Stuttgart und MPI für Metallforschung Stuttgart

2003

152 Seiten, 50 Abbildungen, 2 Tabellen

Kurzzusammenfassung

In der vorliegenden Dissertation wurde das Kriechverhalten geschlossenzelliger Aluminiumbasisschäume (Handelsname: Alporas[®]) in drei Varianten (die relativen Dichten sind: 0,092, 0,112 und 0,163) untersucht. Es wurden Druckkriechversuche bei einer Temperatur von 300°C durchgeführt, wobei sich minimale Dehnraten zwischen 10^{-9} und 10^{-4} s^{-1} einstellten. Vollmaterialproben mit gleicher chemischer Zusammensetzung wie das Zellwandmaterial wurden durch Umschmelzen des Schaums hergestellt und bei gleicher Temperatur und im gleichen Dehnratenbereich wie die Schäume untersucht.

Die Schäume zeigen eine niedrigere Kriechfestigkeit und eine höhere Spannungsempfindlichkeit, als es durch das Modell von Gibson und Ashby für ideal regelmäßige Schäume vorhergesagt wird, wobei zur Berechnung morphologische Information des Schaums sowie Kriechergebnisse der Vollmaterialproben zu Grunde gelegt sind.

Zwei fundamental verschiedene Erklärungen werden für die gefundenen Abweichungen diskutiert: (1) Im Gegensatz zum Vollmaterial wird bei der Hochtemperaturverformung des Schaums die minimale Dehnratenrate durch spannungsabhängige, geometrische Instabilitäten seiner Struktur beeinflusst, und (2) bei gleicher makroskopischer Dehnratenrate weicht der dominierende Verformungsmechanismus des untersuchten Vollmaterials von demjenigen in den Zellwänden des Schaums ab.

Das Modell von Gibson und Ashby stellt eine untere Grenze tatsächlich auftretender Dehnraten dar. Für Vollmaterial ist eine empirische Näherungsformel zur Beschreibung des Übergangsverhaltens vom Versetzungskriechen zum Versetzungsgleiten bekannt. Angewandt für Schaum, kann der einzig notwendige Fit-Parameter dieser Gleichung mit Hilfe des Ergebnisses jeweils eines Hochtemperaturverformungstests bestimmt werden. Die so gefundene Gleichung beschreibt das Kriechverhalten der untersuchten Schaumvarianten gut.

Mittels pulvermetallurgischer Herstellungsrouten wurden Aluminiumbasisschäume mit dispersionsverstärktem, und somit kriechverfestigtem Zellwandmaterial hergestellt und untersucht, womit ein Weg zur Verbesserung der Warmfestigkeit hochporöser Aluminiumwerkstoffe aufgezeigt ist.

Matthias Haag

Creep of closed-cell aluminium-based foam

Institut für Metallkunde der Universität Stuttgart and MPI für Metallforschung Stuttgart
2003

152 pages, 50 figures, 2 tables

Abstract

Within this doctoral thesis the creep behaviour of commercially produced closed-cell aluminium-based foams (trade name: Alporas[®]) in three variants (relative densities are 0.092, 0.112 and 0.163) was studied. Compressive creep tests were performed at 300°C and at strain rates ranging from 10^{-9} to 10^{-4} s⁻¹. Bulk reference material exhibiting the same chemical composition as the cell walls was produced by melting the foam and investigated at the same temperature and in the same strain rate regime as the foam variants.

Results of the foam creep experiments show that the three variants exhibit a lower creep strength and a higher stress exponent than predicted by the Gibson and Ashby model for ideally regular foams, using morphologic information about the three investigated variants and the creep data of the bulk reference material.

Two fundamentally different mechanisms can in principle be responsible for the deviations found: (1) The minimum creep rate observed in the creep test is affected by stress-dependent geometric instabilities which are only present in the foam, and (2) the dominating deformation mechanism in the cell wall material is different from that acting in the bulk reference material at the same macroscopic strain rate.

An empirical rate equation, known for describing the power-law breakdown behaviour of fully dense material, is based on Gibson and Ashby's model as a lower bound of strain rate and on one single deformation test at elevated temperature. The equation describes the experimentally found creep data of the three investigated foam variants well.

Making use of a powder metallurgic production route, aluminium-based foams exhibiting dispersion strengthened and therefore creep resistant cell wall material have been produced and investigated. So a way to improve the creep resistance of highly porous aluminium-based materials is proposed.

Vorwort

Die vorliegende Arbeit wurde vom Juni 1999 bis August 2003 am Institut für Metallkunde der Universität Stuttgart und MPI für Metallforschung in Stuttgart durchgeführt. Allen, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben, möchte ich recht herzlich danken.

Mein besonderer Dank gilt meinem Doktorvater Herrn Prof. Dr. E. Arzt für die Möglichkeit der Promotion, seine vielen Anregungen und seine Diskussionsbereitschaft, sowie die gewissenhafte Tätigkeit als Hauptberichter.

Für die intensive Betreuung der Arbeit bedanke ich mich recht herzlich bei Herrn Dr. Alexander Wanner. Unermüdlich trat er für den Fortgang der Arbeit ein. Durch seine Fähigkeit wissenschaftliche Gedankengänge konsequent weiterzuentwickeln hat er maßgeblich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen.

Herr Prof. H. Clemens, seit Juni 2000 am Forschungszentrum Geestacht und Herr Prof. O. Kraft, seit März 2002 am Forschungszentrum Karlsruhe und der Universität Karlsruhe, haben das Forschungsthema metallische Schäume am Institut für Metallkunde ins Leben gerufen, meine Arbeit initiiert, ihr wichtige Impulse gegeben und haben mich, trotz ihres Weggangs zu anderen Forschungseinrichtungen, bis zuletzt tatkräftig unterstützt und motiviert. Ausdrücklich danke ich Herrn Prof. H. Clemens für die Übernahme der Tätigkeit als Mitberichter.

Mein Dank gilt der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG), die durch ihre finanzielle Hilfe im Rahmen des Schwerpunktprogramms 1075 diese Arbeit ermöglicht hat. Auch danke ich Fa. Shinko Wire Co. Ltd. in Japan für die großzügige Versorgung mit Probenmaterial.

Allen Mitarbeitern des Instituts möchte ich für die bereitwillige Hilfe und das stets angenehme Arbeitsklima danken.

Nicht zuletzt möchte ich mich bei meinen Eltern bedanken, die mir während der ganzen Zeit große Unterstützung entgegengebracht haben.

Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung	13
2 Problemstellung und Ziel der Arbeit	15
3 Stand der Forschung	17
3.1 Metallische Schäume	17
3.1.1 Begriffsdefinitionen	17
3.1.2 Ermittlung von Kennwerten bei Schäumen	18
3.1.3 Strukturelle Einflüsse auf die mechanischen Eigenschaften	20
3.1.3.1 Relative Dichte	20
3.1.3.2 Anisotropie	20
3.1.3.3 Homogenität	21
3.1.3.4 Porengröße und Porengrößenverteilung	22
3.1.3.5 Berücksichtigung realer Schaumstrukturen in geometrischen Modellen	23
3.1.4 Schaumherstellung	24
3.1.4.1 Schäumen aus der Schmelze	24
3.1.4.2 Verpressen von Metallpulvern mit Treibmittel	25
3.2 Hochtemperaturplastizität bei Vollmaterial	27
3.2.1 Allgemeine Beschreibung des Kriechverhaltens	27
3.2.2 Praktische Vorgehensweise zur Ermittlung von Kriechdaten	28
3.2.3 Kriechmechanismen	29
3.2.3.1 Durch Versetzungsklettern kontrollierte Kriechprozesse	30
3.2.3.2 Übergangsverhalten zum Versetzungsgleiten	30
3.2.3.3 Abhängigkeit des Kriechmechanismus von Spannung und Temperatur	31
3.2.3.4 Dispersionsgehärtete Werkstoffe	33
3.2.4 Die Versetzungssubstruktur in Abhängigkeit von der Spannung	35
3.3 Hochtemperaturverhalten metallischer Schäume	37
3.3.1 Das Kriechmodell von Gibson und Ashby	37
3.3.2 Kriechknicken unter Druckbelastung	41
3.3.3 Bisherige Untersuchungen	41
3.4 Zusammenfassung des Standes der Forschung	44
3.5 Aufgabe	45

4 Experimentelle Untersuchungen	47
4.1 Probenmaterial	47
4.1.1 Wahl des metallischen Schaums	47
4.1.2 Legierungszusammensetzung des Zellwandmaterials	48
4.1.3 Herstellung der Schaumproben	48
4.1.4 Bestimmung der relativen Dichten	49
4.1.5 Herstellung von Vollmaterial	49
4.2 Strukturelle Charakterisierung	51
4.2.1 Präparation	51
4.2.2 Rechnergestützte quantitative Analyse	53
4.2.3 Gewonnene morphologische Parameter	55
4.2.3.1 Relative Dichte	56
4.2.3.2 Parameter Φ	56
4.2.3.4 Inhomogenität Ω	60
4.2.4 Grenzen der Bildanalyse	61
4.3 Mikrostruktur des Zellwandmaterials	62
4.3.1 Metallographische Präparation	62
4.3.2 Ätzung nach Barker und lichtmikroskopische Untersuchung	62
4.3.3 Ionenstrahl-Rasterelektronenmikroskopie	63
4.3.4 Kornorientierungsbilder	63
4.3.5 Transmissionselektronenmikroskopie	64
4.4 Mechanische Prüfung	65
4.4.1 Versuchseinrichtung	65
4.4.2 Versuchsdurchführung	68
4.5 Registrierende Nanohärteprüfung	68
5 Ergebnisse	71
5.1 Quantitative Analyse der Schaumstruktur	71
5.1.1 Relative Dichte	71
5.1.2 Anteil Zellwandmaterials in den Sterben Φ	72
5.1.3 Mittlere Porengröße und Porengrößenverteilung	72
5.1.4 Inhomogenitätsparameter Ω	75
5.2 Analyse der Mikrostruktur	76
5.2.1 Zellwandmaterial im Lieferzustand	76
5.2.2 Veränderung durch Hochtemperaturverformung	81

5.2.3 Mikrostruktur der Vollmaterialproben	84
5.3 Mechanische Eigenschaften des Schaums	87
5.3.1 Versuche unter konstanter Stauchrate	87
5.3.2 Kriechversuche	89
5.3.3 Registrierende Nanohärteprüfung	93
5.4 Mechanische Eigenschaften des Vollmaterials	95
5.5 Zusammenfassung der Ergebnisse	96
6 Diskussion	99
6.1 Vergleich der Ergebnisse	99
6.2 Vorhersagen durch das Modell von Gibson und Ashby	101
6.3 Vergleich der Messungen mit den Modellvorhersagen	103
6.4 Ursachen für die Abweichung zwischen Messungen und Modellvorhersagen	104
6.4.1 Instabilitäten der Schaumstruktur	104
6.4.2 Dispersionsverfestigung des Zellwandmaterials	107
6.4.3 Änderung des kriechgeschwindigkeitsbestimmenden Mechanismus	108
6.4.3.1 Lokale Spannungsverteilung	108
6.4.3.2 Übergangsverhalten zum Versetzungsgleiten im Zellwandmaterial	110
6.4.3.3 Aus Subkorngröße ermittelte Spannungen	111
6.4.3.4 Mögliche Auswirkungen	112
6.4.4 Schlussfolgerungen für die Anwendbarkeit des Modells von Gibson und Ashby	113
6.5 Erweitertes Kriechmodell	113
6.6 Schlussfolgerungen	119
7 Zusammenfassung	120
7 Zusammenfassung	121
8 Anhang: Entwicklung kriechbeständiger Aluminiumbasisschäume	123
9 Anhang: Messungen	131
9.1 Versuche unter konstanter Stauchrate	131
9.2 Kriechversuche	132
10 Literatur	135
English Summary	143

Verzeichnis der verwendeten Symbole und Abkürzungen

α	dimensionsloser Parameter zur Anpassung des Übergangsverhaltens
$\dot{\delta}$	Durchbiegungsrate
$\dot{\varepsilon}$	Dehnrate
$\dot{\varepsilon}_i$	Indentationsdehnrate
$\dot{\varepsilon}^*$	Dehnrate des Schaums
$\dot{\varepsilon}_{plateau}$	Verformungsrate bei der die Plateauspannung ermittelt wurde
Φ	Volumenanteil des Zellwandmaterials in den Stegen
μ	Schubmodul (nur in Abbildung 4) sonst mit G bezeichnet
κ	Krümmung
λ	Subkorngröße
ρ^*	Dichte des Schaums
ρ^* / ρ_s	relative Dichte des Schaums
ρ_s	Dichte des Zellwand- oder Vollmaterials
σ	Spannung
σ^*	an den Schaum angelegte Spannung
$\sigma^*_{plateau}$	Plateauspannung des Schaums
σ_s	Schubspannung (nur in Abbildung 4) sonst mit τ bezeichnet
σ_{YS}	Streckgrenze des Zellwand- oder Vollmaterials
Ω	Inhomogenitätsparameter, gemessen als die Standardabweichung aller Grauwerte
A	Kriechkonstante
b	Burgersvektor
C	Werkstoffabhängige Kriechkonstante
C^*	Kriechkonstante des Schaums
C_S	Werkstoffabhängige Kriechkonstante des Zellwand- oder Vollmaterials
d	mittlere Porengröße
E	Elastizitätsmodul
E^*	Elastizitätsmodul des Schaums
E_S	Elastizitätsmodul des Zellwand- oder Vollmaterials
F	Kraft
G	Schubmodul
k_λ	werkstoffabhängige Konstante
l_l	maximale Ausdehnung einer Pore in planare Richtung

l_2	maximale Ausdehnung einer Pore in planare Richtung senkrecht zu l_1
n	Kriechexponent
n_s	Kriechexponent des Zellwand- oder Vollmaterials
Q_C	Aktivierungsenergie
R_A	Anisotropiefaktor
R	universelle Gaskonstante
T	Temperatur
T_m	Schmelztemperatur

REM	Rasterelektronenmikroskop
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
OIM	orientation imaging mapping
PLB	power-law breakdown
FIB	focused ion beam
RT	Raumtemperatur

1 Einleitung

Seit einigen Jahren hat sich die Herstellung von hochporösen metallischen Werkstoffen vom Labormaßstab hin zu einer industriellen Fertigung mit einem hohen Maß an Prozesssicherheit entwickelt (Alcan 1994, Åsholt 1999, ERG 1999, Mepura 1995, Shinko Wire 1997). Die unterschiedlichsten Herstellungsverfahren wurden vorgestellt und werden kontinuierlich verbessert, was ein breit gestreutes Angebot an qualitativ hochwertigen Metallschäumen mit unterschiedlichsten Eigenschaften zur Folge hat (Andersen et al. 1999, Banhart et al. 1993, Hartmann 1997, Hintz 1999). Das sorgt von Seiten potentieller Anwender aus vielen Industriebereichen für großes Interesse.

Bezüglich der mechanischen Eigenschaften metallischer Schäume bei Raumtemperatur sind bereits viele Untersuchungen durchgeführt worden. Sie betreffen vor allem die Festigkeit (Sugimura et al. 1997, Hagen und Beck 1998), das Verformungsverhalten (Banhart und Baumeister 1997) und die Aufnahme von Stoßenergie (Banhart et al. 1996). Grund dafür ist ihre vielversprechende Anwendung als Strukturbauteile im Leichtbau, sowie ihr Einsatz als richtungsunabhängige Crashabsorber. Metallische Schäume eignen sich zudem zum Bau von Wärmetauschern (Evans et al. 1998), zur Dämpfung von Schall und Körperschall (Ashby et al. 2000, Seite 171ff.), oder aber als Struktur mit großer chemisch aktiver Oberfläche, wie sie für Katalysatoren oder Akkumulatoren benötigt wird (Evans et al. 1998). Gegenstand von Untersuchungen sind auch Möglichkeiten zum Fügen (Sedliakova et al. 1997) und Beschichten (Maurer und Lugscheider 2001) von metallischen Schäumen, was häufig eine Grundvoraussetzung für ihren erfolgreichen Einsatz darstellt.

Bei erhöhten Temperaturen bietet der Einsatz von metallischen Schäumen besondere Vorzüge. So können Anforderungen an einen Leichtbauwerkstoff, wie hohe spezifische Steifigkeit bei gleichzeitig sicher duktilem Verhalten, ebenso erfüllt werden, wie eine hohe Warmfestigkeit. Diese Kombination mechanischer Eigenschaften kann nur mit einem metallischen Zellwandmaterial erreicht werden. Kommen aber metallische Schäume bei erhöhten Temperaturen zur Anwendung, so muss ab einer homologen Temperatur von etwa 0,3 ihre zeitabhängige Verformung in Betracht gezogen werden. Dies gilt im Besonderen, wenn die Schäume über einen langen Zeitraum eingesetzt werden. Beispielhaft seien Verbundplatten mit Schaumkern, sogenannte Sandwichstrukturen,

erwähnt (Ashby et al. 2000, Seite 113ff.), die in der Nähe von Verbrennungsmaschinen zum Einsatz kommen, oder aber offenzellige Metallschäume (Evans et al. 1998) die in Hochtemperaturfiltern, Wärmetauschern oder Katalysatoren eingesetzt werden.

Gibson und Ashby haben ein Modell für das Kriechen von Schäumen ausgearbeitet (Gibson und Ashby 1997, Seite 242 ff., Ashby et al. 2000, Seite 103ff.). Bisher haben sich aber nur wenige Veröffentlichungen dem tatsächlichen Kriechverhalten metallischer Schäume zugewandt und die Anwendbarkeit dieses Modells geprüft (Andrews et al. 1999 open, Andrews et al. 1999 close). Das ist insofern erstaunlich, als metallische Schäume gerade bei erhöhten Temperaturen ein überlegenes Eigenschaftsprofil aufweisen können. Konkurrierende Leichtbausysteme sind nämlich häufig technologisch auf Kunst- oder Klebstoffe angewiesen und stehen daher bei erhöhten Temperaturen nicht mehr zur Wahl. Beispielhaft seien hier aus Streifen geklebte Honigwaben aus dem Flugzeugbau erwähnt (Hertel 1960).

Unklarheit über das Kriechverhalten besteht vor allem bei den geschlossenzelligen Metallschäumen. Dies gründet sich zum einen auf ein Fehlen verlässlicher Kriechdaten des Zellwandmaterials einiger industriell hergestellter Schäume. Zudem weisen vor allem pulvermetallurgisch hergestellte Schaumkörper häufig eine makroskopisch ungleichmäßige Massenverteilung auf, mit der Folge, dass daraus entnommene Probenkörper hohe Dichteschwankungen zeigen und daher keine ausreichend reproduzierbaren Prüfergebnisse liefern. Bisher veröffentlichte Untersuchungen an einem aus der Schmelze gewonnenen, geschlossenzelligen Aluminiumbasisschaum (Handelsname Alporas[®]) zeigen eine mit steigender Belastung zunehmende Diskrepanz zwischen Modellvorhersage und durchgeführten Messungen auf (Andrews et al. 1999 close). Die Autoren geben als eine mögliche Ursache für die gefundenen Abweichungen lokale Spannungserhöhungen als Folge von Schauminhomogenitäten an. Weder ist aber der Einfluss des Zellwandmaterials auf das Verhalten des Schaums geklärt, noch können die gefundenen Ergebnisse zu nicht untersuchten Belastungsfeldern (gemeint ist Temperatur und angelegte Spannung) hin extrapoliert werden. Die gefundenen Ergebnisse sind weder auf ähnliche noch auf andersartige Schäume übertragbar.

2 Problemstellung und Ziel der Arbeit

Der Wissensstand zu Beginn dieser Arbeit bezüglich einer Vorhersage über das Hochtemperaturverhalten metallischer Schäume muss als unzureichend angesehen werden. So sieht sich ein potenzieller Anwender bisher gezwungen, umfangreiche und zeitaufwendige Kriechversuche im anzunehmenden Belastungsfeld durchzuführen. Verlässliche Aussagen sind dann trotzdem nur über diese spezielle Variante von Metallschaum und nur im Bereich der untersuchten Spannungen möglich. Prognosen zu den technisch interessanten, geringeren Spannungen hin bergen die Gefahr der Fehleinschätzung. Da bei einer Auswahl von Metallschaum zunächst unklar ist, ob die Voraussetzungen zur Anwendung des Modells von Gibson und Ashby gegeben sind oder nicht, ist das Modell zurzeit nur sehr bedingt eine Hilfe. Zudem sind bei einigen kommerziell erhältlichen metallischen Schäumen verlässliche Kennwerte des Zellwandmaterials nicht bekannt, so dass sich die Eingangsdaten des Modells zwangsläufig auf Vermutungen über das tatsächliche mechanische Verhalten des Zellwandmaterials stützen. Für die Entwicklung, die Auslegung und den Einsatz von Metallschäumen bei erhöhten Temperaturen gilt es aber Kennwerte und Modelle bereitzustellen sowie ihren Gültigkeitsbereich klar abzugrenzen. Nur so ist es möglich, ein anwendungsspezifisches Belastungsfeld mit einem entsprechenden Kriechverhalten zu verbinden und verlässliche Vorhersagen zu treffen.

Unter diesen Gesichtspunkten werden in der vorliegenden Arbeit kommerziell erhältliche geschlossenzellige Aluminiumbasisschäume (Alporas[®]) in drei Varianten untersucht. In einem ersten Schritt sollen die beiden hauptsächlichsten Einflussfaktoren auf die mechanischen Eigenschaften von Schäumen analysiert werden. Das ist zum einen ihr struktureller Aufbau, im Folgenden auch Schaummorphologie genannt, und zum anderen das Zellwandmaterial, für metallische Schäume also die Legierungszusammensetzung und das Gefüge in Abhängigkeit von seiner thermomechanischen Vorgeschichte. Zur quantitativen Strukturanalyse soll ein Verfahren vorgestellt werden, das zerstörungsfrei und schnell durchzuführen ist, sowie, aufgrund einer großen Analysefläche, repräsentative Aussagen ermöglicht. Das Gefüge des Zellwandmaterials wird licht-, raster- und transelektronenmikroskopisch, sowie mittels fokussiertem Ionenstrahl untersucht. Durch den Einsatz der registrierenden Nanohärteprüfung sollen Informationen über das Zellwandmaterial gewonnen werden. Zudem werden durch Einschmelzen des metallischen

Schaums Vollmaterialproben mit gleicher chemischer Zusammensetzung und ähnlichem Gefüge wie das des Zellwandmaterials hergestellt und anschließend geprüft. In einem zweiten Schritt werden Hochtemperaturkennwerte der metallischen Schäume sowohl durch Kriechversuche unter konstanter Last als auch durch Versuche unter konstanter technischer Stauchrate gewonnen.

Ziel dieser Arbeit ist es, das Hochtemperaturverhalten der metallischen Schäume phänomenologisch zu beschreiben. Auf diese Weise werden zum einen neue Erkenntnisse über die tatsächlich dominierenden Kriechmechanismen im Zellwandmaterial in Abhängigkeit von der angelegten Spannung gewonnen, zum anderen werden mit dieser Arbeit wichtige Hinweise für zukünftige Untersuchungen und Entwicklungen hochporöser Werkstoffe zum Einsatz bei erhöhten Temperaturen gegeben.

3 Stand der Forschung

3.1 Metallische Schäume

3.1.1 Begriffsdefinitionen

Metallische Schäume sind hochporöse, zellulare Werkstoffe. Ihr Volumen besteht aus weniger als 30 vol. % festem Material (im Folgenden als Zellwandmaterial bezeichnet) (Gibson und Ashby 1997, Seite 15). Der am häufigsten angegebene Parameter für Schäume ist die relative Dichte ρ^*/ρ_s , (die Dichte des Schaums ρ^* geteilt durch die Dichte des Feststoffes aus dem er erstellt ist ρ_s). Es wird zwischen offenzelligem Schaum (auch als Schwamm bezeichnet), der von Fluiden durchdrungen werden kann, und geschlossenzelligem Schaum unterschieden. Bei den meisten Modellbetrachtungen wird Schaum als eine regelmäßige Struktur, aufgebaut aus einer Vielzahl identischer Zellen, betrachtet, siehe Abbildung 1.

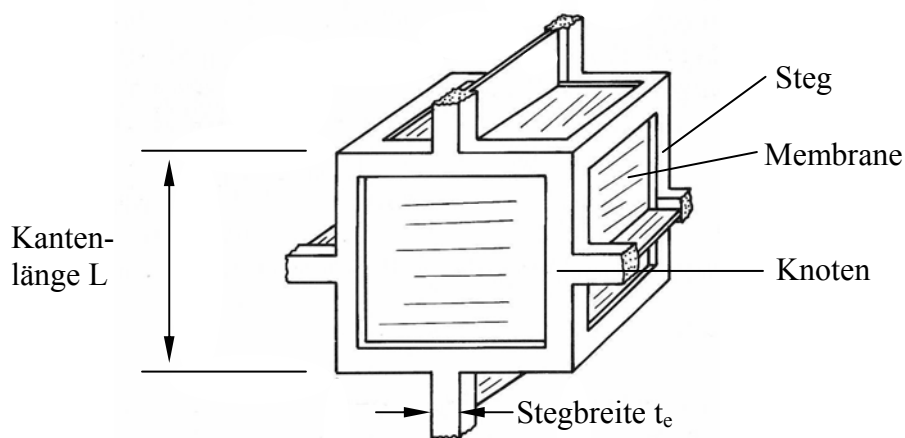


Abbildung 1: Kubisches Modell einer Zelle mit der Kantenlänge L und der Stegbreite t_e für geschlossenzelligen Schaum (Quelle: Gibson und Ashby, 1997).

Eine Zelle ist aus Zellwandmaterial um einen in der Mitte befindlichen Hohlraum (= Pore) aufgebaut. Bei offenzelligen Schäumen befindet sich das Zellwandmaterial ausschließlich in Stegen, die an Knoten zusammenlaufen. Für geschlossenzellige Schäume kommen noch zwischen den Stegen befindliche Membranen hinzu (Abbildung 1).

Da die Modelle von Gibson und Ashby sowohl für offenzellige als auch geschlossenzellige Schäume hergeleitet sind, wurde hier zudem ein Parameter Φ eingeführt, der den Volumenanteil an Zellwandmaterial in den Stegen und den verbleibenden Anteil $(1 - \Phi)$ in den Membranen angibt (Gibson und Ashby 1997, Seite 40).

3.1.2 Ermittlung von Kennwerten bei Schäumen

In der Materialkunde wird häufig Quasihomogenität und Quasiisotropie von Werkstoffen angenommen. Es wird also vorausgesetzt, dass sich Materialunterschiede und Richtungsabhängigkeiten mit hinreichender statistischer Wahrscheinlichkeit ausgleichen, wenn das Gesamtvolumen im Verhältnis zur Ausdehnung der Störeinflüsse groß genug gewählt wird. Kennwerte sollten durch repräsentative Prüfungen ermittelt werden, es sollen sich also keine Erscheinungen zeigen, die vom größten Teil des Werkstoffes abweichen. Im besonderen bei Metallschaum muss festgelegt sein, was zur Ermittlung von Kennwerten zu Grunde gelegt wurde:

Bauteiluntersuchen werden direkt an industriellen Erzeugnissen durchgeführt. Die Kennwerte sind also durch eventuell vorhandene Schaumhaut, die sich bei der pulvermetallurgischen Herstellung um den Schaumkörper ausbildet (Banhart et al. 1993) und makroskopischen Dichteschwankungen (beabsichtigt oder unbeabsichtigt) beeinflusst. Auch kann der Schaum beschichtet oder Teil eines gefügten Verbundes sein. Häufig entspricht die Prüfrichtung der späteren Hauptbelastungsrichtung.

Schaumuntersuchungen müssen, abhängig von der Schaummorphologie auf ein gewisses Mindestvolumen und gegebenenfalls auch eine Richtung bezogen werden. Ein Schaumvolumen, bei dem sich vergleichbare mechanische Eigenschaften einstellen, kann für regelmäßig aufgebaute Schäume kleiner gewählt werden als für Schäume mit ausgeprägter Porengrößenverteilung und/oder Schäumen mit Dichteschwankungen. (Gemeint sind hier Dichteschwankungen, deren Ausdehnung weit über die der mittleren Porengröße hinausgeht. Solche werden auch als mesoskopische Dichteschwankungen bezeichnet. Näheres siehe Abschnitt 3.1.3.3). Als Anhaltspunkt wird von Lakes angegeben, dass eine Beschreibung des mechanischen Verhaltens von Schaum nicht mehr möglich ist, wenn das Verhältnis von Probendurchmesser zu Zellgröße kleiner 20 ist (Lakes 1993).

Zellwandmaterialuntersuchungen beziehen sich auf die mechanischen Eigenschaften der Stege und Membranen des Schaums, die als Vollmaterial betrachtet werden. Es kommt zu einer Mittelung über das metallische Gefüge des Zellwandmaterials, wie beispielsweise seiner Kornstruktur sowie seiner Defekte und Einschlüsse. Das direkte Messen von mechanischen Eigenschaften des Zellwandmaterials ist aufgrund der sich ergebenden kleinen Probengrößen sehr schwierig. Leider sind auch Literaturkennwerte eines dem Zellwandmaterial entsprechenden Vollmaterials oft nicht greifbar. Zumindest bei schmelzmetallurgisch gewonnenen Schäumen wird die Legierungszusammensetzung des Zellwandmaterials durch den Schaumherstellungsprozess beeinflusst was mit der Zugabe von Treibmittel und Additiven zusammenhängt (siehe auch Abschnitt 3.1.4.1). Auch bleibt die thermomechanische Vorgeschichte des Zellwandmaterials, bedingt durch die Geheimhaltung der Herstellungsparameter, oft unklar. Alternativ kann mittels Nanoindenter (Kraft et al. 2001) gearbeitet werden um mechanische Eigenschaften direkt am Zellwandmaterial zu bestimmen.

3.1.3 Strukturelle Einflüsse auf die mechanischen Eigenschaften

3.1.3.1 Relative Dichte

Die wichtigste charakterisierende Kenngröße eines Schaums ist seine relative Dichte ρ^*/ρ_S . Das liegt zum einen daran, dass ρ^*/ρ_S leicht und eindeutig durch Wiegen und Dimensionsmessungen eines Schaumkörpers zu bestimmen ist, zum anderen geht diese Kenngröße direkt in die meisten Modellvorhersagen ein. Die Modellbetrachtungen von Gibson und Ashby liefern dabei Verhältnisse zum entsprechenden Vollmaterialkennwert. Um den starken Einfluss der relativen Dichte auf die mechanischen Eigenschaften des Schaums zu verdeutlichen, seien exemplarisch die Gleichungen für den Elastizitätsmodul und die Streckgrenze (bei Schaum die Plateauspannung) in Abhängigkeit vom Parameter Φ (für offenzellige Schäume ist $\Phi = 1$) angegeben (Gibson und Ashby 1997, Seite 195 bzw. Seite 208):

$$\frac{E^*}{E_S} \approx \Phi^2 \left(\frac{\rho^*}{\rho_S} \right)^2 + (1 - \Phi) \frac{\rho^*}{\rho_S} \quad \text{Gleichung 1}$$

$$\frac{\sigma_{plateau}^*}{\sigma_{ys}} \approx \left(\Phi \frac{\rho^*}{\rho_S} \right)^{3/2} + (1 - \Phi) \frac{\rho^*}{\rho_S} \quad \text{Gleichung 2}$$

In den Gleichungen 1 und 2 symbolisiert E^* den Elastizitätsmodul des Schaums, E_S den Elastizitätsmodul des Zellwandmaterials, $\sigma_{plateau}^*$ die Plateauspannung des Schaums und σ_{ys} die Streckgrenze des Zellwandmaterials.

3.1.3.2 Anisotropie

Eine Anisotropie, also Richtungsabhängigkeit, der mechanischen Eigenschaften des Metallschaums muss in Betracht gezogen werden, wenn seine Poren ein Längen-zu-breitenverhältnis ungleich 1 aufweisen und in eine Vorzugsrichtung orientiert sind. Diese Charakteristik spiegelt sich in einem Anisotropiefaktor $R_A = l_1/l_2$ wider, wobei l_1 die maximale Ausdehnung der Poren in planare Richtung und l_2 die maximale Ausdehnung senkrecht dazu symbolisiert. Ein Anisotropiefaktor von $R_A = 1,2$ hat eine richtungsabhängige Steifigkeitsdifferenz von fast 100% zur Folge (Gibson und Ashby

1997, Seite 47). Vor allem bei pulvermetallurgisch hergestelltem Schaum kommt es während des Aufschäumvorgangs bedingt durch die Schwerkraft zu einem Fließen des Zellwandmaterials um die Poren herum nach unten. Dieser Vorgang wird als Drainageeffekt bezeichnet (Walstra 1993, Hutzler 1997). Untersuchungen des Schaumbildungsprozesses haben zudem gezeigt, dass vor allem im Anfangsstadium die Ausbreitungsrichtung der Poren von der Vorzugsrichtung des stranggepressten Halbzeuges (Vormaterial) abhängt (Banhart und Baumeister 1997).

3.1.3.3 Homogenität

Bisher wurde keine eindeutige Maßzahl für die (In-)Homogenität von metallischen Schäumen definiert. Im Rahmen des Arbeitskreises „Quantitative Gefügebeschreibung“ an der TU Freiberg im März 2000 wurde hierzu festgehalten, dass immer ein konkreter Bezug anzugeben ist, z.B. bezüglich der Dichte oder einer Abweichung von einem angenommenen Modell oder einer Verteilungsfunktion eines betrachteten Parameters.

In dieser Arbeit sei der Grad der Homogenität von Schaum durch die örtlichen Unterschiede der relativen Dichte auf mesoskopischer Ebene charakterisiert. „Mesoskopisch“ bedeutet, dass Volumina betrachtet werden, die weit überhalb der mittleren Porengröße aber weit unterhalb der Probengröße des Schaums liegen (Lakes 1993). Kommt es jedoch zwischen ganzen Schaumkörpern (wie Prüflingen oder Bauteilen) zu Dichteschwankungen, so sollen diese als „makroskopische“ Dichteschwankungen bezeichnet werden.

Murphy schlägt zur Ermittlung der Homogenität von Schäumen die Verwendung eines Messrahmens vor, der an einem Schnitt durch den Schaum (also zweidimensional) den jeweiligen Flächenanteil der Poren feststellt (Murphy et al. 1997). Wird dieser Rahmen auf einer Messfläche verschoben, so kann für jede Position ein Wert ermittelt werden. Aus der Standardabweichung so ermittelter Flächenanteile, geteilt durch den durchschnittlichen Flächenanteil, ist ein sogenannter Änderungskoeffizient (coefficient of variation) zu berechnen, der Ausdruck der Homogenität ist.

Degischer et al. haben gezeigt, dass die Dichteverteilung eines Schaums auch aus dreidimensionaler Information mittels eines hochauflösenden Computer Tomographen (CT) gewonnen werden kann (Degischer et al. 1999). Das Verfahren des sogenannten 3D

Dichtemappings hat den Vorteil, dass das Innere einer Probe zerstörungsfrei aufgenommen werden kann. Materialanhäufungen (Cluster) und übergroße Poren, die bei einer Analyse an Schnittflächen unter Umständen verborgen bleiben, können so detektiert werden.

3.1.3.4 Porengröße und Porengrößenverteilung

Die mittlere Porengröße und die relative Dichte des Schaums stehen aufgrund des Schaumbildungsprozesses in einem gewissen Zusammenhang. Dies gründet sich darauf, dass mit zunehmender Dauer des eigentlichen Schäumvorgangs sowohl die Anzahl als auch das Volumen der Poren vergrößert wird, folglich verringert sich dabei auch die relative Dichte des Schaums. Eine empirische Näherung erlaubt es in gewissen Grenzen einen direkten Zusammenhang zwischen mittlerer Porengröße und Dichte des Schaums herzustellen (Huschka 1998, Kapitel 5.9). Danach ergibt sich folgende zur Dichte umgekehrt proportionale Abhängigkeit.

$$d \propto \frac{1}{\rho^*} - \frac{1}{\rho_s} \quad \text{Gleichung 3}$$

Wobei d den mittleren Porendurchmesser, ρ^* die Dichte des Schaums und ρ_s die Dichte des Zellwandmaterials symbolisiert. Da im Bereich $\rho^*/\rho_s = 1$ keine Poren im Material zu erwarten sind, wurde dies durch den Term $1/\rho_s$ berücksichtigt.

Zu einer Häufigkeitsverteilung der Porengröße kommt es bei der Schaumbildung, da die Poren weder gleichzeitig entstehen noch konstantem Wachstum ausgesetzt sind. Die Breite der Verteilung nimmt mit zunehmender Dauer des Schäumvorgangs zu, die Dichte des Schaums hingegen ab.

Die Porengrößenverteilung wurde von Huschka zur Beschreibung des Verlaufes von Spannungs-Stauchungskurven verwendet, indem die reale Schaumstruktur in Porenklassen unterteilt wurde. Der beobachtete pseudo-linearere Kraftanstieg während der Stauchung kann so durch die Überlagerung zweier Verformungsmechanismen, nämlich die plastische Verformung von Poren geringer Streckgrenze und die elastische Verformung von Poren höherer Festigkeit, simuliert werden (Huschka 1998).

3.1.3.5 Berücksichtigung realer Schaumstrukturen in geometrischen Modellen

Eine reale Schaumstruktur kann durch eine Vielzahl unterschiedlichster Angaben charakterisiert werden. Eine quantitative Beurteilung basiert jedoch auf tatsächlich in der räumlichen Struktur existierender Größen (Saltykov 1974), wovon im Abschnitt 3.1.3 nur einige beschrieben wurden. Aufgrund der Vielzahl verschiedenartiger Metallschäume aus unterschiedlichsten Herstellungsverfahren kann nicht allgemeingültig festgelegt werden, welche Strukturparameter das tatsächliche mechanische Verhalten im Besonderen beeinflussen. Von entscheidender Bedeutung ist letztlich immer eine Korrelation strukturbeschreibender Kenngrößen mit dem tatsächlichen mechanischen Verhalten der entsprechenden Schäume. Hierzu müssen schlüssige Modelle dienen. Werden aber beispielsweise die Porenformen wie bei den Modellen von Menges und Knipschild (Menges und Knipschild 1975) und Zhang (Zhang 1989) oder die tatsächlichen geometrischen Verhältnisse eines Schaums (Ko 1965) in die Modelle eingearbeitet, so nimmt nicht nur die Komplexität einer Vorhersage zu, auch müssen die zusätzlich verwendeten Eingangsdaten durch Untersuchungen am Schaum in eindeutiger Weise ermittelt werden.

Ein Vergleich von Messdaten unterschiedlicher Metallschäume mit verschiedenen Modellvorhersagen hat Huschka die Notwendigkeit aufgezeigt, die Anwendbarkeit von bestehenden Modellen auf bestimmte Dichtebereiche und/oder Schaumsorten zu beschränken. (Huschka 1998, Kapitel 3.3). Der in dieser Arbeit untersuchte Alporas[®]-Schaum sollte demnach durch das Modell von Gibson und Ashby gut beschrieben werden.

In Anlehnung an die wirklichen geometrischen Verhältnisse bei metallischen Schäumen wurde der Einfluss gekrümmter und welliger Zellmembranen auf die mechanischen Eigenschaften mittels finiter Elemente nachgebildet (Simone und Gibson 1998 B). Diese theoretischen Ergebnisse zeigen, dass bereits geringe Abweichungen von der idealen Struktur eine wesentliche Erniedrigung der Plateauspannung bewirken können, während der Elastizitätsmodul moderat erniedrigt wird.

Auch wurde der Einfluss der Verteilung des Zellwandmaterials zwischen Membranen und Streben (definiert durch den Parameter Φ) auf die mechanischen Eigenschaften mittels finiter Elemente untersucht (Simone und Gibson 1998 C). Die Autoren zeigen hier auf,

dass Φ keinen herausragenden Einfluss auf den E-Modul des Schaums zu haben scheint, wohingegen sich die Plateauspannung mit steigendem Materialanteil in den Streben und sinkender relativer Dichte erniedrigt. Es wird aber auf den in der Praxis auftretenden überlagernden Einfluss von gekrümmten Zellwänden, wie sie vor allem bei geringeren relativen Dichten auftreten, verwiesen. Um das Potenzial von Schäumen als Konstruktionswerkstoff zu verdeutlichen wird das Steifigkeits- zu Gewichtsverhältnis sowohl eines idealen geschlossenzelligen Schaums als auch einer regelmäßigen hexagonalen Honigwabenstruktur errechnet, wobei beide Strukturen vergleichbare Effizienz zeigen (Simone und Gibson 1998 C). Die praktisch ermittelten Ergebnisse aus Stauchversuchen an Schäumen sind diesem Ideal hingegen bei weitem unterlegen, was auf den großen Einfluss der tatsächlich auftretenden Strukturunregelmäßigkeiten hindeutet.

3.1.4 Schaumherstellung

Die Herstellung metallischen Schaums wird seit den 40er Jahren des letzten Jahrhunderts untersucht (Sosnik 1948). Seither wurde eine Vielzahl verschiedenartiger Verfahren entwickelt welche sich grob in Schmelzmetallurgie, Pulvermetallurgie und Oberflächentechnologie einteilen lassen. Die meisten Herstellungsverfahren erfüllen heute hohe Qualitätsanforderungen und die Vielzahl unterschiedlichster Verfahren öffnet ein breit gestreutes Anwendungsfeld (gute Übersicht geben sowohl Davies und Zhen 1993 als auch Baumeister 1997). In diesem Abschnitt sollen lediglich die beiden Verfahren kurz dargestellt werden, die in Bezug zur vorliegenden Arbeit stehen. Zum einen ist das die Schaumherstellung aus der Schmelze, wobei Legierungszusammensetzung als auch thermomechanische Vorgeschichte des Zellwandmaterials weitgehend durch den Herstellungsprozess vorgegeben sind. Der in dieser Arbeit untersuchte Aluminiumbasisschaum mit Handelsnamen Alporas[®] wird so hergestellt. Zum anderen das Verpressen von Metallpulvern mit Treibmittel zum späteren Aufschäumen dieses Halbzeuges im Ofen. Letzteres Verfahren lässt sich sowohl in Bezug auf die Legierungszusammensetzung als auch auf die Versuchsparameter im Labormaßstab individuell anpassen und scheint somit für die im Rahmen dieser Arbeit vorgestellte Entwicklung von Metallschaum mit kriechverfestigtem Zellwandmaterial geeignet.

3.1.4.1 Schäumen aus der Schmelze

Der in dieser Arbeit untersuchte geschlossenzellige Aluminiumbasisschaum Alporas[®] wird industriell durch ein schmelzmetallurgisches Verfahren hergestellt, das auf dem Schäumen direkt aus der Schmelze basiert.

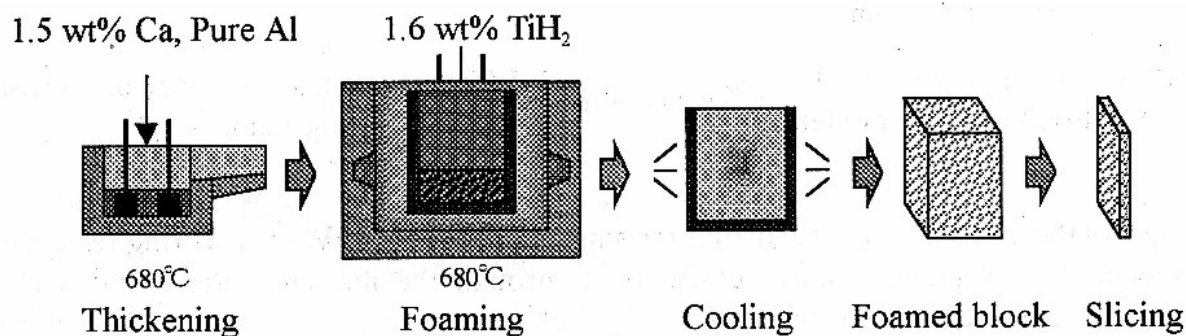


Abbildung 2: Schematische Darstellung zur Herstellung von Alporas[®] Schaum. Quelle: Fa. Shinko Wire 1997).

Wie Abbildung 2 zeigt, wird einer Aluminiumschmelze bei 680°C, etwa 1,5 gew. % Kalzium (Herstellerangabe) unter kräftigen Rühren an Luftatmosphäre zugegeben, was die Viskosität der Schmelze durch Bildung von Oxiden ansteigen lässt. In diese Schmelze hoher Viskosität wird das Treibmittel TiH_2 eingerührt, das sich aufgrund der hohen Temperatur und der Aggressivität der Schmelze rasch zersetzt. Das dabei freigesetzte Wasserstoffgas schäumt die Schmelze unter beträchtlicher Volumenzunahme auf. Ein rasches Aufsteigen der sich dabei bildenden Blasen wird durch die erhöhte Viskosität verhindert, bis der Schaum durch aktive Kühlung in einer Abgussform erstarrt ist. Es werden große Schaumblöcke hergestellt, die dann mittels Bandsägen zerteilt werden. Die Oberflächen der ausgelieferten Schaumplatten stellen sich folglich als Schnitt durch einen geschlossenzelligen Schaum dar. (Simone und Gibson 1998 A, Akiyama et al. 1987, Mijoshi et al. 1999)

3.1.4.2 Verpressen von Metallpulvern mit Treibmittel

Beim pulvermetallurgischen Herstellungsverfahren, siehe Abbildung 3, wird in einem ersten Schritt Metallpulver, mit Treibmittel (meist TiH_2) vermischt und anschließend vorkompaktiert, wobei zunächst noch keine vollständige Verdichtung dieses Materials erreicht wird. Durch anschließendes Verpressen oder alternativ durch Strangpressen, vorzugsweise beides bei erhöhten Temperaturen, wird dann ein schäumbares Halbzeug

hergestellt. Bei Temperaturen überhalb des Schmelzpunktes kann in einem zweiten Schritt diese pulvermetallurgisch gewonnene Legierung geschäumt werden. Dieser eigentliche Aufschäumvorgang findet meist in einer Form statt, die mit einer bestimmten Menge Halbzeugs beladen und dann erhitzt wird. Das Treibmittel schäumt die schmelzende Legierung auf und der zur Verfügung stehende Hohlraum wird mit Metallschaum ausgefüllt. Durch die Berührung des Zellwandmaterials mit den Innenflächen der Form entsteht dabei eine geschlossene Schicht um den Schaumkörper, die sogenannte Schaumhaut. Eine exakte Temperaturführung ist unumgänglich, um sowohl eine gleichmäßige Aufheizung des gesamten Halbzeugs zu erreichen, im Anschluss einen gleichmäßigen Schäumvorgang zu gewährleisten als auch schließlich den entstandenen Schaumkörper möglichst rasch zu konsolidieren (Banhart et al. 1993, Kunze et al. 1993, Baumeister 1990).

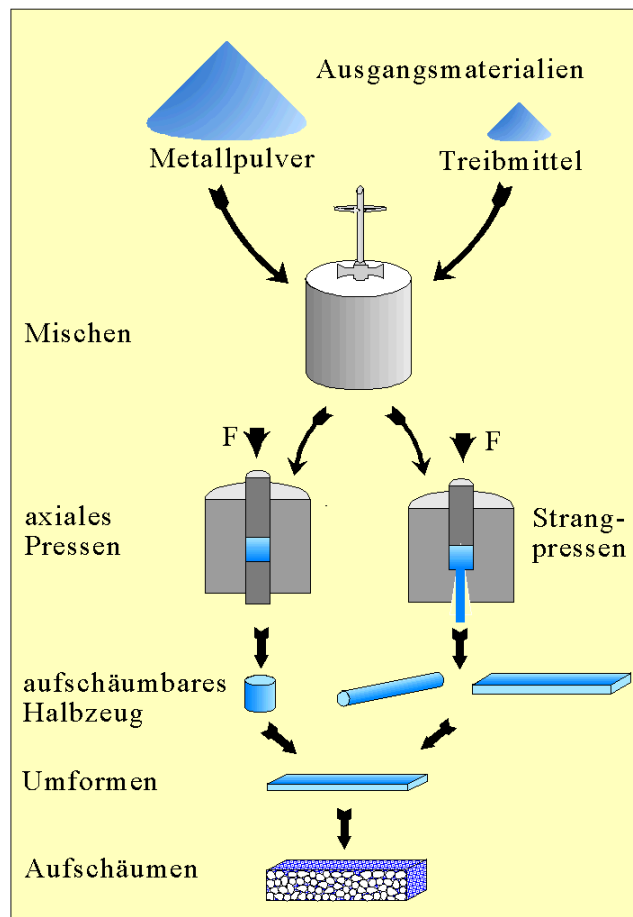


Abbildung 3: Schematische Darstellung zur pulvermetallurgischen Herstellung von geschlossenzelligem metallischen Schaum (Quelle: Banhart 1993).

3.2 Hochtemperaturplastizität bei Vollmaterial

3.2.1 Allgemeine Beschreibung des Kriechverhaltens

Ab einer Temperatur von etwa $0,3 \cdot T_m$ (T_m : Schmelztemperatur in K) können Metalle, ab $0,4 \cdot T_m$ deren Legierungen zum Kriechen neigen (Frost 1982, Seite 11). Unter dem Phänomen des Kriechens versteht man eine zeitabhängige plastische Verformung eines Werkstoffes unter mechanischer Spannung bei hoher homologer Temperatur. Im allgemeinen wird zur praktischen Untersuchung des Kriechverhaltens unter einer konstanten einachsigen Zug- oder Druckspannung σ die zeitabhängige technische Dehnung e des zu untersuchenden Werkstoffes bei der Temperatur T ermittelt. Die Ableitung der Dehnung nach der Zeit, $d\varepsilon/dt$, ergibt die Dehnrates $\dot{\varepsilon}$, die von den Versuchsparametern s und T und auch von der Zeit abhängt. Der zeitliche Verlauf der Dehnrates $\dot{\varepsilon}$ wird bei Vollmaterial im Allgemeinen in drei Bereiche eingeteilt:

- Primäres Kriechen ist durch eine kontinuierliche Abnahme der Dehnrates bestimmt. Dieses Verhalten gründet sich vor allem auf die dabei zunehmende Anzahl von Versetzungen im atomaren Gitter. Versetzungen sind zwar Träger der plastischen Verformung, die durch zusätzliche Versetzungen bedingten Gitterverzerrungen stellen aber Hindernisse für deren Mobilität dar. Der unter Kriechbelastung stehende Werkstoff wird somit verfestigt. Die Verformungsgeschwindigkeit bei gleichbleibender Spannung und Temperatur nimmt folglich ab.
- Sekundäres Kriechen. Dieser an das primäre Kriechen anschließende mehr oder weniger ausgedehnte Bereich ist durch eine konstante Dehnrates gekennzeichnet, hervorgerufen durch ein dynamisches Gleichgewicht zwischen verfestigenden und entfestigenden Mechanismen. Die Struktur der Hindernisse, die auf die Versetzungen wirkt, muss dabei nicht zwangsläufig gleich bleiben. Sekundäres Kriechens wird aufgrund der sich dabei einstellenden, typischerweise gleichförmigen Verformungsgeschwindigkeit im Angelsächsischen als „steady state“ bezeichnet.
- Tertiäres Kriechen ist durch eine kontinuierliche Zunahme der Dehnrates gekennzeichnet. Entfestigend wirkende Mechanismen dominieren. Es kommt

im Falle von Zugbelastung zur Bildung von Poren und/oder zur Einschnürung der Probe, sowohl im Falle der Druck- als auch der Zugbelastung verändert sich der Werkstoff mikrostrukturell. Die mittlere Korngröße des unter Kriechbelastung stehenden Werkstoffes kann sich verändern oder aber der Werkstoff kann rekristallisieren.

Von besonderem technischem Interesse ist die Dehnrates des Sekundärbereichs, die folgend der oben gemachten vereinfachten Einteilung gleichzeitig die minimale Dehnrates darstellt. Nimmt man an, dass der Einfluss von Temperatur und angelegter Spannung unabhängig voneinander betrachtet werden kann, und dass sich eventuelle mikrostrukturelle Veränderungen (wie Korngröße, Versetzungsdichte oder Versetzungssubstruktur) makroskopisch nicht auswirken, so wird die Abhängigkeit der minimalen Dehnrates $\dot{\epsilon}$ von der Temperatur und der angelegten Spannung mittels einer halbempirischen Potenzfunktion folgender Art beschreiben:

$$\dot{\epsilon} = C \cdot \sigma^{n_s} \cdot \exp\left(-\frac{Q_C}{RT}\right) \quad \text{Gleichung 4}$$

In Gleichung 4 steht C für eine werkstoffabhängige Konstante, n_s ist der Kriechexponent für den entsprechenden Werkstoff (Vollmaterial), Q_C steht für die Aktivierungsenergie, R für die universelle Gaskonstante und T für die absolute Temperatur (gemessen in Kelvin).

Es hat sich gezeigt, dass Gleichung 4 zur Beschreibung der realen Kriechverhältnisse von reinen Metallen und den meisten Legierungen, nicht aber für dispersionsgehärtete Werkstoffe (siehe Abschnitt 3.2.3.4), gut geeignet ist. Extrapolationen zu nicht untersuchten Belastungsfeldern sind aber nur dann möglich, wenn sichergestellt ist, dass sich der kriechgeschwindigkeitsbestimmende Mechanismus nicht ändert (siehe auch Abschnitt 3.2.3).

3.2.2 Praktische Vorgehensweise zur Ermittlung von Kriechdaten

Hält man in Kriechversuchen zunächst die Temperatur konstant und variiert von Versuch zu Versuch die angelegte Spannung, so lässt sich der Kriechexponent n_s mit Hilfe einer Norton-Auftragung ermitteln. Hier wird die jeweils minimale Kriechrate als Funktion der

angelegten Spannung doppelt-logarithmisch aufgetragen. Kann innerhalb eines bestimmten Dehnratenbereichs eine Gerade durch die eingetragenen Messpunkte gelegt werden, so lässt sich der entsprechende Kriechexponent als Steigung dieser Gerade ermitteln. Er ist Indikator für den in diesem Dehnratenbereich dominierenden Kriechmechanismus. Zeigen die Messwerte im untersuchten Dehnratenbereich keine einheitliche Abhängigkeit, so weist dies auf eine Änderung des kriechgeschwindigkeitsbestimmenden Mechanismus innerhalb der Versuchsreihe hin.

Wie alle thermisch aktivierten Prozesse lässt sich die Abhängigkeit von der Temperatur durch einen Arrhenius-Ansatz darstellen, so wie er durch den hinteren Faktor von Gleichung 4 beschrieben ist. Hält man die angelegte Spannung konstant und variiert die Versuchstemperatur, so erfolgt die Bestimmung der Aktivierungsenergie entsprechend der Arrhenius-Auftragung. Als Ordinate wird die minimale Kriechrate logarithmisch und als Abszisse die reziproke Temperatur $1/T$ linear aufgetragen. Liegen die Messwerte in diesem Diagramm auf einer Geraden, so lässt sich die entsprechende Aktivierungsenergie als Steigung dieser Gerade ermitteln. Der Wert der Aktivierungsenergie lässt Rückschlüsse auf den in diesem Belastungsfeld dominierenden thermisch aktivierten Prozess zu.

3.2.3 Kriechmechanismen

Die Hochtemperaturplastizität wird durch die Mobilität und Dichte von Versetzungen bestimmt und tritt bei mittleren bis hohen Spannungen auf. Dieses versetzungskontrollierte Kriechen wird aufgrund der dafür charakteristischen Abhängigkeit der Kriechrate von der angelegten Spannung (vergleiche Gleichung 4) im Angelsächsischen als „power-law creep“ bezeichnet. Die deutsche Bezeichnung lautet Potenzgesetzkriechen.

Das bei niederen Spannungsniveaus dominierende Diffusionskriechen, soll in dieser Arbeit nicht behandelt werden. Auch soll nur das sekundäre Kriechen, wie es durch das dynamische Gleichgewicht konkurrierender ver- und entfestigender Mechanismen bestimmt ist (siehe Abschnitt 3.2.1), betrachtet werden.

Eine Sonderstellung nehmen dispersionsgehärtete Werkstoffe ein. Ihr charakteristisches Kriechverhalten wird in Abschnitt 3.2.3.4 beschrieben.

3.2.3.1 Durch Versetzungsklettern kontrollierte Kriechprozesse

Im Gegensatz zum Diffusionskriechen wird beim Versetzungskriechen die makroskopische Verformung vor allem durch das Gleiten von Versetzungen bestimmt, der geschwindigkeitsbestimmende Mechanismus stellt aber ab einer homologen Temperatur von $0.5 \cdot T_m$ das Klettern der Versetzungen zum Überwinden von Hindernissen dar. Klettern von Versetzungen ist thermisch aktiviert. Dabei spielt die Diffusion von Atomen oder aber Leerstellen in der Nähe der Versetzungen eine entscheidende Rolle. Bei hohen Temperaturen kann dies durch Gitterdiffusion erfolgen (high temperature creep), bei niedrigeren Temperaturen wird die Diffusion hingegen maßgeblich von den Versetzungskernen (low temperature creep) bestimmt. Indikator hierfür ist die gefundene Aktivierungsenergie. Bei Legierungen kommt es um die Versetzungskerne zu lokalen Konzentrationsunterschieden, so dass auch die Beweglichkeit von in der Matrix gelösten Fremdatomen geschwindigkeitsbestimmend sein kann.

Beim Versetzungskriechen zeigen sich typische Spannungsexponenten n_s für reine Metalle mit Werten zwischen 3 und 5, für Legierungen zwischen 4 und 7.

3.2.3.2 Übergangsverhalten zum Versetzungsgleiten

Bei sehr hohen Spannungen wird die Mobilität der Versetzungen nicht mehr hauptsächlich durch den Kletterprozess um Hindernisse bestimmt. Vielmehr gewinnt das Gleiten von Versetzungen als geschwindigkeitsbestimmender Mechanismus mit zunehmender angelegter Spannung an Einfluss. Beim Erreichen der Fließspannung kommt es zum spontanen Versagen, das heißt die Verformungsgeschwindigkeit steigt mit einer Erhöhung der Spannung stark an. Das Übergangsverhalten vom Versetzungsklettern zum Versetzungsgleiten als geschwindigkeitsbestimmendem Mechanismus wird im Angelsächsischen als „power-law breakdown (PLB)“ bezeichnet, da diese stark beschleunigte Kriechverformung nicht mehr mit dem Potenzgesetz in der Form von Gleichung 4 beschrieben werden kann, sondern durch einen mit steigender Spannung immer mehr zunehmenden Exponenten bestimmt ist. Die deutsche Bezeichnung heißt Übergangsverhalten zum Fließen.

Um das Übergangsverhalten rein empirisch beschreiben zu können, hat sich folgende Erweiterung von Gleichung 4 als geeignet erwiesen (Frost und Ashby 1982, Seite 13):

$$\dot{\epsilon} = \frac{C \cdot E}{\alpha^{n_s}} \left[\sinh \left(\alpha \frac{\sigma}{E} \right) \right]^{n_s} \cdot \exp \left(- \frac{Q_c}{RT} \right) \quad \text{Gleichung 5}$$

wobei α einen dimensionslosen Parameter darstellt, der an das tatsächliche Übergangsverhalten anzupassen ist.

Entsprechend des Verlaufs der sinh-Funktion reduziert sich Gleichung 5 annähernd zu Gleichung 4, wenn das Produkt aus α und σ nahe bei null liegt. Mit zunehmender Abweichung dieses Produkts von null, so durch Zunahme der angelegten Spannung σ , erhöht sich jedoch die vorhergesagte Dehnrates $\dot{\epsilon}$ in Gleichung 5 (power-law breakdown) gegenüber derjenigen in Gleichung 4 (power-law creep) mit der dafür typischen Abhängigkeit von der Spannung.

Wendet man die Gleichung 5 an, so gilt es den Parameter α an experimentelle Kriechergebnisse anzupassen. Die exponentielle Spannungsabhängigkeit des kletterkontrollierten Versetzungskriechen (power-law creep) wird mit n_s in Gleichung 5 eingebracht und bildet die Basis für die Beschreibung des Übergangsverhalten. Der Parameter α gibt das Spannungsniveau an, bei dem es zum Übergang der geschwindigkeits-bestimmenden Mechanismen (vom Potenzgesetzkriechen zum Übergangsverhalten zum Fließen) kommt. Es mag erstaunlich erscheinen, dass zur Anpassung der Gleichung 5 an das reale Übergangsverhalten nur der Parameter α notwendig ist, da ja das Produkt von n_s und α gleichzeitig den Grad der Spannungsabhängigkeit beschreibt. Folgend der Literatur (Frost und Ashby 1982, Seite 13) hat sich Gleichung 5 aber zur Beschreibung auch des Hochtemperaturverhaltens von Aluminium bisher gut eignet.

3.2.3.3 Abhängigkeit des Kriechmechanismus von Spannung und Temperatur

Die Anwendbarkeit der Formel 4 (Potenzgesetzkriechen) und 5 (Übergangsverhalten zum Fließen) zur Verknüpfung der makroskopischen Variablen Dehnrates, Spannung und Temperatur ist auf bestimmte Belastungsfelder beschränkt. Extrapolationen sind nur unter Vorbehalt möglich. Von besonderem technischen Interesse ist die Abhängigkeit des geschwindigkeitsbestimmenden Verformungsmechanismus von Spannung und

Temperatur. Von Frost und Ashby (Frost und Ashby 1982, Seite 17ff.) wurden hierzu Schaubilder entwickelt, mit deren Hilfe der jeweils dominierende Verformungsmechanismus identifiziert werden kann. Abbildung 4 zeigt ein solches Schaubild für reines Aluminium mit einer durchschnittlichen Korngröße von $d = 10 \mu\text{m}$.

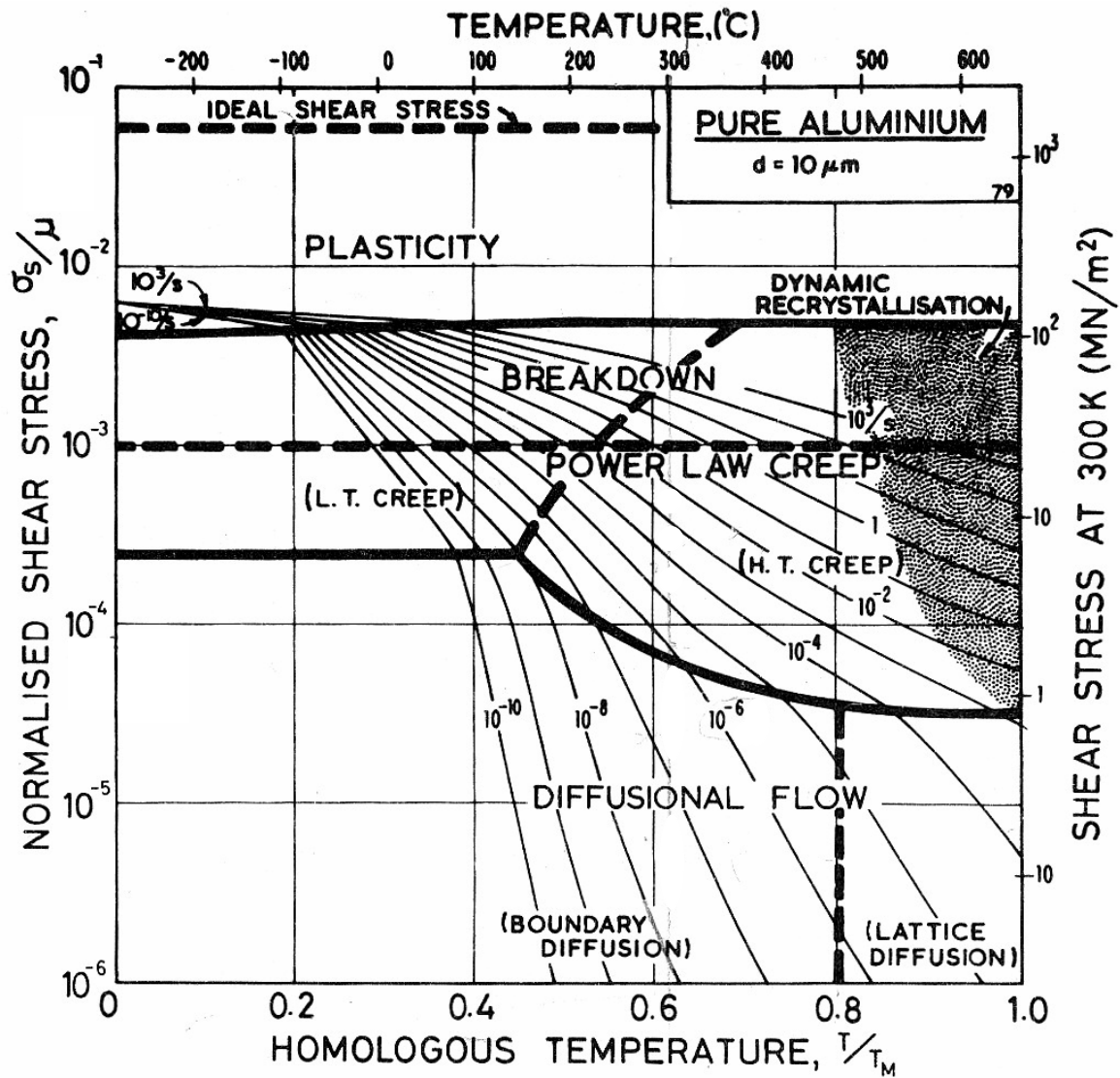


Abbildung 4: Schaubild des dominierenden Verformungsmechanismus in Abhängigkeit von Spannung und Temperatur für Reinaluminium (Quelle Frost & Ashby 1982).

In Abbildung 4 ist auf der Ordinate die durch den Schubmodul μ normierte Schubspannung σ_s , auf der Abszisse die homologe Temperatur T/T_M aufgetragen.

Ausdrücklich sei betont, dass die Symbole μ (hier für den Schubmodul) und σ_s (hier für die Schubspannung) in dieser Arbeit nicht weiter verwendet werden. Vielmehr wird der Schubmodul mit G symbolisiert, die Schubspannung mit τ . Auch geht diese Arbeit allgemein von angelegten Zug- oder Druckspannungen aus, die

mit σ symbolisiert werden. Die mit Schubspannungen versehene Ordinate des Schaubildes der Abbildung 4 lässt sich aber in Normalspannungen überführen. So gilt unter Zuhilfenahme des Mohrschen Spannungskreises (Courtney 2000, Seite 20ff.) für den einachsigen Spannungszustand: $\sigma = 2 \tau$.

Aufgrund experimenteller Daten und modellbasierter Ratengleichungen weisen Frost und Ashby für bestimmte Bereiche von Spannung und Temperatur den jeweils dominierenden Verformungsmechanismus aus. Zusätzlich eingetragen sind Linien gleicher Dehnrates. Entsprechend der Gleichung 4 zeigen diese Linien im Bereich des Versetzungskriechens („power-law creep“) (siehe Abbildung 4) etwa konstanten Abstand. Anders im darüber liegenden Bereich des Versetzungsgleitens („breakdown“): Hier nimmt der Abstand der Iso-dehnrateslinien mit steigender Spannung ab, so wie es durch Gleichung 5 beschrieben wird.

3.2.3.4 Dispersionsgehärtete Werkstoffe

Bei dispersionsgehärteten Werkstoffen versagt die Beschreibung des Hochtemperaturverhaltens durch das Potenzgesetz in der Art von Gleichung 4. Charakteristisch für Dispersionshärtung ist eine gegenüber dem Grundwerkstoff abnormal hohe Spannungsabhängigkeit (es werden Spannungsexponenten n_s bis 150 gemessen (Otsuka et al. 1993)). Dieser Bereich hoher Spannungsempfindlichkeit kann für sehr grobe Gefüge eine Ausdehnung von bis zu acht Zehnerpotenzen in der Dehnrates haben, aber auch feinkörnige Werkstoffe zeigen eine beträchtlich erhöhte Spannungsabhängigkeit ($n_s \gg 10$) über zumindest zwei Zehnerpotenzen (Arzt und Rösler 1988). Die gemessene Aktivierungsenergie zeigt für dispersionsgehärtete Werkstoffe häufig Werte, die weit über diejenigen für Volumendiffusion liegen (Aktivierungsenergie für Aluminium beträgt 142 kJ/mol).

Wie in Abbildung 5 schematisch in einer Norton-Auftragung dargestellt, kann sich sowohl oberhalb als auch unterhalb eines Bereiches abnormal hoher Spannungsabhängigkeit (Bereich II), also sowohl bei sehr hohen Spannungen (Bereich I), als auch bei sehr hohen Temperaturen in Verbindung mit geringen Dehnraten (Bereich III), eine Abschwächung der abnormal hohen Spannungsabhängigkeit zeigen. Letzteres wurde unter anderem für feinkörnige dispersionsgehärtete Aluminiumwerkstoffe bei hohen Temperaturen beobachtet (Arzt und Rösler 1988).

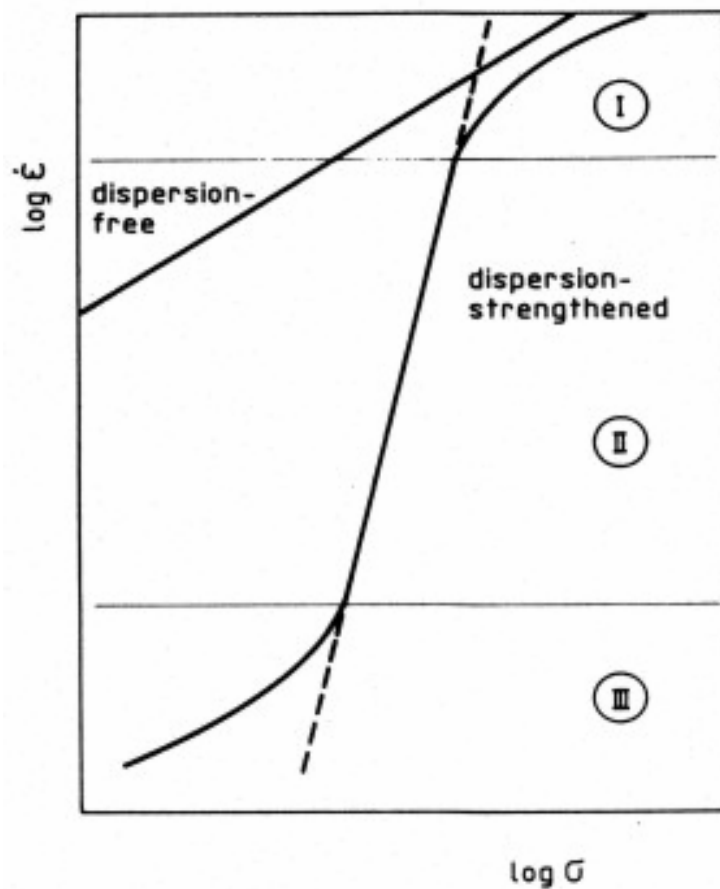


Abbildung 5: Schematische Darstellung der Kriechrate als Funktion der Spannung beim dispersionsfreien Grundwerkstoff („dispersion-free“) und beim dispersionsverfestigten Werkstoff („dispersion-strengthened“) (Quelle: Arzt und Rösler 1988).

3.2.4 Die Versetzungssubstruktur in Abhängigkeit von der Spannung

Wird ein Werkstoff mit niedriger anfänglicher Versetzungsdichte einem Kriechversuch unterzogen, so nimmt im Zuge des primären Kriechens zunächst die Versetzungsdichte in den Kristallen stark zu. Seine anfängliche Dehnrate wird durch mobile Versetzungen bestimmt, die reibungsgehemmt durchs atomare Gitter gleiten, bis diese aufgrund von Hindernissen, wie andere Versetzungen, gelöste Fremdatome, Partikel oder beschränkt auch Korngrenzen, aufgehalten werden. In einem zweiten Schritt bildet sich eine heterogene Versetzungssubstruktur, beginnend von den Korngrenzen über das gesamte Volumen aus. Es kommt zu Subkorngrenzen hoher Versetzungsdichte um Subkörner niederer Versetzungsdichte. Der Umwandlungsprozess ist abgeschlossen, wenn sich eine der angelegten Spannung entsprechende, im dynamischen Gleichgewicht befindliche Korngrenzsubstruktur ausgebildet hat. Die nun vorliegende Vielzahl von Blöcken leicht unterschiedlicher Orientierung im Kristall hat nur einen geringen Einfluss auf die makroskopische Dehnrate, die Größe dieser Subkörner korreliert aber mit der angelegten Kriechspannung oftmals nach folgender Gleichung:

$$\lambda = k_{\lambda} b \frac{G}{\sigma} \quad \text{Gleichung 6}$$

wobei λ die Größe der Subkörner, σ die angelegte Spannung, G den Schubmodul, b den Burgersvektor und k_{λ} eine geringfügig vom Werkstoff abhängige Konstante darstellt. Diese Konstante wird von Blum und Singer für Aluminium und seine Legierungen mit dem Wert 28 angegeben (Blum und Reppich 1980).

Abbildung 6 zeigt die Abhängigkeit der Subkorngröße von der angelegten Spannung für reines Aluminium und zwei Aluminiumbasiswerkstoffe bei unterschiedlichen Temperaturen. Es mag zunächst erstaunen, dass für reines Aluminium (Al 99,99) auch Versuche ab Raumtemperatur ins Schaubild aufgenommen sind, obwohl hier diffusionsbedingte Versetzungsbewegungen kaum eine Rolle spielen ($0,32 \cdot T_m$). Im Zuge der Werkstoffverfestigung (im Angelsächsischen als „work-hardening“ bezeichnet) kommt es aber auch bei Raumtemperatur zu heterogen verteilten Bereichen hoher Versetzungsdichte. Die Größe der dazwischen zu liegen kommenden versetzungsarmen „Inseln“ entspricht der Subkorngröße der bei erhöhter Temperatur aber gleicher Spannung

ausgebildeten Substruktur. Die hohen Spannungswerte (im Schaubild als Kreise dargestellt) stammen aus Kriechversuchen an einem dispersionsverfestigten Aluminiumbasiswerkstoff mit hoher Warmfestigkeit (siehe auch Abschnitt 3.2.3.4). Zwar stellen die darin fein verteilten Partikel ein starkes Hindernis für die Mobilität von Versetzungen dar, offensichtlich beeinflusst dieser Umstand die Abhängigkeit der sich ausbildenden Subkorngröße von der Spannung jedoch nicht.

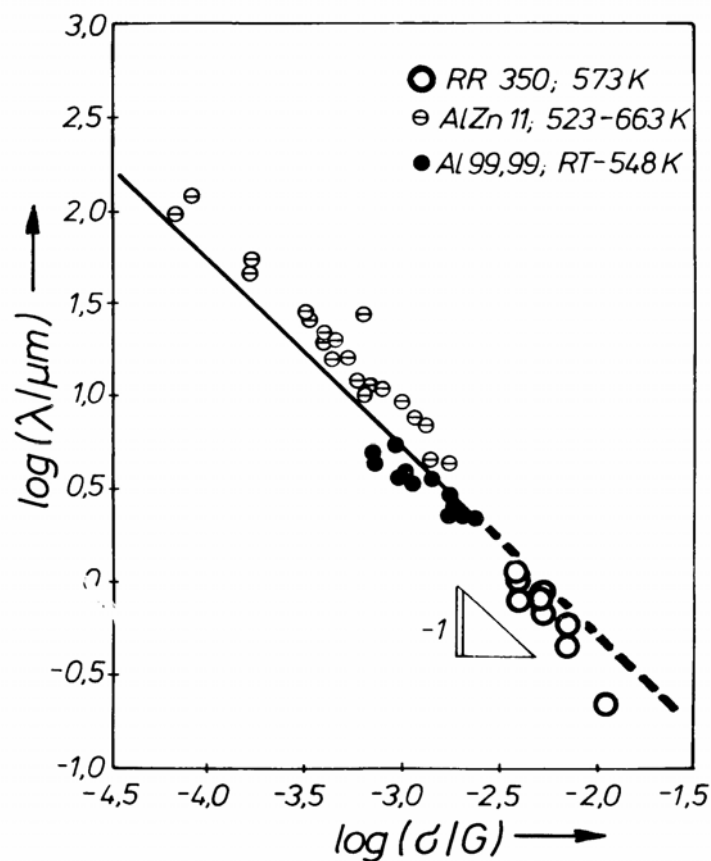


Abbildung 6: Die sich beim Kriechen einstellende Subkorngröße λ als Funktion der mit dem Schubmodul G normierten angelegten Spannung σ . Bei den hohen Spannungswerten (durch Kreise gekennzeichnet) handelt es sich um einen dispersoidverfestigten Aluminiumbasiswerkstoff $AlCu5NiCo$ (Quelle: Blum und Reppich 1985).

Die annähernd gleichbleibende Dehnrates während des sekundären Kriechens wird durch ein dynamisches Gleichgewicht aus verfestigenden und entfestigenden Mechanismen im Werkstoff erklärt. Beispielhaft für Verfestigung sei ein Versetzungsaufstau unter gleichzeitiger Bildung neuer Versetzungen genannt, entfestigend kann unter anderem die kletterkontrollierte Auslöschung von Versetzungsringen unterschiedlichen Vorzeichens

wirken. Nicht zwangsläufig geht eine quasistatische Kriechrate im Sekundärbereich mit einer im dynamischen Gleichgewicht befindlichen Versetzungssubstruktur einher. Kriechversuche, bei denen die angelegte Spannung temporär verändert wurde, zeigen aber, dass sich nach einer gewissen Übergangszeit, unabhängig von der Vorgeschichte der Probe, sowohl bei der Versetzungssubstruktur ein entsprechendes neues dynamisches Gleichgewicht einstellt (so vergrößern beispielsweise die Subkörner nach einer Spannungsreduktion), als auch, dass es zu einer der neuen Belastung entsprechenden Kriechrate kommt (Blum und Reppich 1985).

3.3 Hochtemperaturverhalten metallischer Schäume

3.3.1 Das Kriechmodell von Gibson und Ashby

Das mechanische Verhalten von zellularen Strukturen wurde von Gibson und Ashby unter Vereinfachung des tatsächlichen morphologischen Aufbaus modelliert (Gibson und Ashby 1997, Seite 242ff.). Dabei leitet sich die makroskopische Verformung einer hochporösen Gesamtstruktur grundsätzlich aus einer Vielzahl identischer Einzelverformungen regelmäßig angeordneter Zellen ab. Werden Randerscheinungen vernachlässigt, so können die mechanischen Eigenschaften der regelmäßig aufgebauten Gesamtstruktur auf diejenige einer einzigen Zelle reduziert werden. Die Betrachtungen sind damit unabhängig von der Zellgröße. In Abbildung 1 ist eine solche Modellzelle für Schäume bereits vorgestellt worden. An den 12 Außenkanten der würfelförmigen Zelle befinden sich Streben quadratischen Querschnitts. Im Gegensatz zum offenzelligen Schaum besitzt die Modellzelle für geschlossenzelligen Schaum zusätzlich noch Membranen zwischen den Streben, an den 6 Außenflächen der Zelle.

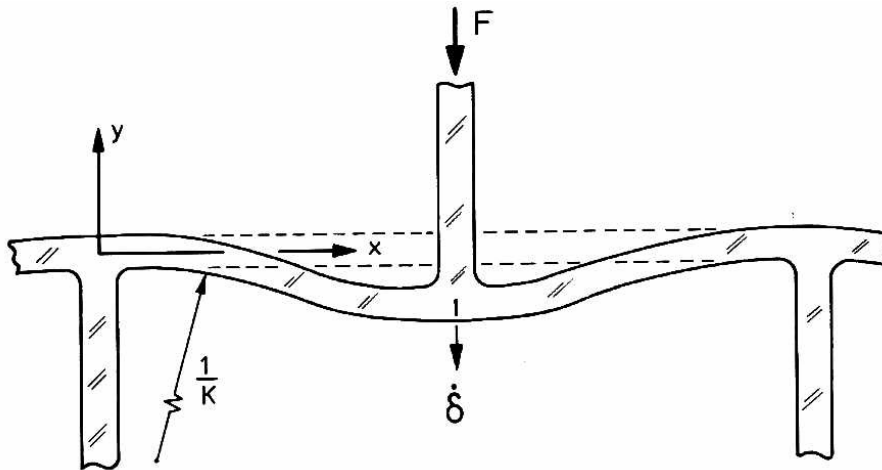


Abbildung 7: Ausschnitt einer Zelle nach dem Modell von Gibson und Ashby für offenzelligen Schaum. Eine senkrecht belastete Querstrebe steht unter Kriechbelastung. Es kommt zur Biegeverformung der Querstrebe in Belastungsrichtung. Die Längsstreben zeigen hingegen keine Verformung (Quelle: Gibson 1997).

Um nun das Hochtemperaturverhalten einer so aufgebauten Modellzelle näherungsweise zu berechnen wird für offenzellige Schäume angenommen, dass der hauptsächliche makroskopische Verformungsbeitrag von der Kriechverformung der quer zur Lastrichtung verlaufenden Streben (siehe Abbildung 7, Querstrebe in x-Richtung) herrührt. Für geschlossenzellige Schäume kommt noch der Einfluss durch kriechbedingte Stauchung bzw. Streckung der zwischen den Streben befindlichen Membranen (nicht in Abbildung 7 dargestellt) hinzu.

Der Beitrag der in Lastrichtung verlaufenden Streben (siehe Abbildung 7, Längsstreben in y-Richtung) an der Gesamtverformung wird sowohl für offen- als auch für geschlossenzellige Modellschäume vernachlässigt. Da die makroskopische Auswirkung der durchbiegenden Querstreben und gegebenenfalls der aussteifenden Membranen diejenige durch Stauchung bzw. Streckung von Längsstreben bei weitem überwiegt, erscheint diese vereinfachende Annahme zunächst (Ausnahme Kriechknicken: Siehe Abschnitt 3.3.2) sinnvoll.

Zur Berechnung der Kriechverformung wird das Zellwandmaterial als Vollmaterial betrachtet und angenommen, dass die Verformungsrate maßgeblich durch Versetzungskriechen kontrolliert wird. Folglich kann die Gültigkeit des durch Gleichung 4 beschriebenen Potenzgesetzes unterstellt werden. Hier in der folgenden Form:

$$\dot{\varepsilon} = C_S \cdot \sigma^{n_S} \quad (\text{Norton-Gleichung}) \quad \text{Gleichung 7}$$

wobei $\dot{\varepsilon}$ die Kriechrate, σ die angelegte Spannung und C_S und n_S die Kriechkonstanten jeweils des Zellwandmaterials (Index s steht für Vollmaterial) sind.

Bei der geometrischen Anordnung nach Abbildung 7 für offenzellige Schäume wird die Auslenkung der horizontalen Querstrebe in y-Richtung unter der Kriechbelastung F betrachtet. Aufgrund der symmetrischen Verhältnisse kann ein Biegebalken halber Querstrebenlänge freigeschnitten, also seine inneren Kräfte und Momente durch äußere ersetzt werden. Unter der Annahme, dass die Verformungen klein sind, dass die neutrale Faser in der Symmetrieebene des Biegebalkens verbleibt und dass die freigeschnittenen Flächen eben bleiben, kann die Rate der Auslenkung einer solchen Querstrebe, und damit die Dehnrate der Gesamtstruktur berechnet werden. Für geschlossenzellige Schäume kommt noch anteilig (für die Materialmenge in den Membranen, ausgedrückt durch den Parameter $1-\Phi$) ein Beitrag von deren Verformung hinzu. Nach Gibson und Ashby kann die makroskopische Kriechrate des Modellschaums folgendermaßen ausgedrückt werden:

$$\dot{\varepsilon}^* = C^* \cdot (\sigma^*)^{n_S} \quad \text{Gleichung 8a}$$

wobei

$$C^* = C_S \cdot \left[\frac{1}{1,7} \left(\frac{n_S + 2}{0,6} \right)^{1/n_S} \left(\frac{n_S}{2n_S + 1} \right) \left(\Phi \frac{\rho^*}{\rho_S} \right)^{3n_S + 1/2n_S} + \frac{2}{3} (1 - \Phi) \frac{\rho^*}{\rho_S} \right]^{-n_S} \quad \text{Gleichung 8b}$$

und $\dot{\varepsilon}^*$ seine Kriechrate, σ^* die angelegte Spannung, ρ^*/ρ_S seine relative Dichte (* steht für Schaum) und Φ den Anteil des Zellwandmaterials in den Streben darstellt.

Der Klammerausdruck (eckige Klammern) in Gleichung 8b besteht aus 2 Summanden. Der erste Summand gibt die Kriechverformung der Querstreben entsprechend Abbildung 7 wider, der zweite steht für den Einfluss der Membranen. Für einen offenzelligen Schaum ist $\Phi=1$, es befindet sich also sämtliches Zellwandmaterial in den Streben, womit der zweite Term entfällt.

Die wichtigsten grundsätzlichen Aussagen des Modells für das Kriechen von Schäumen nach Gibson und Ashby sind:

- Für Vollmaterial und Schaum ergibt sich der selbe Spannungsexponent n_s . Die Abhängigkeit der Kriechrate von der angelegten Spannung ist somit einzig vom Zellwandmaterial, nicht aber von der Morphologie des Schaums bestimmt. Bei der Norton-Auftragung sollten Schaum und Vollmaterial folglich gleiche Steigung zeigen.
- Der Schaum weist eine geringere Kriechfestigkeit auf als das Vollmaterial. Das Verhältnis der Festigkeiten wird durch die morphologischen Parameter ρ^*/ρ_s für die relative Dichte und Φ für den Anteil des Zellwandmaterials in den Streben sowie dem Spannungsexponenten n_s des Vollmaterials bestimmt. Bei der Norton-Auftragung ist der Schaum gegenüber dem Vollmaterial somit lediglich entlang der Spannungsachse hin zu geringeren Spannungen verschoben.

3.3.2 Kriechknicken unter Druckbelastung

Die im Abschnitt 3.3.1 gemachte Ableitung wurde von Ashby, Cocks und Gibson für auf Druck belastete Zellen eingeschränkt, da ein kriechbedingtes Ausknicken der Längsstreben denkbar ist (Cocks und Ashby 2000, Ashby et al. 1998, Gibson und Ashby 1997, Seite 243). In Anlehnung an die wirklichen geometrischen Verhältnisse hochporöser Werkstoffe wird hierbei angenommen, dass einige Längsstreben, abweichend von der idealisierten Modellzelle, eine gewisse Anfangskrümmung aufweisen. Im einem Modell für Kriechknickung wird dies durch eine anfängliche Abweichung a_0 des Längsstrebenmittelpunktes in x-Richtung von seiner idealisierten Position nach Abbildung 7 bestimmt. Bedingt durch eine solche Vorschädigung biegen nun auch Längsstreben unter Kriechbelastung weiter durch. Ihr Einfluss darf nicht mehr vernachlässigt werden. Aufgrund der starken Abhängigkeit der Kriechrate von der Spannung konzentriert sich die Verformung zunehmend lokal in Bereichen der Struktur, die unter hoher mechanischer Belastung stehen. Bei einer bestimmten Temperatur kann es abhängig von relativer Dichte und Belastungszeit eine Spannung geben, die zum plötzlichen Versagen der Zellstruktur durch spontanes Ausknicken führt. Es gilt zu diskutieren in wieweit das tatsächliche mechanische Verhalten von metallischen Schäumen unter Druckkriechbelastung aufgrund des Phänomens Kriechknicken beeinflusst wird.

3.3.3 Bisherige Untersuchungen

Kriechversuche an einem offenzelligen Al_2O_3 -Schaum wurden von Goretta et al. durchgeführt und mit der Modellvorhersage von Gibson und Ashby verglichen (Goretta et al. 1990). Bei den Experimenten an diesem Keramikschaum stellte sich sowohl der gleiche Kriechexponent von 1 für Diffusionskriechen als auch die gleiche Aktivierungsenergie 504 kJ, wie sie für Vollmaterial bekannt sind, ein. Damit steht das in Abschnitt 3.3.1 vorgestellte Kriechmodell in keinem Widerspruch zu den Versuchsergebnissen. Bei hohen Spannungen wurde ein Anstieg der Spannungsabhängigkeit beobachtet, was von den Autoren mit Rissbildung in den Zellstegen erklärt wird, die bei den entsprechenden Proben auch nachgewiesen wurden. Von Gibson und Ashby wird angemerkt, dass es sich auch um Kriechknickung, wie in Abschnitt 3.3.2 erläutert, handeln könnte (Gibson und Ashby 1997, Seite 246).

Um die Aussagen des in den Abschnitten 3.3.1 und 3.3.2 vorgestellten Modells für das Hochtemperaturverhalten von metallischen Schäumen zu prüfen, haben Andrews et al. Kriechversuche sowohl an offenzelligem ($\Phi=1$) Aluminiumbasisschaum (Duocel[®] von ERG, Oakland, CA.) in drei verschiedenen relativen Dichten von 0,06 bis 0,14 (Andrews et al. 1999 open) als auch an geschlossenzelligem Aluminiumbasisschaum (Alporas[®] von Shinko Wire Co. Japan) mit einer relativen Dichte von 0,087 (Standardabweichung zwischen den Proben: 0.007) (Andrews et al. 1999 close) durchgeführt.

Der offenzellige Duocel[®]-Schaum wird mittels einem Feingussverfahren unter Zuhilfenahme verlorener Kunststoffmodelle hergestellt. In Ermangelung verlässlicher Kriechdaten aus der Literatur für die Aluminiumgusslegierung 6101-T6 (0,6 Mg – 0,5 Si) des Zellwandmaterials wurden von Andrews, Gibson und Ashby (Andrews et al. 1999 open) Kriechversuche an Vollmaterial mit identischer chemischer Zusammensetzung durchgeführt. Die Kriechversuche an den Schaumproben wurden sowohl auf Zug als auch auf Druck durchgeführt, wobei die sich einstellenden minimalen Kriechraten dieser beiden Versuchsvarianten über den untersuchten Spannungsbereich im Vergleich sehr ähnlich waren. Die Kriechergebnisse des offenzelligen Schaums stellten sich für alle untersuchten relativen Dichten in guter Übereinstimmung mit den Modellvorhersagen von Gibson und Ashby dar, was von den Autoren auf die sehr homogene Schaumstruktur des Duocel[®]-Schaums zurückgeführt wird.

Der geschlossenzellige Aluminiumbasisschaum mit Handelsnamen Alporas[®] wird, wie in Abschnitt 3.1.4.1 bereits erläutert, aus der Schmelze gewonnen. Die Legierungszusammensetzung des Zellwandmaterials ergibt sich durch Zugabe von Kalzium zur Viskositätssteigerung der Schmelze und dem Treibmittel Titanhydrid und ist als sonst technisch unüblich zu betrachten. In Folge dessen wurden Kriechdaten des entsprechenden Vollmaterials, als Eingangsdaten für das Modell, von Andrews, Huang und Gibson (Andrews et al. 1999 close) lediglich angenommen. Die Kriechversuche an den Schaumproben wurden auch beim geschlossenzelligen Schaum sowohl auf Zug als auch auf Druck durchgeführt, wobei wie beim offenzelligen Schaum die sich einstellenden minimalen Kriechraten beider Versuchsvarianten über den untersuchten Spannungsbereich sehr ähnlich waren. Die Kriechfestigkeit hingegen erwies sich für den geschlossenzelligen Schaum als wesentlich geringer als durch das Modell vorhergesagt. Zudem wurde eine

ungewöhnlich starke Spannungsabhängigkeit mit einem Spannungsexponenten von bis zu $n = 15$ beobachtet. Die Autoren geben verschiedene Erklärungen für diese Beobachtung:

- Als eine erste Möglichkeit werden fein verteilte Dispersoide im Zellwandmaterial erwogen, die über einen begrenzten Spannungsbereich die Abhängigkeit von der Spannung stark erhöhen können. (Dieses Phänomen wurde für Vollmaterial in Abschnitt 3.2.3.4 bereits erläutert.) Aufgrund fehlender Kriechdaten für das Zellwandmaterial können die Autoren dies nicht sicher ausschließen.
- Eine zweite Möglichkeit wird in lokalen Beschädigungen des Schaums gesehen. Dies konnte aber von den Autoren durch kurzzeitiges Erhöhen der angelegten Spannung während der Kriechversuche ausgeschlossen werden. Nach Rückkehr zur ursprünglich angelegten Spannung stellte sich in etwa wieder die gleiche Kriechrate wie vor der Erhöhung ein. Es wurde gefolgert, dass im Falle lokaler Beschädigungen die Kriechrate von der Dehnung abhängig gewesen wäre.
- Als wahrscheinlichste Möglichkeit wird angenommen, dass durch die inhomogene Struktur des untersuchten Schaums einige Zellwände unter erhöhter Spannung stehen und diese in Folge dessen unter einer durch Versetzungsgleiten kontrollierten Verformung mit stark erhöhter Kriechrate stehen. (Für Vollmaterial wurde dieses Verhalten in Abschnitt 3.2.3.2 bereits erläutert.)

Die Autoren haben letzteres durch ein zweidimensionales Finite Elemente Modell nachgebildet, das aus Honigwaben besteht. Hier bleibt das Zellwandmaterial getreu den Voraussetzungen des Modells von Gibson und Ashby einzig dem Versetzungskriechen und damit dem entsprechenden Potenzgesetz (nach Gleichung 4 oder 7) unterworfen, wobei mit zunehmender angelegter Spannung ein zunehmender Anteil von Wabenwänden effektiv aus dem Strukturverbund herausgenommen wird. Dies kommt der Annahme gleich, dass diese Strukturteile unter der hohen Belastung nicht mehr zeitabhängig, sondern vielmehr spontan nachgeben. Die Umgebung der so erzeugten Fehlstellen haben eine entsprechend erhöhte Belastung der bleibenden Struktur zur Folge, was sich in einer mit zunehmender

Spannung überproportional erhöhenden Kriechrate ausdrückt. Mit Hilfe eines durch Experimente zu ermittelnden Parameters, der die Anzahl der zu entnehmenden Wände mit steigender angelegter Spannung angibt, kann eine progressive Spannungsabhängigkeit, so wie sie zum Beispiel bei den Versuchen am Alporas[®]-Schaum beobachtet wurde, nachgebildet werden. Die vorgeschlagene Rechnung ist phänomenologisch fragwürdig, da unterstellt wird, dass die Verformung der nicht herausgenommenen Stege selbst bei sehr hohen angelegten Spannungen einzig durch Versetzungskriechen kontrolliert bleibt und somit dem Potenzgesetz unterworfen ist.

3.4 Zusammenfassung des Standes der Forschung

Möglichkeiten zur Charakterisierung des morphologischen Aufbaus von hochporösen Werkstoffen scheinen durch eine Vielzahl von in der Literatur vorgeschlagenen Parametern zwar hinreichend gegeben, eine quantitative Abschätzung ihrer Auswirkungen auf die tatsächlichen mechanischen Eigenschaften muss zum gegebenen Zeitpunkt hingegen als nur bedingt möglich und sinnvoll angesehen werden. Einzig die relative Dichte findet sich in fast allen Modellannahmen als Eingangsgröße wieder. Dies gründet sich zum einen auf ihre einfache und eindeutige Ermittelbarkeit, zum anderen gehen offensichtlich andere Parameter wie die mittlere Porengröße damit einher. Es wird festgestellt, dass das mechanische Verhalten von stochastischen Schäumen, die Dichteschwankungen, unregelmäßige Porenformen und Porengrößenverteilungen aufweisen, selbst bei Raumtemperatur nicht hinreichend verstanden ist. Finite Elemente Simulationen von Simone und Gibson geben zudem den Hinweis, dass subtile Details der zellularen Struktur, wie geringfügige Veränderungen der Verteilung des Zellwandmaterials oder Krümmungen der Zellstege und Membranen einen beträchtlichen Einfluss, auch und vor allem auf das Kriechverhalten der Schäume zu haben scheinen.

Um das mechanische Verhalten von Schäumen hinreichend beschreiben zu können, sind Kennwerte des entsprechenden Zellwandmaterials unerlässlich, da die theoretischen Schaummodelle auf Gesetzmäßigkeiten entsprechenden Vollmaterials aufbauen. Für die Hochtemperatureigenschaften von Vollmaterial stehen wissenschaftlich hinreichend akzeptierte halbempirische und empirische Gleichungen zur Beschreibung der mechanischen Eigenschaften zur Verfügung. Mikrostrukturelle Veränderungen im Gefüge können auf tatsächlich vorhanden gewesene Belastungen hinweisen. Bei vielen

handelsüblichen hochporösen Werkstoffen fehlen aber entsprechende Kennwerte für ihr Zellwandmaterial, im besonderen bei erhöhten Temperaturen. Dies liegt auch daran, dass die entsprechenden Legierungen beim Schaumherstellungsprozess gebildet werden und als sonst technisch unüblich anzusehen sind.

Es lassen sich zwei hauptsächliche Hindernisse feststellen, die es zum gegebenen Zeitpunkt unmöglich erscheinen lassen verlässliche Voraussagen über das Kriechverhalten von kommerziell erhältlichen, geschlossenzelligen Schäumen zu treffen:

- Das bestehende theoretische Modell für das Kriechen von Schaum basiert auf einer vereinfachten, homogenen und ideal regelmäßigen Struktur, die nicht notwendigerweise alle relevanten Eigenschaften eines tatsächlich hergestellten Schaums abdecken kann.
- Die das Kriechverhalten des Zellwandmaterials beschreibenden Parameter sind nicht hinreichend bekannt, konnten beispielsweise bisher für den kommerziell erhältlichen geschlossenzelligen Metallschaum Alporas[®] nur vermutet werden, siehe Andrews et al. 1999 close.

3.5 Aufgabe

Zur Untersuchung werden drei Varianten eines geschlossenzelligen Aluminiumbasisschaums mit dem Handelsnamen Alporas[®] ausgewählt. Mit Hilfe einer quantitativen Analyse werden jeweils die morphologischen Eingangsdaten für das Kriechmodell von Gibson und Ashby gewonnen. In einem zweiten Schritt wird das Kriechverhalten des Zellwandmaterials untersucht. Hierzu werden Vollmaterialproben gleicher chemischer Zusammensetzung hergestellt. Durch die Ergebnisse der Kriechversuche an den Vollmaterialproben und den aus der quantitativen Analyse der Schaumstruktur gewonnenen Parametern sind alle notwendigen Eingangsdaten für das von Gibson und Ashby vorgeschlagene Modell vorhanden und es wird möglich quantitative Voraussagen über das Schaumkriechverhalten zu treffen. Es ist nunmehr sehr aufschlussreich die Modellvorhersagen mit Ergebnissen aus Schaumkriechversuchen zu vergleichen.

4 Experimentelle Untersuchungen

4.1 Probenmaterial

4.1.1 Wahl des metallischen Schaums

Während sich die Herstellung offenzelliger Metallschäume meist nur als eine Abbildung einer bereits vorhandenen hochporösen Struktur darstellt, so beispielsweise beim Feinguss- oder Platzhalterverfahren (näheres siehe Baumeister 1997, Davies und Zhen 1993), wird bei geschlossenzelligen Schäumen direkt das Zellwandmaterial aufgeschäumt (siehe auch Abschnitt 3.1.4.). Dieser Umstand hat zur Folge, dass bei der Herstellung geschlossenzelliger Metallschäume fast alle Prozessparameter direkten Einfluss auf das spätere Erscheinungsbild des Produktes nehmen. Hier stehen Werkstoff, Morphologie und Verfahren in einem scheinbar untrennbaren Zusammenhang und machen daher eine Untersuchung der mechanischen Eigenschaften besonders interessant. Ausgewählt wurde ein kommerziell hergestellter geschlossenzelliger Aluminiumbasisschaum mit dem Handelsnamen Alporas[®]. Probenmaterial wurde durch den japanischen Hersteller Shinko Wire Co. LTD zur Verfügung gestellt. Die typische Oberflächenstruktur ist in Abbildung 8 zu sehen.



Abbildung 8: Oberfläche des kommerziell hergestellten geschlossenzelligen Aluminiumbasisschaums mit dem Handelsnamen Alporas[®] im Lieferzustand. Hier Variante B mit einer relativen Dichte von 0,112.

Es handelt sich um ein im industriellen Maßstab hergestelltes Produkt, das in großen Mengen und gleichbleibender Qualität erhältlich ist. Probenabmaße können daher verhältnismäßig zur mittleren Porengröße klein gewählt werden (Lakes 1993). Die Qualität entnommener Proben lässt aufgrund zu erwartender geringer makroskopischer sowie mesoskopischer Dichteschwankungen (Siehe Abschnitt 3.1.3.3) auf repräsentative sowie vergleichbare Versuchsergebnisse hoffen. Der Schaum wird in verschiedenen Dichten angeboten. Ein Vergleich der Ergebnisse aus unterschiedlichen Varianten sollte es ermöglichen, die Einflüsse struktureller Abweichungen vom den Einflüssen des Zellwandmaterials zu trennen. Auf diese Weise können Erkenntnisse über die Auswirkungen vermuteter Strukturschwächen einzelner Varianten auf die mechanischen Eigenschaften gewonnen werden.

4.1.2 Legierungszusammensetzung des Zellwandmaterials

Nach einer chemischen Untersuchung des Zellwandmaterials (durchgeführt von Hr. Albrecht Mayer, Leiter der zentralwissenschaftlichen Einrichtung (ZWE): Analytische Chemie des MPI, Stuttgart-Büsnau) finden sich abgesehen von verschiedenen Verunreinigungen wie Eisen (0,13 gew. %) und geringer Mengen an Si, Ga und Zn vor allem die Elemente Kalzium (1,69 gew.%), und Titan (1,28 gew.%) im Zellwandmaterial des Alporas[®]-Schaums. Letztere Elemente sind eine Folge des Herstellungsprozesses, da Ca zur Erhöhung der Viskosität der Schmelze zugegeben wurde und Ti vom Treibmittel herrührt (siehe Abschnitt 3.1.4.1). Die gefundene chemische Zusammensetzung kommt den Herstellerangaben nahe: 1,5 gew.% Ca und 1,5 gew.% TiH₂ werden der Al-Schmelze bei der Herstellung des Schaums beigegeben (Mijoshi et al. 1999).

4.1.3 Herstellung der Schaumproben

Plattenförmiges Material mit den jeweiligen Abmessungen 300 x 300 x 55 mm³ des Alporas[®]-Schaums wurde von Shinko Wire Co. LTD, Japan in drei Varianten unterschiedlicher relativer Dichte zur Verfügung gestellt.

Da der Schaumwerkstoff vom Hersteller mittels Bandsägen aus großen Blöcken aufgeteilt wird, stellt sich die Oberfläche der ausgelieferten Platten als Schnitt durch einen geschlossenzelligen Schaum dar, siehe Abbildung 8. Aufgrund der beim Sägen

auftretenden, örtlich sehr hohen Prozesskräfte wurde die feine Struktur der durchtrennten Stege und Membranen dabei oberflächennah beschädigt. Zur mechanischen Prüfung wurden aus den Platten quaderförmige Proben mit den Abmessungen $25 \times 25 \times 50 \text{ mm}^3$ mittels Drahterosion aus dem plattenförmigen Material herausgetrennt. Die lange Seite der Proben ist gleichzeitig die Prüfrichtung und wurde, um die Einflüsse eventuell vorhandener Richtungsabhängigkeiten des Schaums auszuschließen, aus jeweils gleicher Orientierung der Platten entnommen.

Alle in dieser Arbeit verwendeten Alporas[®]-Schaumproben haben gleiche Abmaße wie die Proben der Versuche von Andrews et al. 1999 close., wurden aber im Gegensatz zu den dort mittels einer Bandsäge herausgetrennten Proben, hier mittels Drahterodieren hergestellt.

4.1.4 Bestimmung der relativen Dichten

Zur besseren Unterscheidung der drei Schaumvarianten seien Ergebnisse zur Bestimmung der relativen Dichte an dieser Stelle vorweggenommen. Die Dichte jeder einzelnen herausgetrennten Schaumprobe wurde mittels Wiegen und Abmessen bestimmt. Die relativen Dichten der drei Varianten ergeben sich zu $0,092 \pm 0,003$, $0,112 \pm 0,002$, $0,163 \pm 0,002$ (Durchschnitt und Standardabweichung). Im Folgenden werden die drei Varianten nach den Buchstaben **A** (relative Dichte 0,092), **B** (relative Dichte 0,112) und **C** (relative Dichte 0,163) bezeichnet.

4.1.5 Herstellung von Vollmaterial

Für die spezifische Legierungszusammensetzung des Alporas[®]-Zellwandmaterials konnten keine verlässlichen Kennwerte zum Hochtemperaturverhalten gefunden werden, siehe auch Abschnitt 3.1.4.1. Im Rahmen dieser Arbeit wurden daher Vergleichsuntersuchungen an selbst hergestellten Vollmaterialproben gleicher chemischer Zusammensetzung durchgeführt. Die Vollmaterialproben wurden durch Aufschmelzen des Schaums in einem Graphittiegel unter Schutzgasatmosphäre hergestellt. Um das im Zellwandmaterial verbliebende Treibmittel möglichst vollständig zu zersetzen, wurde die Schmelze für 10 min überhalb 700 °C gehalten, da sonst später das Risiko von Mikroporositäten bei den erstellten Vollmaterialproben bestanden hätte.

Die Schmelze wurde in eine kalte Kupferkokille mit einem Innendurchmesser von 10 mm und einer Länge von 70 mm abgegossen, siehe Abbildung 9, wodurch eine rasche Abkühlung der Schmelze erfolgt.



Abbildung 9: Herstellung von Vollmaterial gleicher chemischer Zusammensetzung wie das Zellwandmaterial von Alporas[®]-Schaum. Das Bild zeigt den Abgießvorgang in die Kupferkokille.



Abbildung 10: Dargestellt sind aus den abgegossenen Ingots herausgearbeitete Vollmaterialproben (Maße: 9 mm Durchmesser, 18 mm Höhe) mit gleicher chemischer Zusammensetzung wie das Zellwandmaterial.

Die Kriechversuche am Vollmaterial wurden an zylindrischen Proben durchgeführt, die aus den abgegossenen Ingots mit Hilfe einer Drehbank auf einen Durchmesser von 9 mm gebracht und bei einer Länge von 18 mm abgestochen wurden, siehe Abbildung 10.

4.2 Strukturelle Charakterisierung

4.2.1 Präparation

Selbst nach einem vorsichtigen Sägen oder Trennschleifen von Schaumwerkstoffen zeigen die Schnittflächen Schädigungen wie ausgerissene und verbogene Zellwände, Grate an Kanten oder aber durch Spangut zugeschmierte und damit verborgene Poren. Um einen repräsentativen metallographischen Schliff zur quantitativen Analyse der Schaummorphologie zu erhalten, wird es deshalb bisher häufig als notwendig erachtet einen aufwendigen Präparationsprozess an diesen Trennvorgang anzuschließen (Murphy et al. 1997). Dabei wird die Oberfläche mit Kunstharz infiltrierte um dünne Membranen zu stützen. Ein stufenweises Schleifen der so eingebetteten Probe wird dann von mehrmaligem erneutem Einbetten begleitet, um neu angeschliffene Poren zu verfüllen. Der Schleifvorgang muss dabei einen Gesamtabtrag erreichen, der eventuell vorhandene Verletzungen durch das anfänglich durchgeführte Trennen sicher entfernt.

Bei mittels Drahterodieren hergestellten Schnitten konnten hingegen keine Verletzungen an den empfindlichen oberflächlichen Strukturen festgestellt werden, da verfahrensbedingt keine nennenswerten Prozesskräfte an den Wirkstellen dieses Trennverfahrens auftreten. Bei Schäumen werden so die Trennstellen der Stege und Membranen weder verformt noch ausgerissen. Solche Schnittflächen können folglich direkt zur Analyse herangezogen werden. Hierzu wird zunächst die Schnittfläche dünn mit einem schwarzem Mattlack (es wurde ein Acryllack aus dem KFZ-Handel verwendet) besprüht. Nach Trocknung (etwa 1h bei Raumtemperatur) wird diese mit einem sehr feinen Nassschleifpapier (Körnung 1000) druckfrei und kurz überschleift. Durch den hohen Grad an Ebenheit der erodierten Schnittflächen treten alle durchtrennten Stege und Membranen kontrastreich und metallisch glänzend gegenüber den noch schwarz beschichteten tiefer liegenden Poren hervor. Es ist nun möglich die so präparierten Oberflächen mittels eines gewöhnlichen Flachbettscanners in Graumodus direkt elektronisch einzulesen (im Folgenden als einscannen bezeichnet) (siehe Abbildung 11).

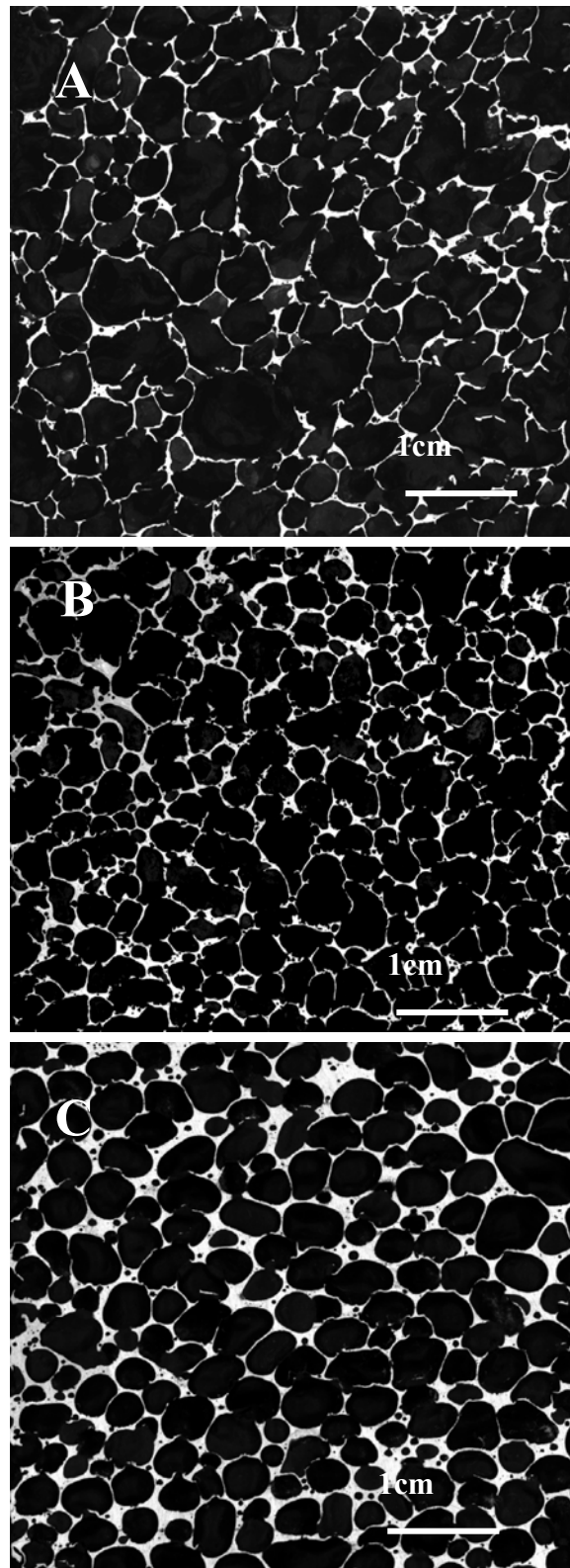


Abbildung 11: Durch Drahterosion hergestellte Schnittflächen der drei untersuchten Varianten des geschlossenzelligen Aluminiumbasisschaums Alporas[®] mit den Buchstaben **A** (relative Dichte 0,092), **B** (relative Dichte 0,112) und **C** (relative Dichte 0,163). Der starke Kontrast zwischen Poren und Schnitten entsteht durch Schwärzen und Anschleifen.

Die Vorzüge des vorgestellten morphologischen Analyseverfahrens gegenüber bisher bekannten Methoden zur Strukturanalyse von Schäumen sind:

- Die Präparation erodierter Schnittflächen zur Analyse ist ohne besondere metallographische Ausrüstungen leicht und wiederholgenau möglich.
- Gesuchte morphologische Parameter können innerhalb einer Stunde von erodierten Schnittflächen gewonnen werden.
- Die zur Analyse anstehenden Informationen werden direkt von der Probe digital gewonnen, ohne dass analoge Informationsträger genutzt werden müssen. Der hohe Kontrast zwischen geschwärzter Pore und metallisch glänzenden Schnitten sorgt für eindeutige graphische Informationen und reduziert somit Fehleinschätzungen erheblich.
- Es gibt keine verfahrensbedingte Limitierung der Analyseflächenabmaße, sodass großflächige und damit repräsentative Schnitte gewählt werden können.
- Die Proben können nach dem Scannen zu mechanischen Versuchen herangezogen werden, ohne dass eine Beeinflussung der mechanischen Eigenschaften zu erwarten ist. Proben, deren Oberflächen hingegen mit Einbettmittel versehen sind, sollten zu mechanischen Prüfung nicht mehr herangezogen werden, da mit einer Beeinflussung der mechanischen Eigenschaften zu rechnen ist.

4.2.2 Rechnergestützte quantitative Analyse

Hochaufgelöste Abbildungen wurden erzielt, indem die durch Schwärzen und Anschleifen präparierten drahterodierten Schnittflächen des metallischen Schaums direkt mittels eines Flachscanners (Tischgerät) im 256 bit Graumodus eingescannt wurden, wobei eine Auflösung von 600 dpi vorgegeben wurde. Bei dem so gewählten Einlesemodus wird jedem Bildpunkt (Pixel) ein Grauwert zwischen 0 (schwarz) und 255 (weiß) zugewiesen. Die von den Schaumoberflächen erhaltenen Bilder weisen einen hohen Anteil weißer sowie schwarzer Bildpunkte auf, wohingegen nur ein sehr geringer Anteil mittlerer tatsächlich „grauer“ Werte eingelesen wurde. Dieser Umstand ist auf den starken schwarz-

weiß Kontrast der Vorlage zurückzuführen. Trägt man die eingelesenen Grauwerte über ihrer Häufigkeit auf, so finden sich im so erhaltenen Histogramm 2 Häufigkeitsmaxima (bimodale Verteilung) nahe schwarz (nahe dem Wert 0) und weiß (nahe dem Wert 255), wobei weniger als 5% der eingelesenen Bildpunkte tatsächlich „graue“ Werte zwischen 70 und 180 annehmen, siehe Abbildung 12.

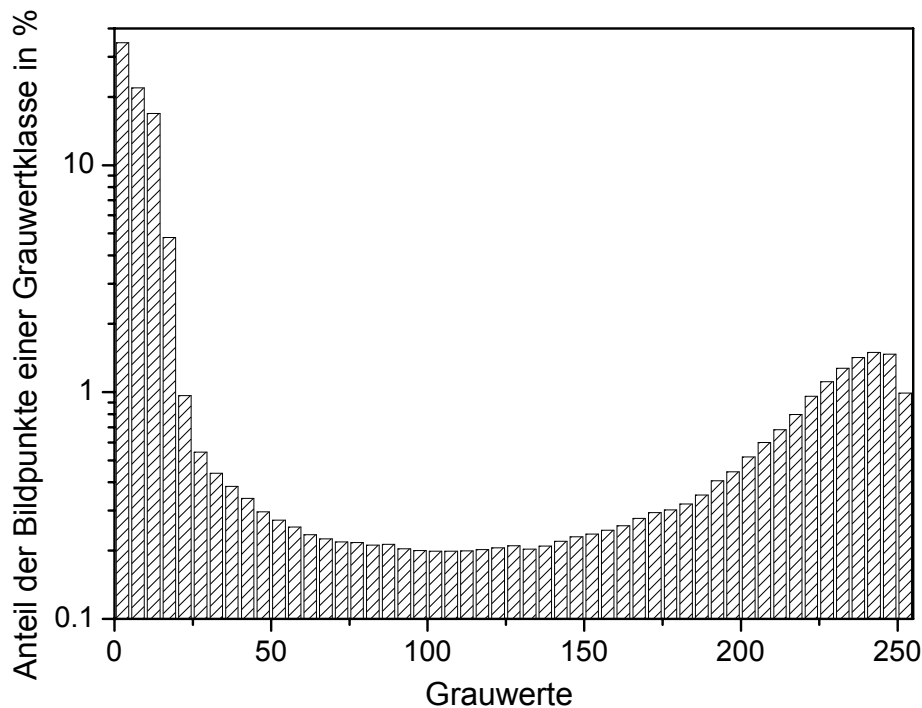


Abbildung 12: Anteil der Bildpunkte einer Grauwertklasse in % (logarithmisch aufgetragen) über dem Grauwert für eine Schaumschnittfläche der Variante B. Das Histogramm zeigt den hohen Anteil weißer und schwarzer Bildpunkte auf.

In dieser Arbeit erfolgte die Bildanalyse überwiegend mit Hilfe der Software Quantimet Q500/W von Leica. Einzig für die in Abschnitt 4.2.3.4 erläuterte Bestimmung des Grades der Inhomogenität kam ein selbst erstellter Algorithmus zu Anwendung. Allgemein ist für eine rechnergestützte quantitative Analyse ein vorliegendes Graubild in ein Binärbild, also ein Bild, das ausschließlich aus eindeutig weißen und schwarzen Bildpunkten besteht, umzuwandeln. Für diesen ersten Bearbeitungsschritt, die Binärbildumwandlung, muss ein Grauwert gewählt werden unter dem alle grauen Bildpunkte dem Wert für schwarz zugeschlagen werden beziehungsweise über dem alle als weiß definiert werden. Aufgrund des oben beschriebenen Präparationsverfahrens wird nur ein geringer Anteil mittlerer

Grauwerte eingelesen. Somit ist eine Umwandlung der Bilddatei in ein Binärbild in eindeutiger Weise möglich. Die oben genannte Software bietet für die Binärbildumwandlung einen Algorithmus an, bei dem als Grenzwert der Tiefpunkt zwischen den beiden Häufigkeitsmaxima der Grauwerte definiert wird. Dieser wurde genutzt.

4.2.3 Gewonnene morphologische Parameter

Insbesondere bei Schaumwerkstoffen wird häufig in Frage gestellt, in wieweit das Betrachten einer Schnittfläche repräsentativ für Rückschlüsse auf volumenbezogene Parameter ist. Die quantitative Metallographie ist von jeher gezwungen, zweidimensionale Schnitte als Quelle für Informationen über den realen räumlichen Aufbau zu nutzen. Das Prinzip von Cavalieri (Francesco Bonaventura Cavalieri 1598-1647 Schüler von Galilei) (erläutert in Saltykov 1974 Seiten 88ff.) erlaubt es, das Volumen von Teilchen (bei Schaum entspricht das den Poren) aus Schnitten zu bestimmen. Anforderung ist es hierbei zum einen Schnitte in zumindest drei räumlich verschiedene Richtungen durchzuführen um eine mögliche Anisotropie des zur Untersuchung stehenden Stoffes aufzudecken. Auch ist eine im Verhältnis zu den zu analysierenden Teilchen ausreichende Fläche in die Analyse einzubeziehen. Nicht zuletzt soll darauf hingewiesen sein, dass räumliche Schnitte im Volumen befindliche Teilchen (hier Poren) an beliebiger Stelle durchtrennen und nicht zwangsläufig an den Maxima ihrer Abmessungen. Für die quantitative Bestimmung der Porendurchmesser metallischem Schaums an Schnitten gilt folglich, dass die ermittelten Werte statistisch kleiner ausfallen als die tatsächlichen Maxima.

Die im folgenden dargelegte Charakterisierung wurde an Binärbildern aus Schaumschnitten senkrecht zur Flachseite der ausgelieferten Platten durchgeführt. Aufgrund von veröffentlichten Untersuchungen am Alporas[®]-Schaum (Mijoshi et al. 1999) ist keine ausgeprägte Richtungsabhängigkeit zu erwarten. Die Abmessungen der Analyseflächen betragen $100 \times 50 \text{ mm}^2$ und bilden damit jeweils die gesamte zur Prüfrichtung senkrechte Probenoberfläche ab.

4.2.3.1 Relative Dichte

Die relative Dichte der drei Schaumvarianten wurde mittels des Anteils weißer Bildpunkte gegenüber der Gesamtbildpunktzahl im Binärbild gewonnen. Ein Vergleich mit dem durch Wiegen und Dimensionsmessung bestimmten Wert (siehe Abschnitt 4.1.3) kann auf die Güte der Binärbildvorlage hinweisen.

4.2.3.2 Parameter Φ

Der Volumenanteil an Zellwandmaterial in den Stegen geht als morphologischer Parameter Φ in das Modell von Gibson und Ashby ein. Seine Bestimmung stellt eine Voraussetzung für quantitative Voraussagen der mechanischen Eigenschaften geschlossenzelliger Metallschäume dar. Der Parameter wurde mit Hilfe einer Folge von rechnergestützten Bildbearbeitungsprozessen ermittelt. Zur Anwendung kamen die durch das oben genannte Programm angebotenen Algorithmen, genannt „Erodieren“ und „Dilatieren“ von Flächen im Binärbild.

Ein Erosionsschritt bedeutet, dass alle weißen Bildpunkte, die direkt an zumindest einen schwarzen Bildpunkt grenzen, durch schwarze Bildpunkte ersetzt werden. Für den abgebildeten Schaumschnitt kommt dies mit einer Reduktion des Anteils an Zellwandmaterial an den Grenzen zu den Poren gleich. Die Erosionsschritte lassen sich so häufig wiederholen, bis die schmalen Membranflächen verschwinden. Von den Stegen hingegen verbleibt eine verkleinerte Rumpffläche, siehe hellgraue Flächen der Abbildung 13.

Ein Dilatationsschritt bedeutet, dass alle schwarzen Bildpunkte, die direkt an mindestens einen weißen Bildpunkt grenzen, durch weiße Bildpunkte ersetzt werden. Das Verfahren ist also der Erosion entgegengesetzt. Die Rumpfflächen der Stege werden mittels der gleichen Anzahl Dilatationsschritte wie vorher erfolgter Erosionsschritte wieder zu einer Fläche erweitert, die in etwa der Schnittfläche der Stege entspricht, siehe Abbildung 14.

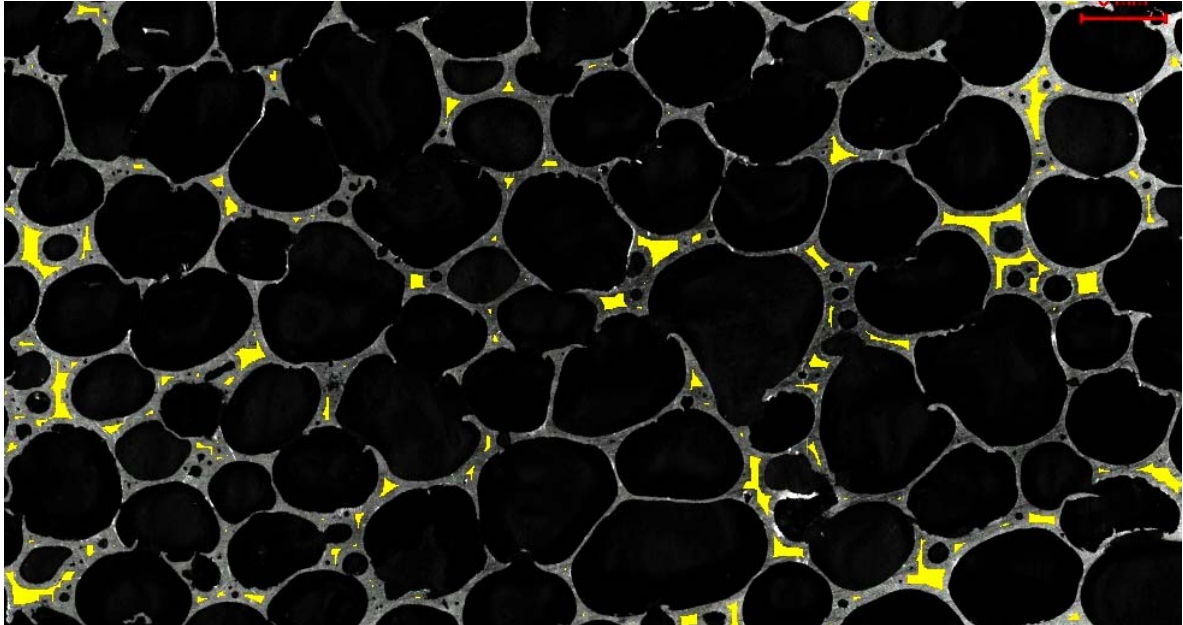


Abbildung 13: Ausschnitt aus der Schnittfläche eines Schaums der Variante C. Hell dargestellt die nach mehreren Erosionsschritten verbleibenden Rumpfflächen der Zellstege. Hinterlegt ist das Graubild der ursprünglichen Zellstruktur.

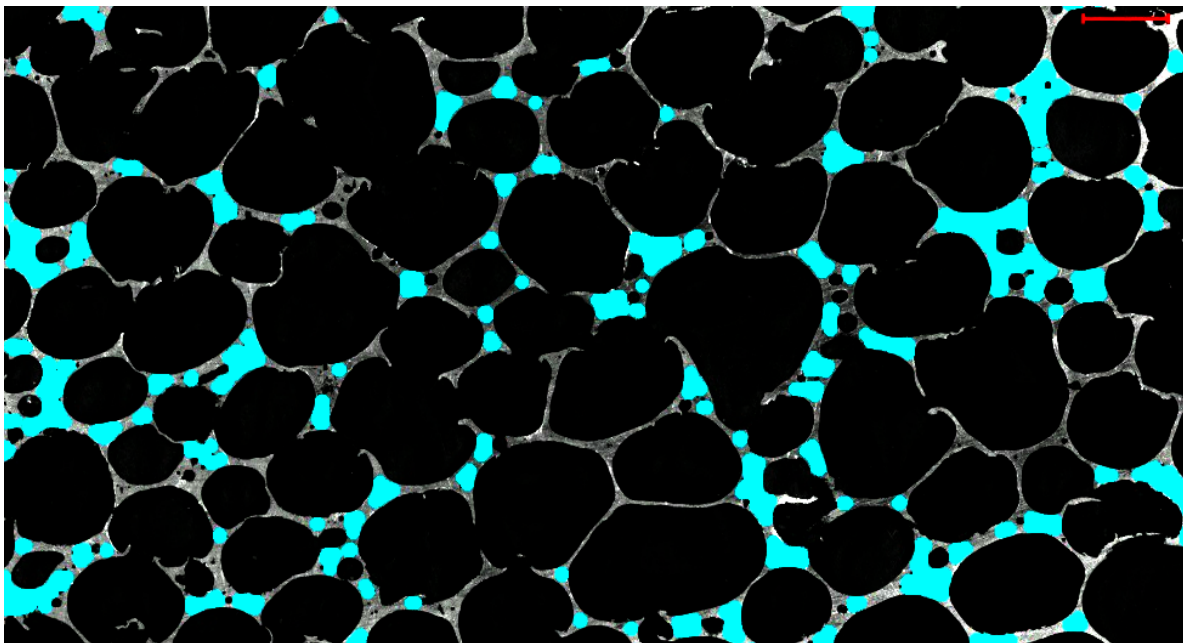


Abbildung 14: Die Abbildung zeigt den selben Ausschnitt wie Abbildung 13, hier aber hell dargestellt die nach der gleichen Anzahl Dilatationsschritte wie Erosionsschritte entstandenen Flächen. Hinterlegt ist das Graubild der ursprünglichen Zellstruktur.

Durch die Abfolge der beiden digitalen Bildbearbeitungsschritte „Erosion“ und „Dilatation“ verbleibt von der ursprünglichen Analysefläche, also der gesamten Schnittfläche durch die Zellstruktur, lediglich die Schnittfläche durch die breiteren Stege. Die feineren Membranen hingegen sind jetzt nicht mehr Teil der Analysefläche. Bei dem Verfahren bleibt die Wahl der Anzahl der Erosionsschritte der Subjektivität des Betrachters unterworfen. Eine sinnvolle Anzahl wird aber durch die vom Programm angezeigte Analysefläche weitgehend vorgegeben. Schritte Abbildung 14 zeigt in hellem Grau die Schnittflächen durch Stege, in dunklem Grau hinterlegt ist die gesamte Schnittfläche durch die Schaumstruktur. Sichtbar davon sind aber nur noch die nicht durch die Analysefläche verdeckten feineren Membranen der Zellstruktur. Die Analysefläche nach erfolgter oben beschriebener Prozedur gibt die Schnittfläche durch die Stege wieder, die geteilt durch die ursprünglich gesamte Schnittfläche durch die Zellstruktur dem Volumenanteil an Zellwandmaterial in den Stegen, also dem Parameter Φ , entspricht.

4.2.3.3 Porengröße

Die Ermittlung der Porendurchmesser erfolgt durch Analyse der schwarzen Flächen der vorliegenden Binärbilder. Vom oben genannten Programm werden nur abgeschlossene, das heißt vollständig von weißen Bildpunkten umgebene Flächen als Teichen (hier Poren) erkannt. Nebeneinander liegende Poren, die aufgrund von unterbrochenen Membranen miteinander verbunden sind, wurden deshalb mittels manueller Bildbearbeitung voneinander getrennt (siehe feine Striche in Abbildung 15). Vor der Messung wurde zudem ein vom Programm angebotener Filter, genannt „reinigen“, eingesetzt. Schwarze Flächen, die nur aus wenigen gestreuten schwarzen Bildpunkten bestehen, werden hier durch weiße ersetzt, siehe helle Stellen in den Zellwänden der Abbildung 15.

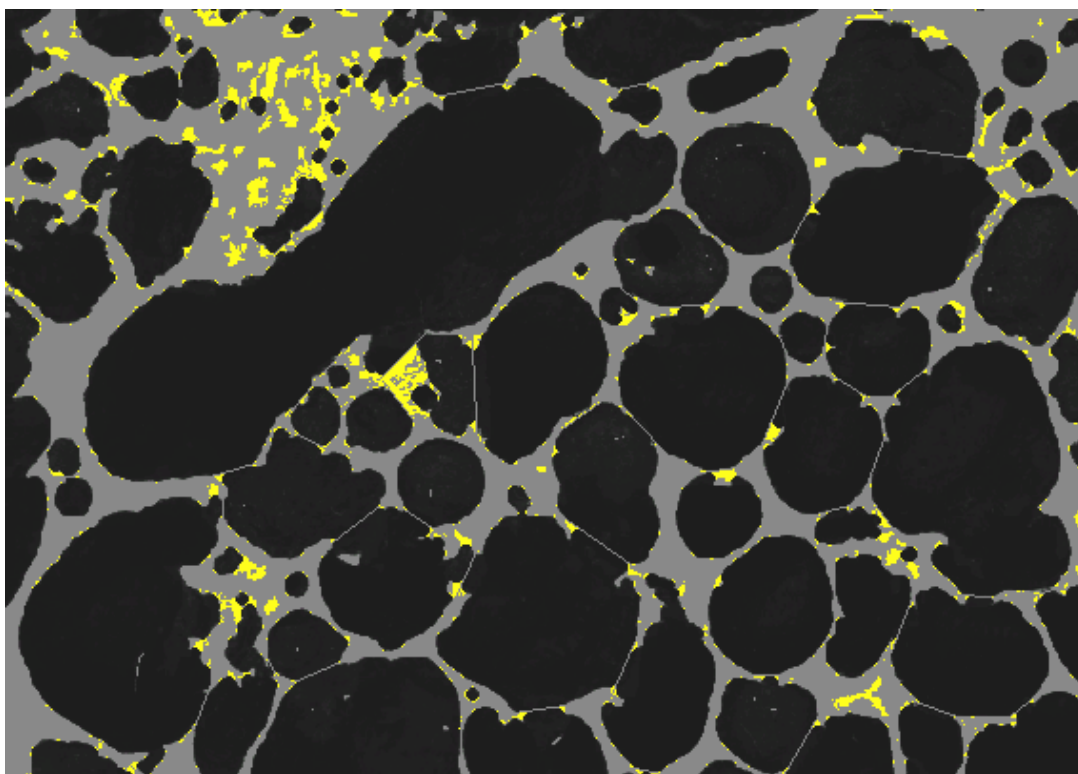


Abbildung 15: Ausschnitt aus der analysierten Schnittfläche eines Schaums der Variante B. Hell dargestellt sind die durch den Programmalgorithmus „Reinigen“ erfolgten Änderungen des Binärbildes. Feine Linien stellen manuelle Eingriffe zum Schließen von Poren dar.

Der Programmalgorithmus wurde so eingestellt, dass Mikroporen, die sich innerhalb der Stege und Membranen finden und einen Durchmesser kleiner als 0,15 mm aufweisen, bei

der Messung unberücksichtigt bleiben. Auch wurden nur Poren in die Messung einbezogen, die nicht den Rand der Analysefläche ($100 \times 50 \text{ mm}^2$) berühren. Bestimmt wurden die jeweiligen Äquivalenzkreisdurchmesser, das heißt der Durchmesser eines der Porenfläche entsprechenden Kreises.

4.2.3.4 Inhomogenität Ω

Die Inhomogenität der Schaumstruktur wurde mit Hilfe eines selbst entwickelten Algorithmus aus den wie oben erläutert gewonnenen Binärbildern quantifiziert. Der Algorithmus lässt sich wie folgt beschreiben: Es werden blockweise immer vier benachbarte Bildpunkte durch einen gemeinsamen Bildpunkt der vierfachen Fläche ersetzt. Entscheidend dabei ist, dass der Grauwert des neuen Bildpunktes aus einer Mittelung der vier Grauwerte (von 0 bis 255) der ursprünglich an dieser Stelle befindlichen Bildpunkte hervorgeht. Wird eine derartige Zusammenfassung von Bildpunkten schrittweise immer wieder vollzogen, so verringert sich zum einen dadurch die Auflösung des Bildes. Zum anderen nimmt aber auch der Kontrast, also die Differenz der Grauwerte zwischen benachbarten Bildpunkten ab, siehe Abbildung 16.

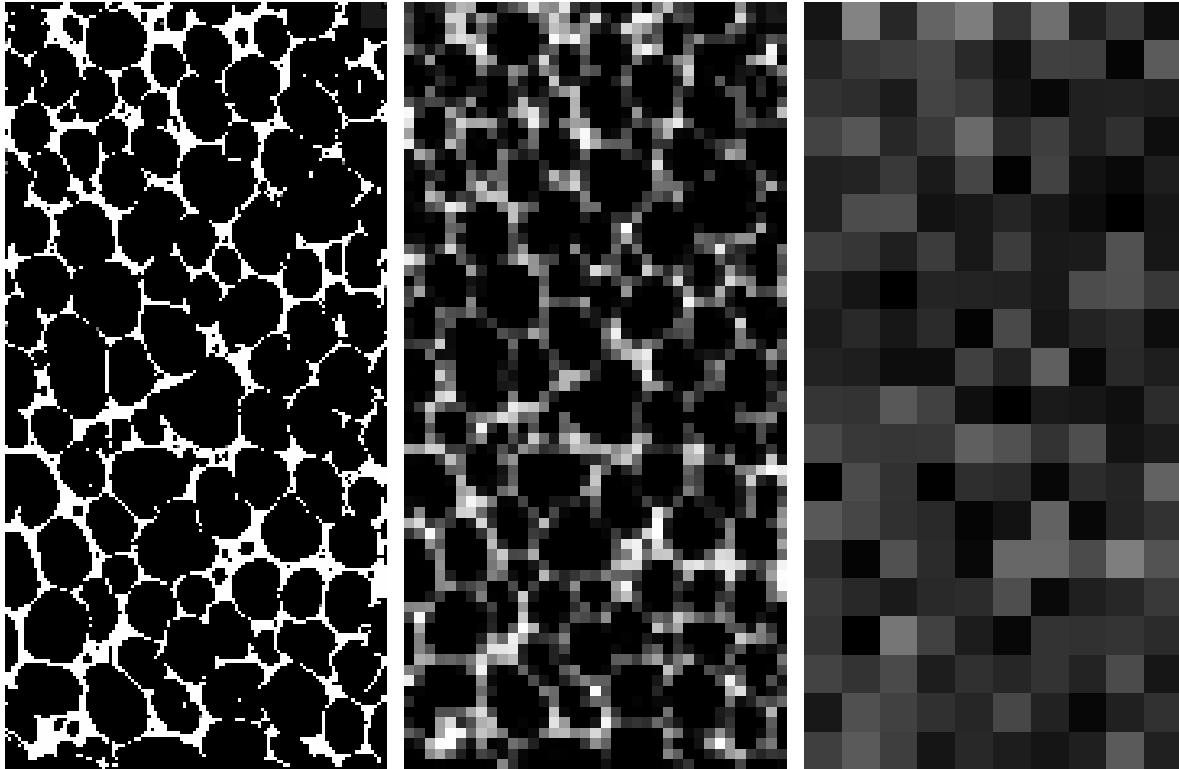


Abbildung 16: Drei mal dieselbe Probenoberfläche eines Schaums der Variante B. Die Auflösung pro Bildzeile sinkt hier von 160 Bildpunkten (links) über 40 Bildpunkte (mitte) bis 10 Bildpunkte (rechts).

Zur Erläuterung: Werden die Grauwerte über ihrer Häufigkeit aufgetragen, so finden sich zu Beginn der Prozedur die zwei bereits erwähnten Häufigkeitsmaxima (bimodale Verteilung) nahe dem Wert 0 für schwarz und nahe dem Wert 255 für weiß, so wie es in Abbildung 12 dargestellt ist. Entspricht aber die Fläche der Bildpunkte nach einigen oben beschriebenen Mittlungsschritten aber in etwa mit der Porengröße, so findet sich jetzt nur noch ein Häufigkeitsmaximum (monomodale Verteilung) bei einem mittleren Grauwert.

Der Grauwert eines jeden Bildpunktes ist proportional der relativen Dichte des Schaums an dieser Stelle. Information über den Grad der Inhomogenität des Schaums wurde aufgrund des Kontrastverlustes aus Serien von Grauwertbildern gewonnen. Ein einfach zu bestimmender Parameter, der den Kontrast von Bildern beschreibt, ist die Standardabweichung aller Grauwerte, welche auf den durchschnittlichen Grauwert normiert wurde. Im folgenden sei dieses Maß Inhomogenität Ω genannt. Ω wurde als Funktion der Pixelfläche für die drei untersuchten Schaumvarianten bestimmt. Zum Vergleich wurde die gleiche Prozedur auf eine Modellstruktur in der Art einer regelmäßigen Backsteinmauer angewendet (entspricht in Näherung dem kubischem Zellenmodell von Gibson & Ashby). Die Zellgröße wurde dafür auf $1,05 \times 1,84 \text{ mm}^2$ festgelegt, was der mittleren Porengröße der untersuchten Schäume etwa gleich kommt.

4.2.4 Grenzen der Bildanalyse

Das vorgestellte Präparationsverfahren nach Abschnitt 4.2.1 stößt vor allem bei der Erfassung sehr kleiner Poren an Grenzen. Durch die Beschichtung mit Lack, den darauffolgenden Schleifprozess als auch durch das Einscannen können kleine Poren ($<0,1 \text{ mm}$) verborgen bleiben bzw. nicht erfasst werden. Aber auch bei der Bildverarbeitung müssen Fehler in Kauf genommen werden. Am Anfang steht das notwendige Binarisieren des eingescannten Bildes. Jeder Bildpunkt wird ab einem zu bestimmenden Grenzwert entweder den Poren (schwarz) oder aber den Stegen und Membranen (weiß) zugeschlagen. Durch die kontrastreiche Vorlage ist der Grenzwert eindeutig festzulegen, sodass bei diesem Schritt nur ein geringer Fehler zu erwarten ist. Ein von der Software angebotener „Reinigungsprozess“ ist in der Lage kleinere Poren zu schließen. Bei der quantitativen Analyse wurde eine Mindestgröße der zu erfassenden Poren festgelegt, mit der Folge, dass ein Teil der feinen Porosität der Streben und Membranen nicht gewertet wird. Die Mindestgröße wurde bei 5 Bildpunkten festgelegt, was einem Porendurchmesser von etwa $0,15 \text{ mm}$ entspricht. Schwierigkeiten bei der

Bildanalyse von Schaum bereitet vor allem eine eindeutige Erfassung von Poren. Da von der Software nur völlig geschlossene Flächen vermessen werden können, erscheint es unumgänglich manuell in die abgebildeten Analyseflächen einzugreifen, um zu realistischeren Porendimensionen zu kommen. Solche Eingriffe sind der Subjektivität des Bearbeiters unterworfen und bisher unzureichend zu standardisieren.

4.3 Mikrostruktur des Zellwandmaterials

Die Mikrostruktur des Zellwandmaterials von Alporas[®]-Schaum wurde sowohl im Lieferzustand also auch nach erfolgten Kriechexperimenten untersucht. Ebenso wurde durch Umschmelzen hergestelltes Vollmaterials mit gleicher chemischer Zusammensetzung wie das Zellwandmaterial (siehe hierzu Abschnitt 4.1.4) mikrostrukturell analysiert.

4.3.1 Metallographische Präparation

Im Gegensatz zur Strukturanalyse des Schaums wurden zur metallographischen Präparation der Mikrostruktur des Zellwandmaterials die oberflächennahen Poren in einem Vakuumeinbettgerät mit Kunstharz (mit Produktnamen Epofix, Hersteller Fa. Struers, Deutschland) infiltriert. Da die Stege und Membranen beim Trennen mittels Drahterosion nicht beschädigt werden und die Schnitte bereits hohe Oberflächenqualität aufweisen, ergibt sich die Notwendigkeit zum Einbetten der Schaumstruktur weniger aufgrund einer etwaigen Stützwirkung der feinen Struktur während der Präparation. Vielmehr verbessert eine porenfreie Präparationsfläche den an den Schleifprozess (SiC-Nassschleifpapier mit Körnung 1000) anschließenden Polier- (6, 3 und 1^oµm Diamantpaste) und Feinstpolierprozess (OP-S Suspension der Fa. Struers, enthält Silikatkörner um 0,04 µm) wesentlich. Poröse Flächen würden nämlich Teile des verbrauchten Schleif- und Poliermittel zusammen mit abgetragenem Probenmaterial in Vertiefungen temporär aufnehmen und die Oberfläche im Laufe der Präparation immer wieder schädigen.

4.3.2 Ätzung nach Barker und lichtmikroskopische Untersuchung

Das metallische Gefüge des Zellwandmaterials kann durch eine anodische Ätzung nach Barker (5ml HBF₄ [48%] + 200 ml H₂O) gut sichtbar gemacht werden. Das Verfahren wird für die Analyse der Gefüge von Aluminiumgusswerkstoffen vorgeschlagen (Petzow 1994).

Während der Ätzung wird die nach Abschnitt 4.3.1 vorbereitete Probe als Anode, und ein Edelstahlblech als Katode, mit einer Gleichspannungsquelle von konstanten 15 V verbunden und für etwa 2 Minuten in die oben genannte Säure eingebracht. Auf der Probenoberfläche bildet sich eine galvanische Schicht, deren Dicke von der Orientierung des darunter befindlichen Kornes und der Ätzdauer abhängt. Unter polarisiertem Licht im Auflichtmikroskop kann ein deutlicher Kornkontrast in bunten Farben sehr gut sichtbar gemacht werden.

4.3.3 Ionenstrahl-Rasterelektronenmikroskopie

Das Abbildungsprinzip bei der Ionenstrahl-Rasterelektronenmikroskopie (im Folgenden als FIB bezeichnet, was im Angelsächsischen für „**f**ocused **i**on **b**eam“ steht) ist dem der Rasterelektronenmikroskopie (im Folgenden als REM bezeichnet) ähnlich. Anstelle eines Elektronenstrahls wird die Oberfläche jedoch mittels fokussiertem Galliumionenstrahls abgerastert (Beschleunigungsspannung üblicherweise 30 kV). Die an der Probenoberfläche freigesetzten Elektronen werden mit einem Detektor-Multiplier-System in Bildsignale umgewandelt und als Grauwerte ausgegeben. Die laterale Auflösung entspricht dabei etwa der eines REM mit Feldemissionskathode. Der entscheidende Unterschied zu einem REM ist, dass durch den Beschuss mit den Ga^+ -Ionen ständig Material an der Probenoberfläche abgetragen wird. Somit stellt das FIB eine Kombination aus Rasterelektronenmikroskop und Ionenätzanlage dar. Besonders bei Aluminiumwerkstoffen lassen sich so Mikrostrukturen gut sichtbar machen. Die Oxidschicht auf der Probenoberfläche wird ständig abgetragen, was im allgemeinen einen erhöhten Kornkontrast zur Folge hat. Auch können kleine Bereiche der Probenoberfläche durch den Ionenstrahl bearbeitet, das heißt geschnitten und strukturiert werden (Walker et al. 1996).

4.3.4 Kornorientierungsbilder

Bei diesem Verfahren können die Orientierungswinkel angeschnittener Körner des Gefüges in einer nach Abschnitt 4.3.1 präparierten Oberfläche mit Hilfe eines REM gemessen werden (im Folgenden wird das Verfahren als EBSD bezeichnet, was im Angelsächsischen für „**e**lectron **b**ack-**s**catter **d**iffraction“ steht). Es wird ein Raster von Falschfarben abhängig vom Drehwinkel des Kornes gegenüber der Oberfläche ausgegeben (im Folgenden als OIM bezeichnet, was im Angelsächsischen für „**o**rientation **i**maging **m**apping“ steht). Korngrenzen ab 3° und ab 15° werden mittels Software als Linien

unterschiedlicher Dicke markiert. Neigungswinkel unter 3° und Subkörner kleiner als $2\ \mu\text{m}$ können bei diesem Verfahren nicht detektiert werden.

4.3.5 Transmissionselektronenmikroskopie

Zur Durchführung der Transmissionselektronenmikroskopie (im Folgenden als TEM bezeichnet) wurde Zellwandmaterial von Alporas[®]-Schaum mittels zweier unterschiedlicher Methoden präpariert. Die erste Methode wurde sowohl an Zellwandmaterial im Lieferzustand als auch nach erfolgtem Kriechversuch angewendet. Hier wurde ein kleines Stück einer möglichst flachen Zellmembran (Membrandicke um $50\ \mu\text{m}$) vorsichtig aus einem mittels Drahterosion erstellten feinen Abschnitt der Kriechprobe herausgetrennt und auf einen in den TEM-Probenhalter passenden Kunststoffring (Aussendurchmesser $3\ \text{mm}$) mittels Kunstharz appliziert. Nach mechanischem Schleifen wurde die letzte Dünnung am Argonionenstrahl mit $5\ \text{kV}$ mit 12° Neigungswinkel durchgeführt. Die zweite Methode wurde für Zellwandmaterial nach erfolgtem Kriechversuch, aber aus Bereichen die starke Verformung zeigen, angewendet. Die (aus dem selben Abschnitt wie oben) herausgetrennte, aber offensichtlich verformte Probe wurde in ein Stück Kunststoffrohr mit einem Durchmesser von $2,5\ \text{mm}$ verbracht. Beides wurde mittels Kunstharz in einem Keramikröhrchen (Aussendurchmesser $3\ \text{mm}$) fixiert und mit einer langsam rotierenden Diamantscheibe in Abschnitte (Abschnittdicke um $1\ \text{mm}$) getrennt. Nach mechanischem Schleifen wurde die letzte Dünnung am Argonionenstrahl mit $5\ \text{KV}$ unter 5° Neigungswinkel durchgeführt. Vor dem Einbringen ins Mikroskop wurde auf alle Proben eine dünne Schicht Kohlenstoff aufgebracht, um die elektrische Leitfähigkeit sicherzustellen. Zur TEM-Präparation von Zellwandmaterial siehe auch Zhang 2002. Alle TEM Untersuchungen wurden an einem Jeol 200 CX durchgeführt.

4.4 Mechanische Prüfung

4.4.1 Versuchseinrichtung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine Versuchseinrichtung zur Bestimmung der Warmfestigkeit und des Kriechverhaltens metallischer Schäume auf Basis einer kraft- oder wahlweise auch weggeregelten elektromechanischen Universalprüfmaschine der Fa. Schenk-Trebel vom Typ: RM 400, aufgebaut. Hierzu wurde an der Maschine ein Dreizonenofen montiert, der in Schritten von einem Kelvin bis zu einer Temperatur von 1000° C gefahren werden kann. Die Temperatur wird mittels dreier im Prüfraum befindlicher Thermoelemente vom Typ Ni/NiCr gemessen und genauer als ein Kelvin geregelt. Die Probe befindet sich zwischen zwei parallelen Stempelflächen im Zentrum des Ofens (=Prüfraum). Der Abstand der Stempel wird mittels zweier induktiver Wegmesssysteme gemessen. Diese befinden sich außerhalb des Ofens und wurden durch Stangen geringer thermischer Ausdehnung (Legierung mit Handelsname: Invar) mechanisch mit den beiden Stempeln verbunden. Die Messdatenerfassung (in dieser Arbeit die Werte für Temperatur, Kraft und Weg) erfolgt mittels einem mit einem Mehrkanal-Analog/Digital-Wandler ausgestatteten Personalcomputer, der an den analogen Ausgängen der Maschinensteuerung angeschlossen wurde. Abbildung 17 verdeutlicht den Aufbau schematisch und Abbildung 18 zeigt ein Photo der Versuchseinrichtung.

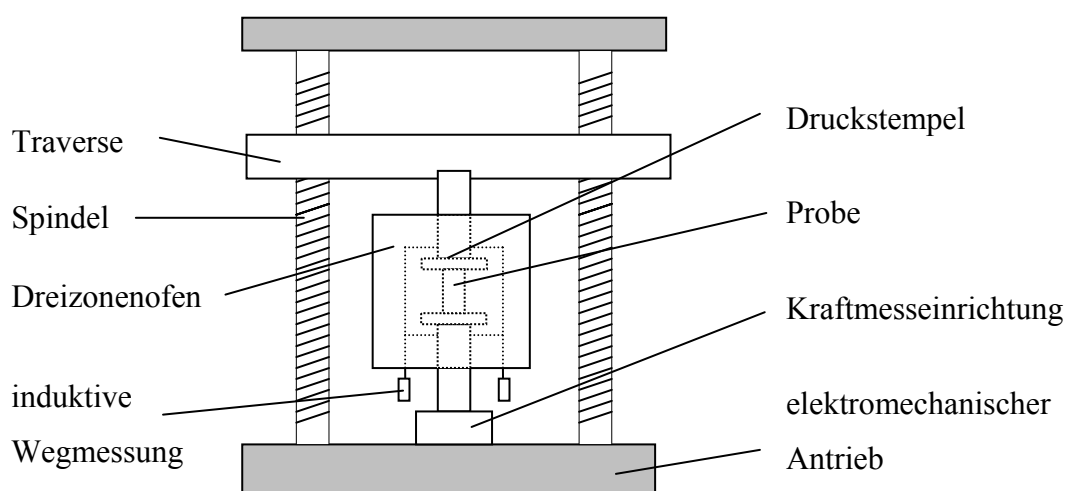


Abbildung 17: Schematische Darstellung der Versuchseinrichtung mit Hilfe einer elektromechanischen Prüfmaschine.



Abbildung 18: Versuchseinrichtung mit aufgeklapptem Dreizonenofen und ein-gebrachter Schaumprobe der Abmessungen $25 \times 25 \times 50 \text{ mm}^3$.

Häufig wird bei Kriechversuchen die mechanische Belastung auf die Probe über kardanisch gelagerte Stangen aufgebracht, welche mittels einer Umlenkmechanik mit statischen Gewichten versehen werden. Demgegenüber ändert sich die Durchführung der Kriechversuche an einer elektromechanischen Prüfmaschine wie folgt:

Die Belastung der Probe zu Versuchsbeginn erfolgt mittels Maschinensteuerung. Über eine vorgegebene „Rampe“ kann die Kraft innerhalb eines definierten Zeitintervalls linear auf den vorgegebenen Wert angehoben und dann gehalten werden.

Von der Maschinensteuerung werden während eines Kriechversuchs nicht nur die Werte der Verformung, sondern, zur Kontrolle, auch die tatsächlich gemessenen Werte der Temperatur und Kraft mit ausgegeben.

Eine Universalprüfmaschine kann sowohl kraft- also auch wegkontrolliert gesteuert werden. Es sind Versuche unter konstanter Last (in dieser Arbeit als Kriechversuche bezeichnet) und konstanter Verformungsgeschwindigkeit (in dieser Arbeit als Versuche unter konstanter Stauchrate bezeichnet) möglich.

Da der obere Stempel durch das Querhaupt zwangsgeführt ist und der untere Stempel mit dem Rahmen der Prüfmaschine fest verbunden ist, bleiben die Stempelflächen unabhängig von der Verformung einer dazwischen befindlichen Probe immer parallel und können ausschließlich in Prüfrichtung verschoben werden. Hingegen könnten bei einer kardanischen Aufhängung mit der Verformung aufkommende Querkräfte eine Verschiebung der Stempelflächen senkrecht zur Prüfrichtung bewirken. Dass es vor allem bei der Druckverformung von metallischen Schäumen zu Querkräften kommen kann, liegt aufgrund des beobachteten örtlich stark schwankenden Grades der Verformung mit lokal kollabierenden einzelnen Zellschichten nahe (siehe Abschnitt 5.2.2).

Die Kräfte sollen nicht lokal, sondern von Testbeginn an flächig über der ganzen Probenoberfläche verteilt eingeleitet werden. Daher wurden alle Proben mittels Drahterosion geschnitten (siehe Abschnitt 4.1.3). Gegenüberliegende Flächen der Proben sind hier planparallel, da das Heraustrennen der Proben in einer Aufspannung erfolgt. Zur Messung der Dehnrates, vor allem bei geringen Gesamtverformungen, müssen mechanisch wie thermisch unbeschädigte Kontaktflächen zur Prüfeinrichtung vorliegen.

4.4.2 Versuchsdurchführung

Sowohl die Schaum- als auch die Vollmaterialproben wurden im Dreizonenofen der Versuchseinrichtung belastungsfrei auf Prüftemperatur gebracht und verblieben bis Versuchsbeginn weitere drei Stunden belastungsfrei im Ofen. Die Proben wurden ausschließlich auf Druck mittels zweier senkrecht angeordneter Stempel mit waagrechten planparallelen Stempelflächen belastet.

Versuche konstanter Stauchrate wurden nur an Schaum durchgeführt. Diese wurden mit einer konstanten Verfahrgeschwindigkeit des Querhaupts von $1,7 \cdot 10^{-5}$ m/s vorgenommen, was bei der Probenlänge von 50 mm einer technischen Stauchrate von $3,4 \cdot 10^{-4}$ 1/s entspricht.

Alle Kriechversuche wurden wie folgt durchgeführt: Die Last wurde über eine Zeit von 2 min linear auf den gewünschten Wert erhöht und dann konstant gehalten. Typischerweise wurden die Kriechversuche bei einer Gesamtdehnung von etwa 5% gestoppt. Für kleine angelegte Spannungen war jedoch die sich einstellende Kriechrate so gering, dass diese Bedingung nicht innerhalb eines vernünftigen Zeitrahmens erfüllt werden konnte. Der Versuch wurde deshalb beendet, nachdem die sich einstellende Kriechrate über einen Zeitraum von 48 h hinweg als konstant angesehen werden konnte.

4.5 Registrierende Nanohärteprüfung

Bei der unter dem Namen Nanoindentation bekannten registrierenden Härteprüfung wird eine ultrafeine Diamantspitze (Berkovich-Indenter) bis etwa $0,5 \mu\text{m}$ tief in eine polierte Oberfläche definiert eingedrückt. Im Gegensatz zur konventionellen Härteprüfung wird nicht der nach Entlastung bleibende Eindruck ausgewertet, sondern die auf die Indenterspitze aufgebrachte Last über der kapazitiv gemessenen Eindringtiefe kontinuierlich aufgezeichnet. Versuche wurden mit einem Nano XP[®] (der Firma MTS Systems Corporation, USA) in einer Temperatorkammer bei Temperaturen zwischen 25 und 100° C unter anderem an Schnitten durch Zellwandmaterial (präpariert nach Abschnitt 4.3.1) des Alporas[®]-Schaums durchgeführt. Aufgrund der thermischen Drift des Messrahmens im Nanoindenter war keine direkte Härtemessung möglich. Mit Hilfe einer Quarzprobe, von der bei Temperaturen bis 100 °C keine zeitabhängige Verformung zu erwarten ist, wurde diese thermische Drift abgeschätzt. Zur Bestimmung der Steifigkeit genutzt wurde eine

Funktion des Gerätes zur Bestimmung der dynamischen Kontaktsteifigkeit, bei der einer quasistatischen Last auf der Spitze eine kleine oszillierende Lastkomponente überlagert wird.

Unter den Voraussetzungen, dass die Geometrie der Indenterspitze bekannt ist, der E-Modul über das Volumen der Probe als konstant angenommen wird und dass die Indentationsdehnrate $\dot{\epsilon}$ konstant gehalten wird, ist es mit Hilfe eines von Lucas und Oliver erarbeiteten rechnerischen Verfahrens möglich die Härte an der Stelle des Eindrucks zu bestimmen (Lucas und Oliver 1992). Für eine detaillierte Beschreibung des Verfahrens wird auf Kraft et al. verwiesen, wo Nanoindentationsversuche an Aluminiumeinkristall und Zellwandmaterial des Alporas[®]-Schaums veröffentlicht sind (Kraft et al. 2001).

Die Eindrücke in das geschnittene Zellwandmaterial sind in den Zentren der etwa 100 μm breiten Zellstege gemacht worden, wobei es vermieden wurde, die an Korngrenzen des Gefüges ausgeschiedenen intermetallischen Phasen zu treffen. Näheres zur Gefügebeschreibung siehe Abschnitt 5.2.

5 Ergebnisse

5.1 Quantitative Analyse der Schaumstruktur

In Tabelle 1 sind die durch Wiegen und Dimensionsmessung bestimmten relativen Dichten der drei untersuchten Alporas[®]-Schaumvarianten (siehe Abschnitt 4.1.3) zusammen mit Ergebnissen aus der quantitativen Bildanalyse (siehe Abschnitt 4.2.3.1 bis 3) aufgelistet. Für das Zellwandmaterial wurde eine Dichte von $2,7 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$ angenommen.

Alporas [®] -Schaumvariante	A	B	C
Relative Dichte, ρ^*/ρ_s , bestimmt mittels Gewichts- und Dimensionsmessung (Mittelwert \pm Standardabweichung)	0,092 \pm 0,003	0,112 \pm 0,002	0,163 \pm 0,002
Relative Dichte, ρ^*/ρ_s , bestimmt durch quantitative Bildanalyse,	0,086	0,112	0,172
Anteil Zellwandmaterialanteil in den Streben, Φ [%]	0,34	0,40	0,51
mittlere Porengröße, d [mm]	2,15	1,84	1,61

Tabelle 1: Morphologische Parameter der drei untersuchten Alporas[®]-Schaumvarianten. Die durch quantitative Bildanalyse ermittelten Werte (Zeilen 3-5) sind an einer Fläche von jeweils 5.000 mm² gewonnen.

5.1.1 Relative Dichte

Die mittels quantitativer Bildanalyse bestimmten relativen Dichten (siehe Abschnitt 4.2.3.1) stimmen gut mit den Werten überein, die mit Hilfe des Gewichts und der Dimension der Proben gewonnen wurden (siehe Abschnitt 4.1.3). Die Abweichungen zwischen den beiden Verfahren liegen unterhalb von 10%, siehe Tabelle 1. Der Wert der relativen Dichte geht in das Kriechmodell von Gibson und Ashby ein.

5.1.2 Anteil Zellwandmaterials in den Stegen Φ

Der Anteil an Zellwandmaterial in den Stegen Φ ist bei jeder der drei untersuchten Schaumvarianten verschieden, siehe Tabelle 1. Die Werte reichen von 0,34 bis 0,51 und sind der relativen Dichte in etwa proportional. Je höher also die relative Dichte, um so höher ist der Anteil an Zellwandmaterial in den Streben. Der Parameter Φ geht in das Modell von Gibson und Ashby für geschlossenzellige Schäume ein.

5.1.3 Mittlere Porengröße und Porengrößenverteilung

Die mittlere Porengröße liegt bei allen drei Varianten im Bereich von 2 mm, wobei dieser Parameter mit steigender relativer Dichte leicht sinkt, siehe Tabelle 1. Gleichung 3 stellt einen Zusammenhang zwischen mittlerer Porengröße und relativer Dichte her. Die Auftragung der in dieser Arbeit ermittelten mittleren Porengröße über der jeweils relativen Dichte der drei untersuchten Schaumvarianten bestätigt die durch Gleichung 3 gegebene Abhängigkeit, siehe Abbildung 19.

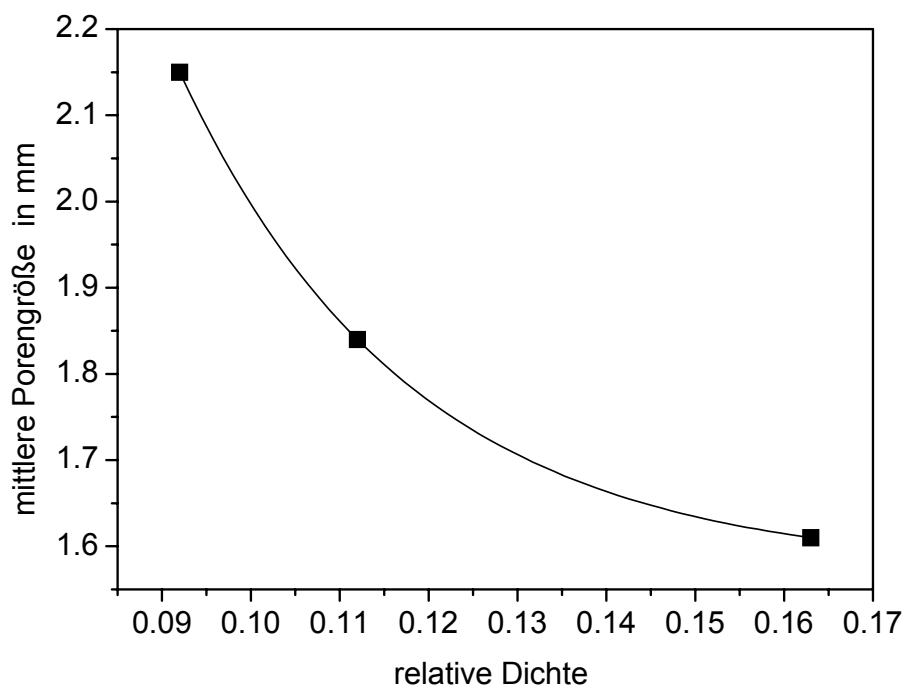


Abbildung 19: Mittlere Porengröße der drei Schaumvarianten aufgetragen jeweils über ihrer relativen Dichte.

Vergleicht man die Oberflächen der Schnitte verschiedener Varianten miteinander, siehe Abbildung 11, so zeigen sich unterschiedliche Porenstrukturen. Während die Varianten B und C recht regulär aufgebaut erscheinen, zeigt Variante A eine breit gestreute Verteilung von Porengrößen. Diese visuelle Beobachtung kann quantitativ bestätigt werden. Die aus den Schnittflächen gewonnenen Größenverteilungen der Poren sind in Abbildung 20 dargestellt. In diesen Histogrammen ist der Flächenanteil aller Poren aufgeteilt nach Größenklassen dargestellt. Sie geben damit an, wie sich die Gesamtfläche aller geschnittener Poren auf die einzelnen Porengrößen verteilen.

Variante A zeigt eine breitere Verteilung mit einigen außergewöhnlich großen Poren, ungefähr 8 mm im Durchmesser, die über 10% der gesamten Porenfläche bedecken und als Fehler der Struktur gewertet werden können. Die anderen beiden Varianten zeigen eine engere, eher monomodale Verteilung, wobei die Variante C eine verhältnismäßig enge Porengrößenverteilung aufweist, da über 80% der gesamten Porenfläche von Poren im Größenbereich von 2,5 bis 5,0 mm bedeckt werden.

Die hier gefundenen Tendenzen können mit dem Schaumbildungsprozess in Verbindung gebracht werden (siehe auch Walstra 1993): Wenn sich ein Schaum bei seiner Entstehung räumlich ausdehnen kann, so wachsen Poren unter dem Einfluss des darin befindlichen Gasdruckes heran. Konsequenz ist zunächst eine mit der Aufschäumzeit sinkende relative Dichte. Die drei Schaumvarianten repräsentieren vermutlich unterschiedliche Stadien des Schaumbildungsprozesses, der mit der Konsolidierung des Zellwandmaterials abgebrochen wurde. Da weder alle Poren gleichzeitig entstehen noch gleich schnell wachsen, kommt es zu einer Porengrößenverteilung, siehe Abbildung 20. Mit zunehmender Schäumzeit steigt die Wahrscheinlichkeit große Poren zu finden. Diese Tendenz gründet sich zum einen darauf, dass sich Poren während der Schäumzeit weiter ausdehnen, zum anderen reißen einige immer dünner werdende Membranen zwischen nebeneinander liegenden Poren. Somit bilden sich große Poren durch Koaleszenz kleinerer.

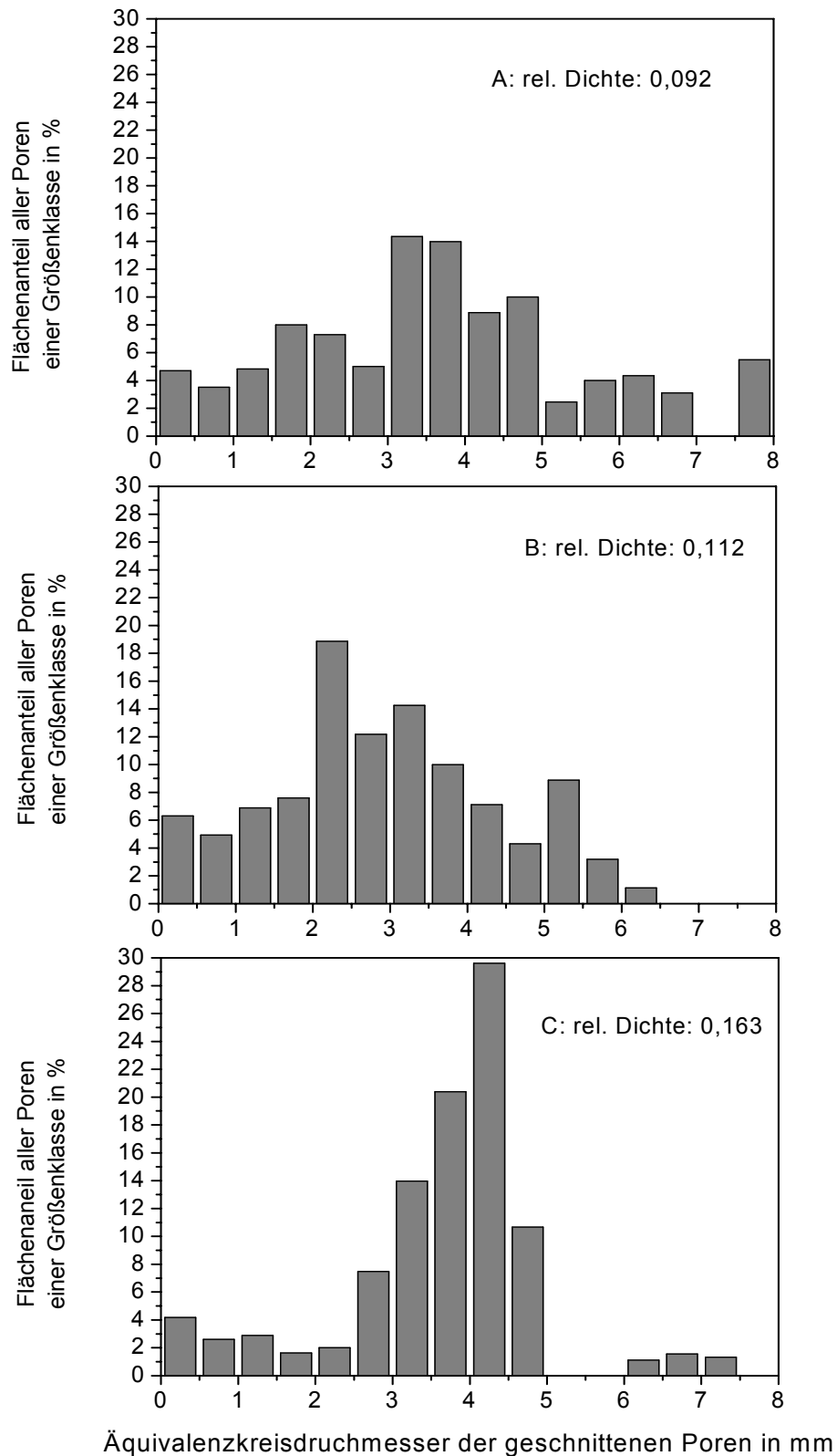


Abbildung 20: Flächenanteil der Poren in Größenklassen. Es zeigt sich eine breitere Verteilung der Porengrößen für Variante A mit einigen großen Poren gegenüber den engeren, eher monomodalen Verteilungen der Varianten B und C.

5.1.4 Inhomogenitätsparameter Ω

Ergebnisse aus der Inhomogenitätsanalyse nach Abschnitt 4.2.3.4 sind in Abbildung 21 gezeigt. In diesem Diagramm wird der Inhomogenitätsparameter Ω gegen die Bildpunktfläche für alle drei Schaumvarianten aufgetragen. Zusätzlich ist dieselbe Analyse für eine Struktur in der Art einer Backsteinmauer mit einer Zellenfläche von 1.94 mm^2 durchgeführt worden. Letztere soll einen Schnitt durch die nach Gibson und Ashby idealisierte Zellenstruktur des Modellschaums (eine Modellzelle ist in Abbildung 1 dargestellt) repräsentieren. Um die Ergebnisse vergleichen zu können, wurden alle gefundenen Werte mit der relativen Dichte des untersuchten Schaums beziehungsweise Backstein-Modells normiert.

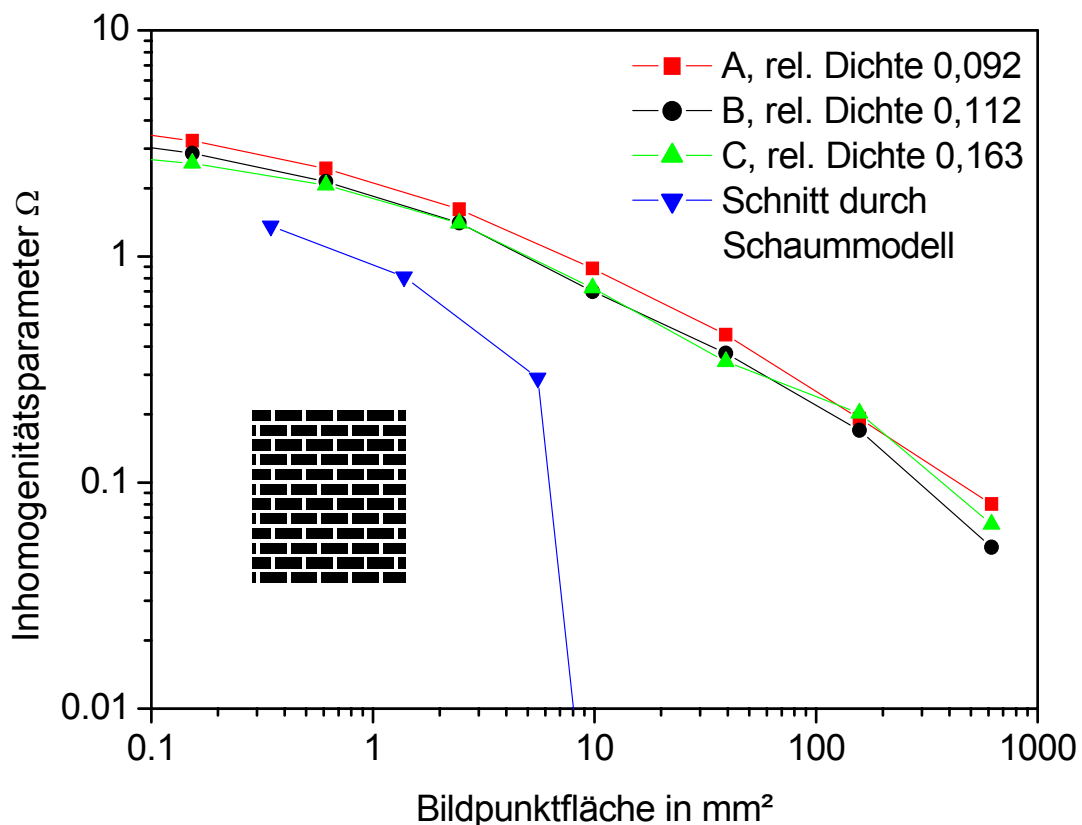


Abbildung 21: Inhomogenitätsparameter Ω über der Bildpunktfläche für die drei Schaumvarianten und für eine regelmäßige Struktur in der Art einer Backsteinmauer. Letztere soll die Zellenstruktur des Schaummodells nach Gibson und Ashby repräsentieren.

Wie Abbildung 21 zeigt, sinkt im Falle der regelmäßigen Struktur in der Art einer Backsteinmauer der Parameter Ω rasch, sobald die Bildpunktfläche in etwa die Fläche einer Zelle (eines Backsteins) übertrifft. Ein Sinken von Ω wird ebenso für die drei Schaumvarianten beobachtet. Der Abfall ist aber weit weniger ausgeprägt für den Fall der regelmäßigen Struktur. Es wird selbst bei einer Pixelfläche von 600 mm^2 noch eine beträchtliche Abweichung in der Schaumdichte beobachtet. Diese Fläche entspricht etwa dem 200-fachen der mittleren Porenfläche und gleichzeitig knapp der Hälfte einer Oberfläche der mechanisch geprüften Proben. Für alle Bildpunktflächen zeigt Schaumvariante A eine leicht ausgeprägtere Inhomogenität als die anderen beiden Schaumvarianten.

5.2 Analyse der Mikrostruktur

5.2.1 Zellwandmaterial im Lieferzustand

Die mittels Drahterosion gewonnenen Schnittflächen aus den drei Schaumvarianten im Lieferzustand wurden eingebettet, poliert und einer Ätzung nach Barker unterzogen (siehe Abschnitte 4.3.1 und 4.3.2). In mikroskopischen Hellfeldaufnahmen unter polarisiertem Licht zeigt sich ein Orientierungsunterschied der geschnittener Körner ab etwa 3° als unterschiedene Farbe (Petzow 1994). Abbildung 22 zeigt das Gefüge des Zellwandmaterials. Die Körner haben eine mittlere Größe von etwa $100 \mu\text{m}$. Da die Dicke der Zellwände auch im Bereich von $100 \mu\text{m}$ liegt, sind die meisten Körner über die ganze Breite der Zellstruktur ausgedehnt und reihen sich über deren Länge auf.

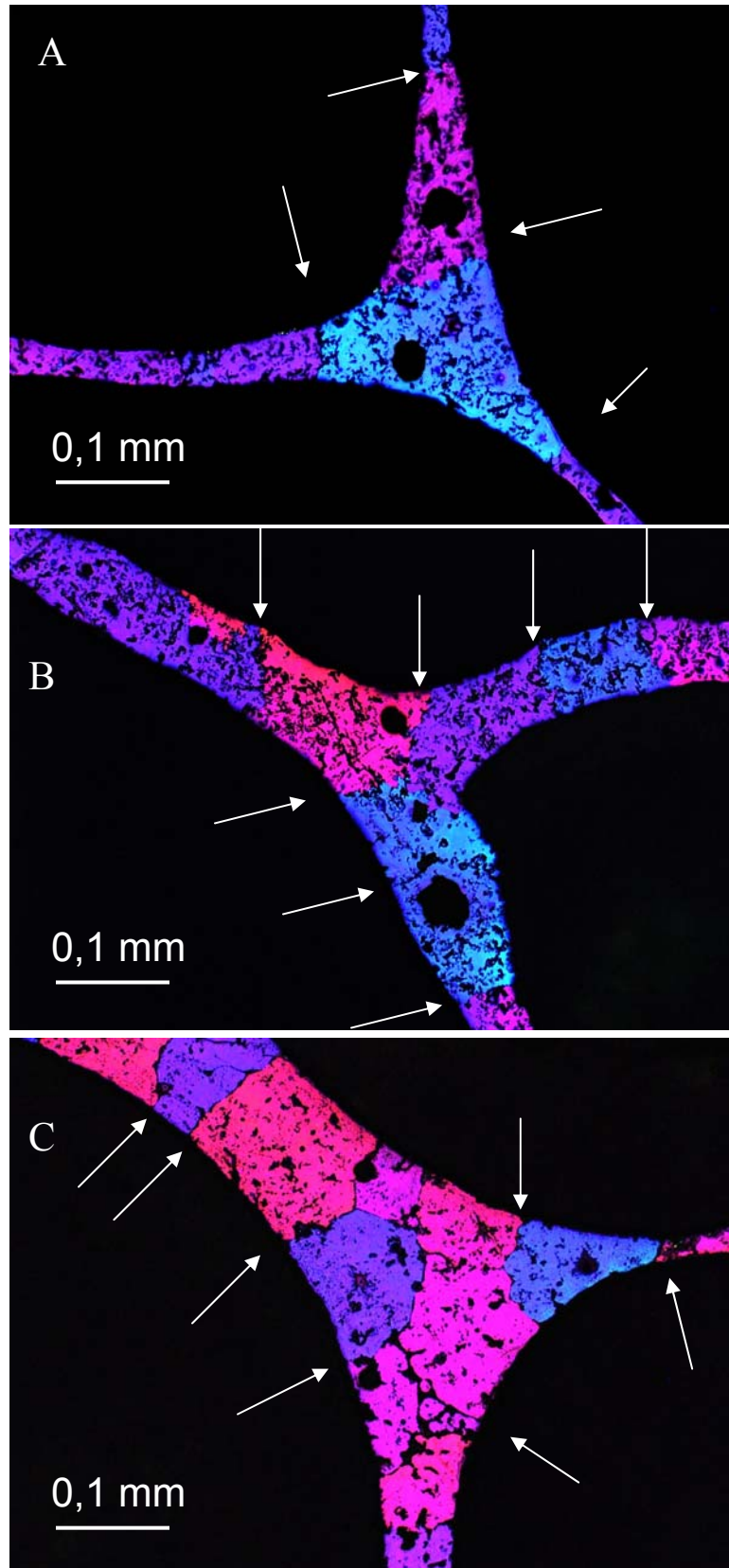


Abbildung 22: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Gefüge des Zellwandmaterials der drei Schaumvarianten A bis C. Korngrenzen sind mit Pfeilen markiert.

Mit der chemischen Analyse konnten neben dem Hauptbestandteil Al vor allem die Elemente Kalzium (1,69 gew.%), (es wird zur Erhöhung der Viskosität der Schmelze zugegeben), und Titan (1,28 gew.%), (rührt vom Treibmittel her) im Zellwandmaterial nachgewiesen werden. Das Zweistoffsystem Al-Ca (Hansen 1936) weist einen eutektischen Punkt bei 616°C und etwa 8 gew.% Ca auf. Die Löslichkeit von Ca in Al wird mit 0,6 gew.% bei 616°C und 0,3 gew.% bei Raumtemperatur angegeben. Das Zweistoffsystem Al-Ti (Hansen 1936) weist bei aluminiumreicher Legierung (mehr als 75 Atom %) einen mit dem Titangehalt steigenden Schmelzpunkt auf. Die Löslichkeit von Ti in Al wird mit 0,28 gew.%, bei rascher Abkühlung bis 0,32 gew.% angegeben. Es wird gefolgert, dass sich aufgrund der Legierungszusammensetzung der untersuchten Schaumvarianten intermetallische Verbindungen des Aluminiums mit Ti und Ca (im Folgenden als Aluminide bezeichnet) gebildet haben.

Die schwarzen Stellen in der Zellstruktur der Abbildung 22 sind Bereiche, in denen ursprünglich Aluminide ausgeschieden waren, diese sind aber durch die Präparation nach Barker herausgeätzt worden. Die Aluminiummischkristalle sind in der Art von Dendriten erstarrt, die von ausgeschiedenen Aluminiden umgeben sind. Vereinzelt werden auch halbkugelförmige Mikroporen bis zu einer Größe von 30 µm gefunden, die im Gefüge des Zellwandmaterials eingeschlossen sind.

Wie in Abbildung 22 ersichtlich gleichen sich die Gefüge der Zellwandmaterialien drei untersuchten Schaumvarianten weitgehend.

Abbildung 23 zeigt eine FIB-Aufnahme von Aluminiden (hell und mittelgraue Bereiche) im Zellwandmaterial des Alporas[®]-Schaums der Variante B im Lieferzustand. Die Aluminide weisen eingeformte Gestalt auf und sind von primären Al-Mischkristallen (dunkelgrauer Hintergrund) umgeben.

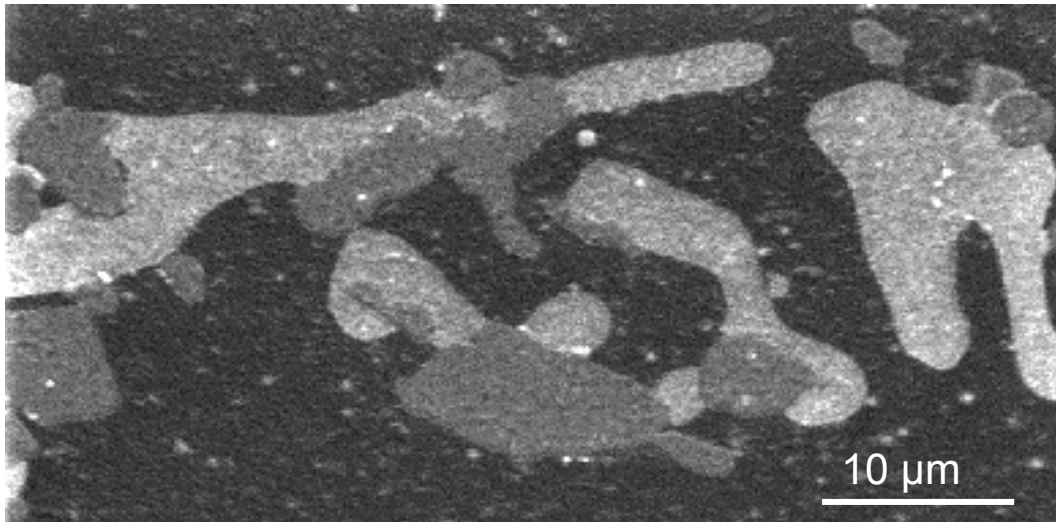


Abbildung 23 : FIB-Aufnahme der Aluminide in der Al-Mischkristallmatrix des Zellwandmaterials im Lieferzustand (hell- und mittelgrau: Aluminide, dunkelgrau: Al-Mischkristallmatrix).

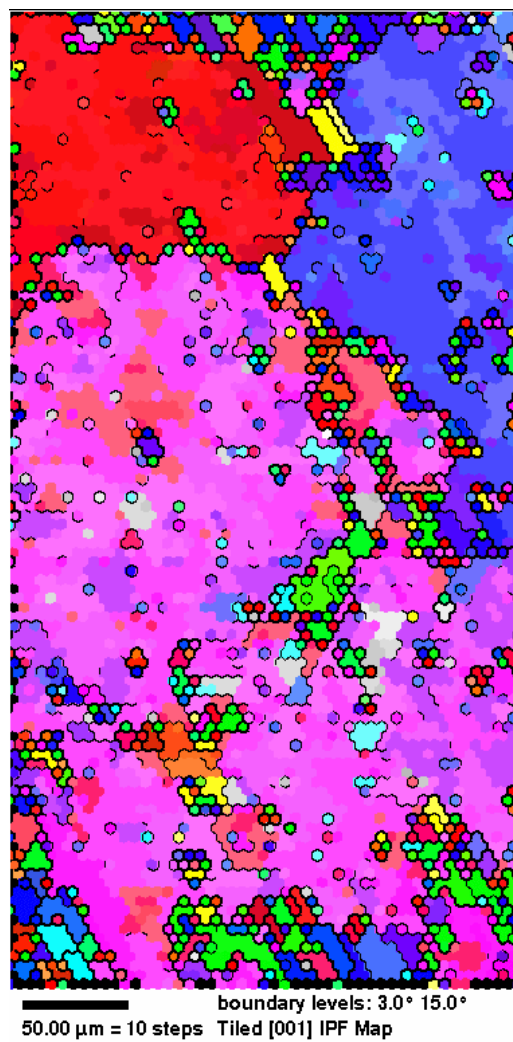


Abbildung 24 : OIM-Aufzeichnung des Zellwandmaterials im Lieferzustand.

Abbildung 24 zeigt eine mittels EBSD gewonnene OIM-Aufzeichnung eines geschnittenen Steges des Zellwandmaterials des Alporas[®]-Schaums der Variante B im Lieferzustand. Verschiedene Orientierungswinkel der geschnittenen Körner zur Oberfläche werden bei mehr als 3° Differenz als unterschiedliche Farben dargestellt. Stoßen indizierte Bildpunkte mit einer Differenz im Orientierungswinkel von mehr als 3° (bzw. 15°) aneinander, so wird dies zusätzlich durch dünne (bzw. dicke) schwarze Linien gekennzeichnet. Die Aufzeichnung zeigt Ausschnitte dreier aneinander grenzender Körner mit Differenzen im Orientierungswinkel von über 15° (durch dicke Linien in Abbildung 24 getrennt). Es darf angenommen werden, dass die mittlere Größe solcher Körner im untersuchten Bereich bei mindestens 100 µm liegt. Subkörner im Gefüge des Zellwandmaterials im Lieferzustand konnten mit Hilfe des OIM nicht gefunden werden.

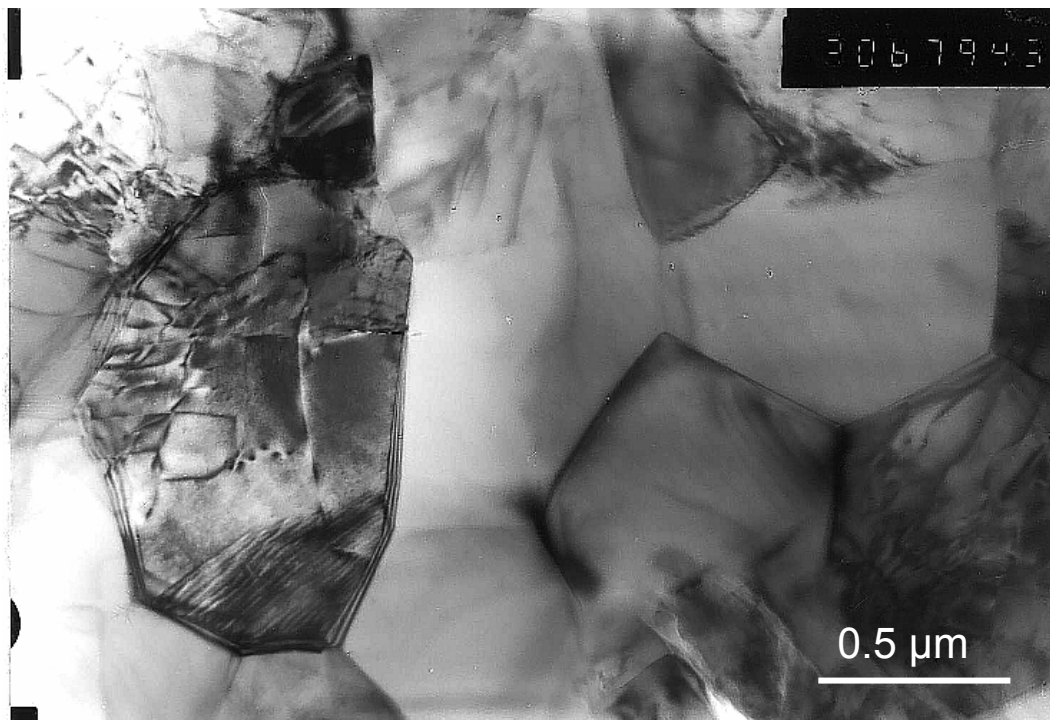


Abbildung 25 : TEM-Aufnahme des Zellwandmaterials im Lieferzustand.

Abbildung 25 zeigt eine TEM-Aufnahme einer nach Abschnitt 4.3.5 präparierten Probe aus einer Membran des Zellwandmaterials des Schaums der Variante B im Lieferzustand. Es wird deutlich, dass die Körner des Zellwandmaterials aus Subkörnern aufgebaut sind, deren Größe auf etwa 1 µm geschätzt werden kann. Die Unterschiede in der Orientierung der Subkörner wurden mittels Kikuchi-Beugungsbildern von Zhang et al. analysiert und liegen typischerweise unter 1° (Zhang et al. 2002). Kleinwinkelkorngrenzen zwischen

Subkörnern mit so geringen Orientierungsunterschieden konnten weder mittels Ätzung nach Barker (bei kurzer Ätzzeit sind Kornkontraste ab 3° sichtbar) noch mittels EBSD (das Verfahren detektiert ab 3°) sichtbar gemacht werden.

5.2.2 Veränderung durch Hochtemperaturverformung

Das Gefüge des Zellwandmaterials wurde nicht nur im Lieferzustand, sondern auch nach erfolgtem Kriechversuch, analysiert. Allgemein wurde bei Kriechversuchen nach hinreichender Gesamtdehnung beobachtet, dass Probenoberflächen einen örtlich eng begrenzten Bereich makroskopischer Verformung zeigen, welcher vom Kollabieren der schwächsten quer zur Belastungsrichtung verlaufenden Zelllage herrührt (Bastawros und Evans 2000). Diese Beobachtung wird in Abschnitt 5.3.2 mit dem Verlauf der Kriechrate in Bezug gebracht.

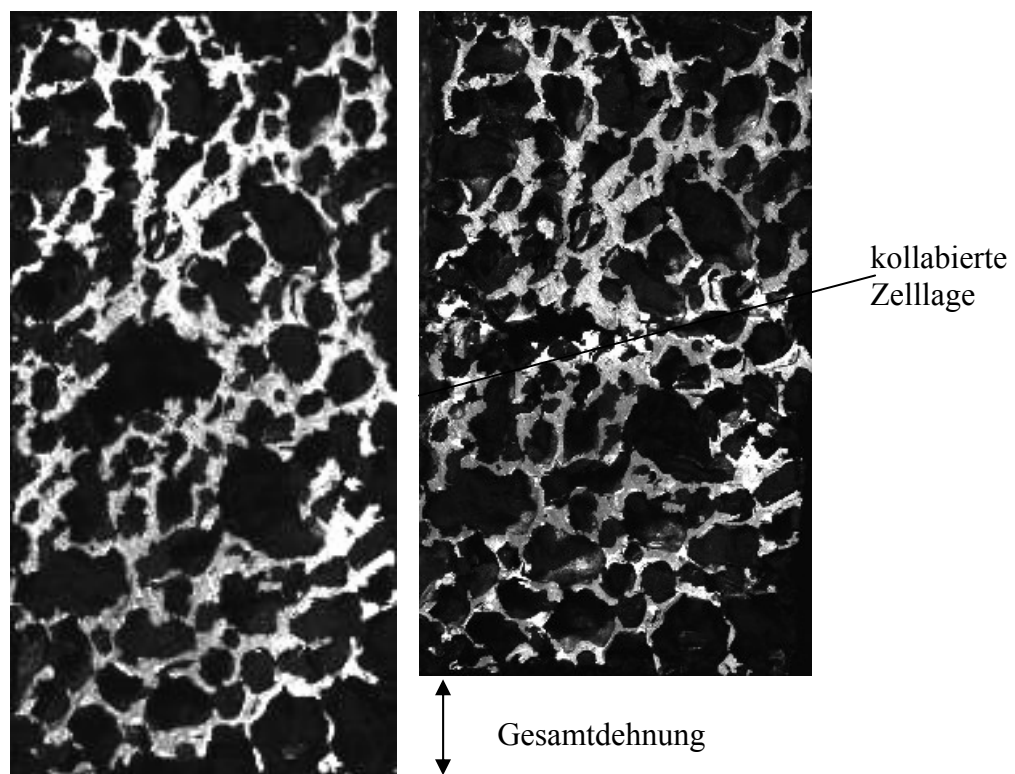


Abbildung 26: Oberfläche einer Schaumprobe vor (links) und nach (rechts) dem Druckkriechversuch (Belastungsrichtung in Papierebene senkrecht). Eine kollabierte Zelllage der gekrochenen Probe ist markiert.

Abbildung 26 zeigt die gleiche Oberfläche einer Schaumprobe der Variante B vor und nach dem Kriechversuch. Ein Vergleich der Zellstruktur macht deutlich, dass die

Verformung lokal an einer kollabierten Zelllage quer zur Belastungsrichtung eingetreten ist. Andere Bereiche zeigen keine makroskopisch sichtbaren Verformungen. In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse mikrostruktureller Untersuchungen an kriechverformten Schaumproben dargestellt.

In Abbildung 27 ist die Mikrostruktur eines sichtbar verformten Bereiches der Zellstruktur einer Schaumprobe der Variante B nach einem Kriechversuch dargestellt. Diese Schaumprobe wurde vor der Präparation unter einer Belastung von 0,8 MPa bei 300° C für 70 h kriechverformt, wobei sie eine Gesamtdehnung 30 % erfuhr. Die Mikrostruktur der Abbildung 27 wurde in der gleichen Weise wie bei Abbildung 22 sichtbar gemacht. Das kriechverformte Zellwandmaterial zeigt Subkörner einer Größenordnung im Mikrometerbereich. Im Auflichtmikroskop erscheinen die Körner somit wesentlich kleiner, als es im Liefererzustand sichtbar gemacht werden konnte, (siehe vergleichend Abbildung 22). Die Kornstruktur muss sich folglich während der Kriechversuche in den stark verformten Bereichen geändert haben.

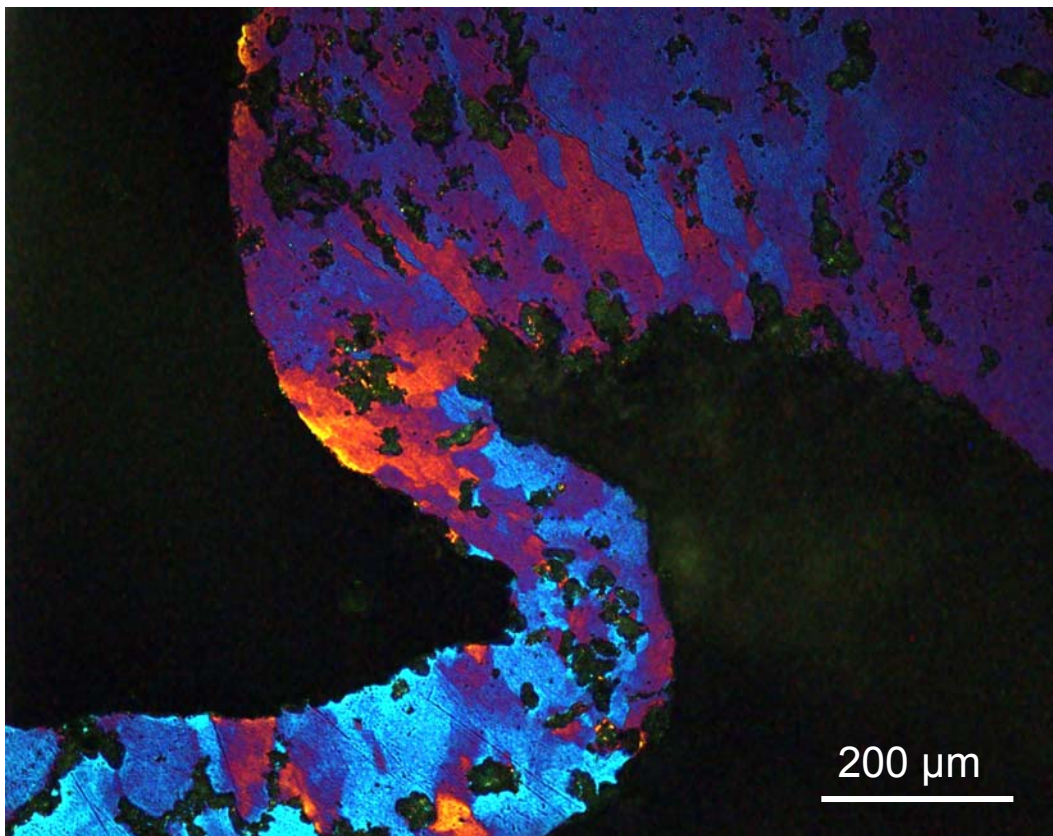


Abbildung 27: Lichtmikroskopische Aufnahme der Mikrostruktur des Zellwandmaterials nach Kriechversuch (0,8 MPa, 300° C, 70 h).

Abbildung 28 zeigt eine OIM-Aufzeichnung, durchgeführt an einem metallographischen Schliff der gleichen kriechverformten Schaumprobe wie oben. Feine schwarze Linien zeigen Orientierungsunterschiede der Kristalle zwischen den Analysepunkten von mehr als 3° . Im Vergleich zu Abbildung 24 können nach erfolgtem Kriechversuch hier jetzt Subkornstrukturen in einer Größenordnung von Mikrometern ausgemacht werden. Die wirkliche Größe der Subkörner kann aber kleiner sein, da nur Orientierungsunterschiede größer als 3° dargestellt werden und die Auflösung des OIM auf $2\ \mu\text{m}$ begrenzt ist.

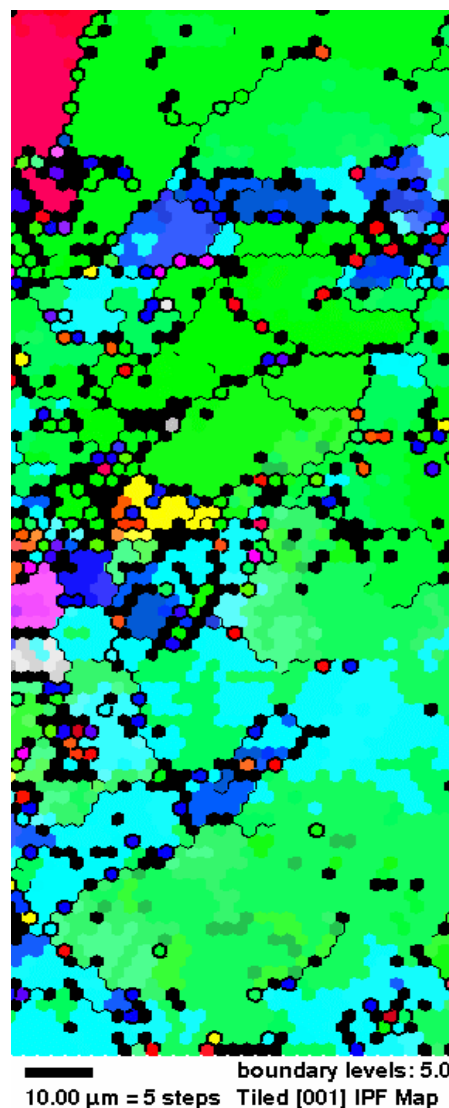


Abbildung 28 : OIM-Aufzeichnung des Zellwandmaterials der gleichen gekrochenen Schaumprobe wie bei Abbildung 27 an Bereich starker Verformung.

Es wurden TEM-Proben aus verformten und unverformten Bereichen derselben kriechverformten Probe wie oben entnommen (0,8 MPa bei 300° C für 70 h, Gesamtdehnung 30 %). Die TEM Beobachtungen aus unverformten Bereichen der Schaumprobe zeigen gegenüber dem Gefüge im Lieferzustand keine signifikanten Änderungen (keine Abbildung). Abbildung 29 zeigt eine TEM-Aufnahme des Zellwandmaterials nach erfolgtem Kriechversuch und zwar aus einem Bereich starker Verformung. Hier wird eine beträchtlich feinere Subkornstruktur als in Abbildung 25 gefunden. Die mittlere Subkorngröße beträgt etwa 0,4 μm .

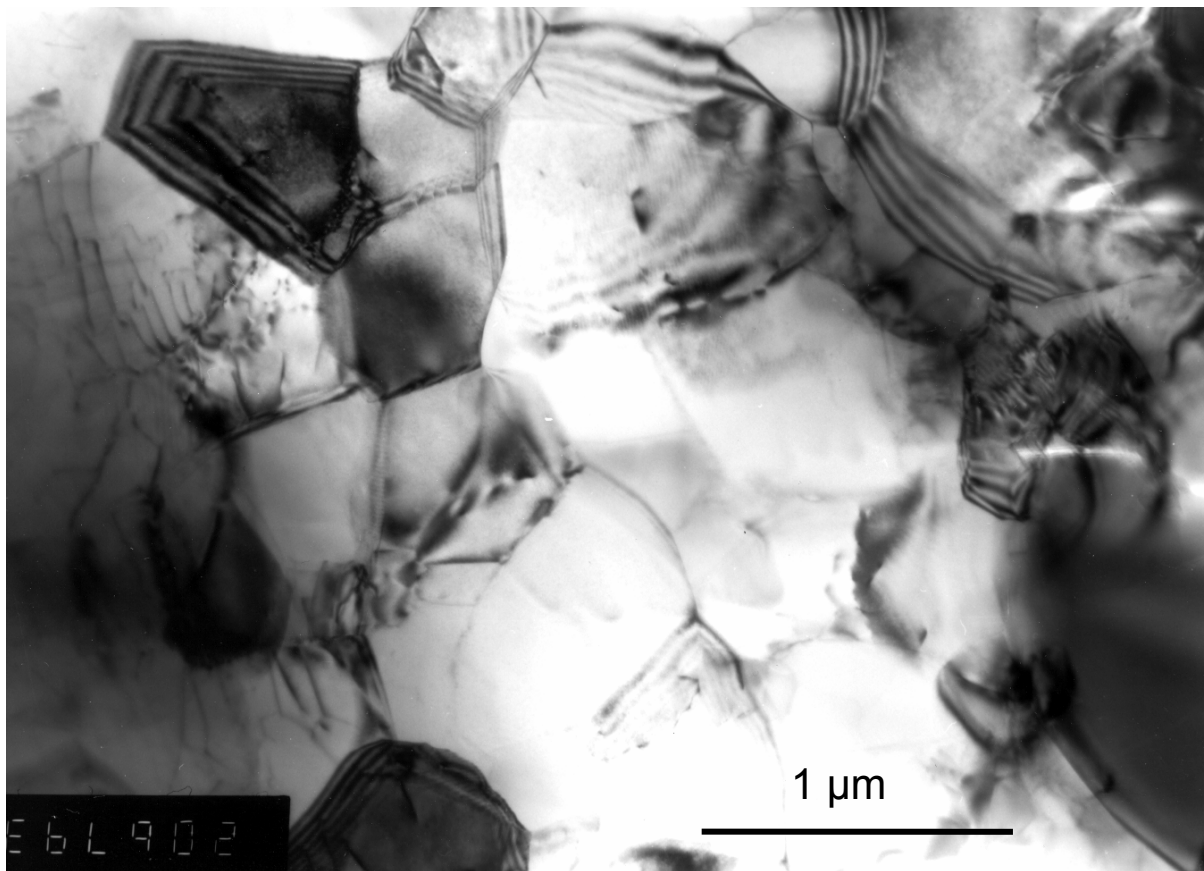


Abbildung 29: TEM-Aufnahme des Zellwandmaterials der gleichen gekrochenen Probe wie in Abbildung 27 aus einem Bereich starker Verformung.

5.2.3 Mikrostruktur der Vollmaterialproben

Abbildung 30 zeigt das typische Gefüge der durch Umschmelzen hergestellten Vollmaterialproben (zur Herstellung siehe Abschnitt 4.1.4) vor den Kriechversuchen. Ein metallographischer Schliff wurde wie bei den Proben der Abbildung 22 nach Barker geätzt und anschließend unter polarisiertem Licht im Auflichtmikroskop betrachtet. Die Aluminide sind auch hier herausgeätzt und finden sich als schwarze Bereiche in der

Abbildung wider. Wie beim Zellwandmaterial der Abbildung 22 ist auch hier das Gefüge dendritisch, wobei sich auch hier viele Aluminide an Korngrenzen finden. Die Korngröße liegt bei ungefähr $100\ \mu\text{m}$, also im selben Bereich wie beim Zellwandmaterial im Lieferzustand.

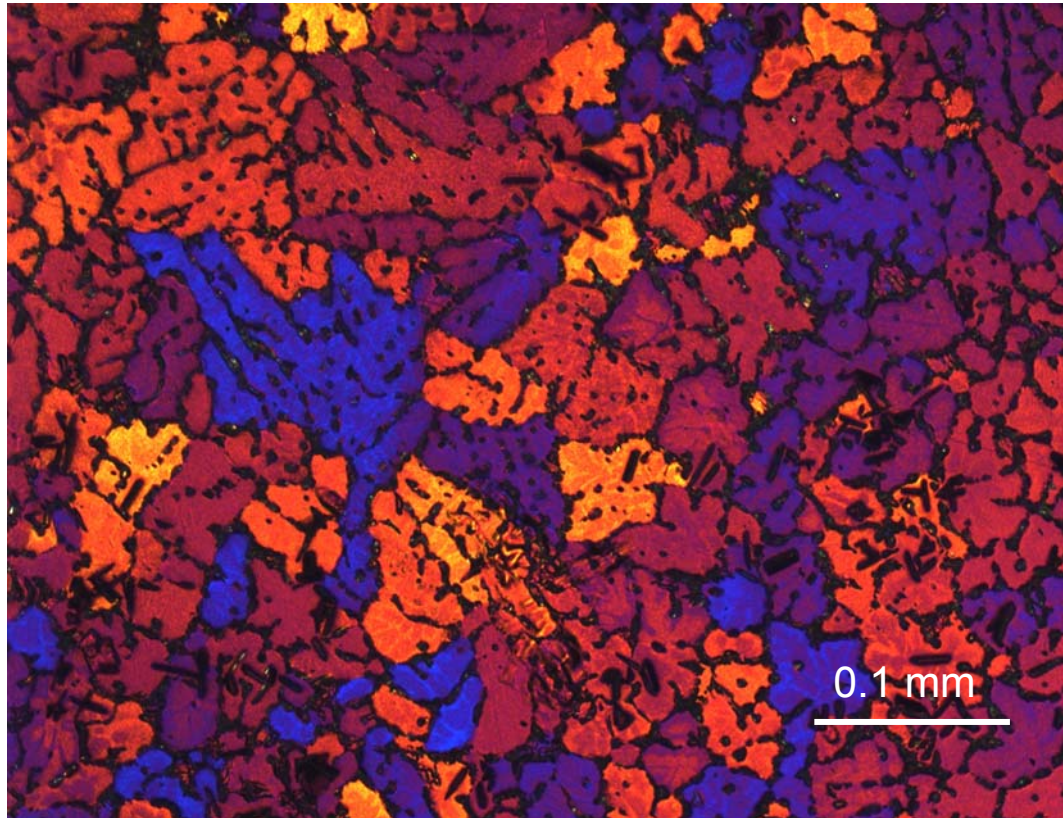


Abbildung 30: Lichtmikroskopische Aufnahme der Mikrostruktur des durch Umschmelzen gewonnenen Vollmaterials mit gleicher chemischer Zusammensetzung wie das Zellwandmaterial.

Wie beim Zellwandmaterial des Schaums wurde auch bei den Vollmaterialproben eine Subkornstruktur der Aluminiummischkristalle gefunden. Abbildung 31 zeigt eine TEM-Aufnahme einer Probe, entnommen aus Vollmaterial, vor den Kriechversuchen. Die Subkörner haben ähnliche Gestalt und Größe wie beim Zellwandmaterial im Lieferzustand. Die Subkorngröße kann auf ungefähr $1\ \mu\text{m}$ geschätzt werden.

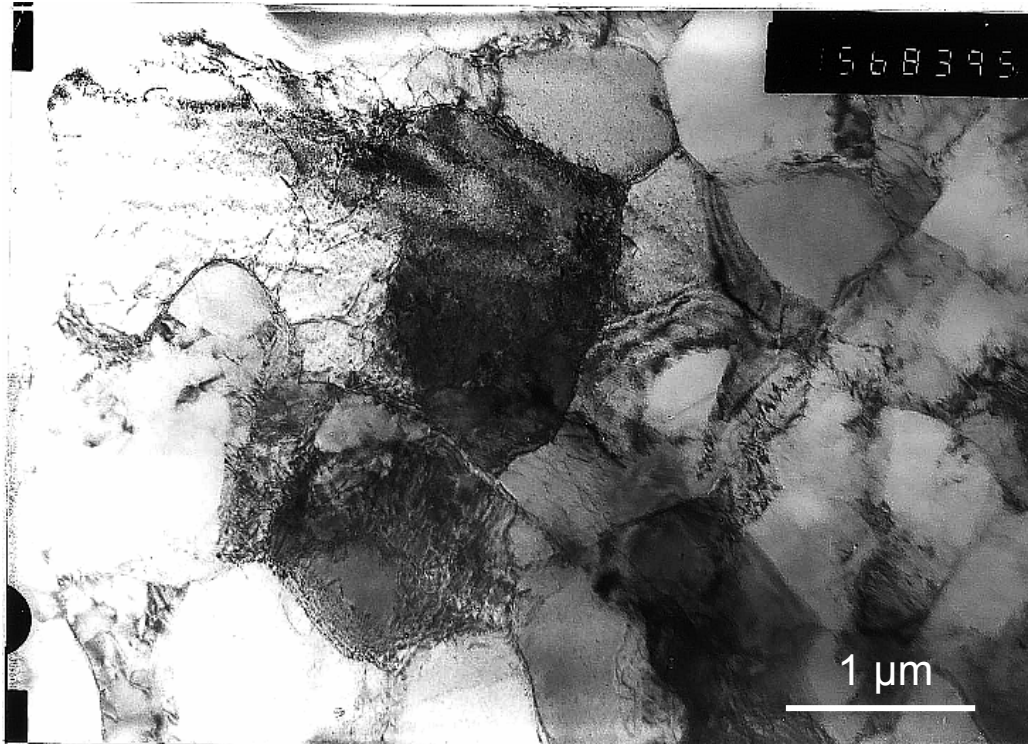


Abbildung 31: TEM-Aufnahme der Mikrostruktur der durch Umschmelzen hergestellten Vollmaterialproben vor dem Kriechversuch.

Offensichtlich liegen beim Vollmaterial ähnliche mikrostrukturelle Verhältnisse wie beim Zellwandmaterial im Lieferzustand vor.

5.3 Mechanische Eigenschaften des Schaums

Abgesehen von den Nanoindentationsversuchen wurden alle mechanischen Versuche mit Hilfe des in Abschnitt 4.4.1 beschriebenen Aufbaus durchgeführt. Folgende Einteilung wurde vorgenommen: Mittels **Versuchen unter konstanter Stauchrate** bei verschiedenen Temperaturen wurden Schaumproben unter vorgegebener konstanter Stauchrate von $3,4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ innerhalb weniger Minuten um rund 30 % verformt, wobei die von der Probe entgegenbrachte Kraft gemessen wurde. **Kriechversuche** hingegen liefen bei 300 °C unter geregelter konstanter Druckkraft ab, wobei die Verformung der Probe mit der Zeit gemessen wurde.

5.3.1 Versuche unter konstanter Stauchrate

Abbildung 32 zeigt exemplarisch sechs Spannungs-Stauchungskurven aus Versuchen an Schaumproben der Variante B, die mit einer konstanten Stauchrate von $3,4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ bei Raumtemperatur als auch bei 300 und 400 °C durchgeführt wurden. Nicht in Abbildung 32 dargestellte Messungen finden sich im Anhang (Abschnitt 9.1).

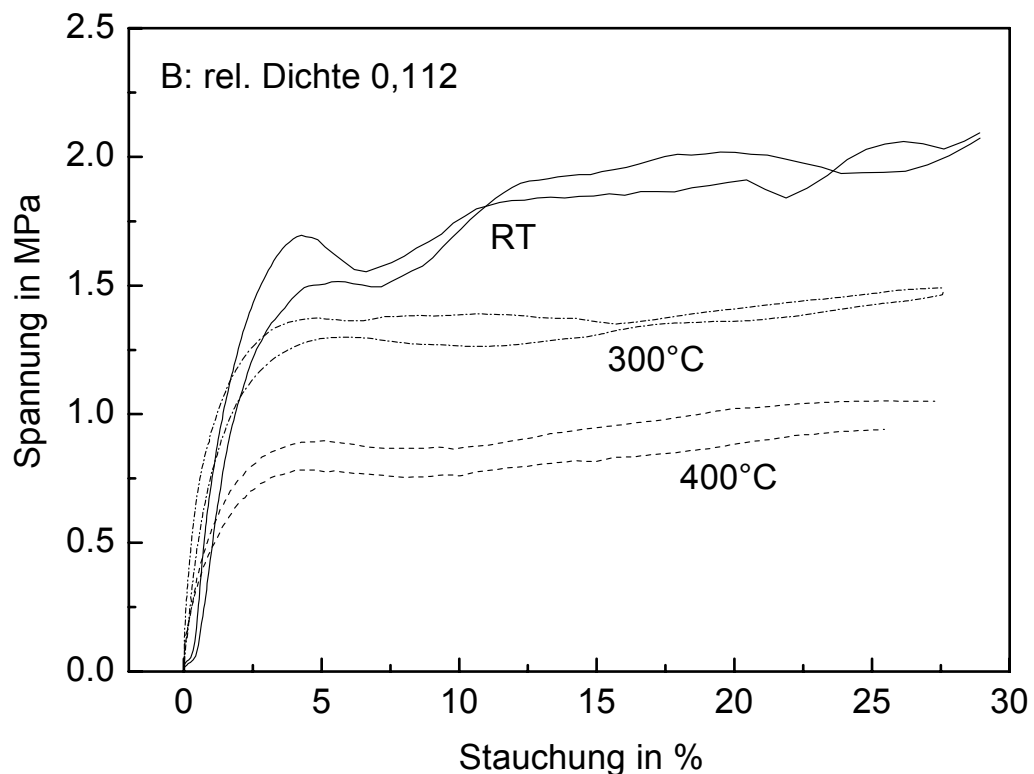


Abbildung 32: Spannungs-Stauchungskurven aus Versuchen an Schaum der Variante B bei Raumtemperatur (RT), 300 °C und bei 400 °C. Stauchrate konstant $3,4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Allgemein zeigten die Versuche unter konstanter Stauchrate an den drei untersuchten Schaumvarianten zwischen Raumtemperatur und 400°C das für metallische Schäume typische Plateauverhalten, wie es allgemein für hochporöse Werkstoffe aus der Literatur bekannt ist (Gibson und Ashby 1997, Seite 79). Nach einem anfänglichen Spannungsanstieg folgt ein ausgeprägter Bereich plastischer Verformung, bei dem die Spannung nahezu konstant bleibt. Mit steigender Versuchstemperatur werden geringere Plateauspannungen beobachtet. Auffällig ist die mit geringerer Welligkeit der Stauchversuche bei Temperaturen überhalb der Raumtemperatur. Die Plateauspannung $s^*_{plateau}$ wurde in dieser Arbeit als der durchschnittliche Wert zwischen einer Dehnung von 5 und 25 % quantifiziert.

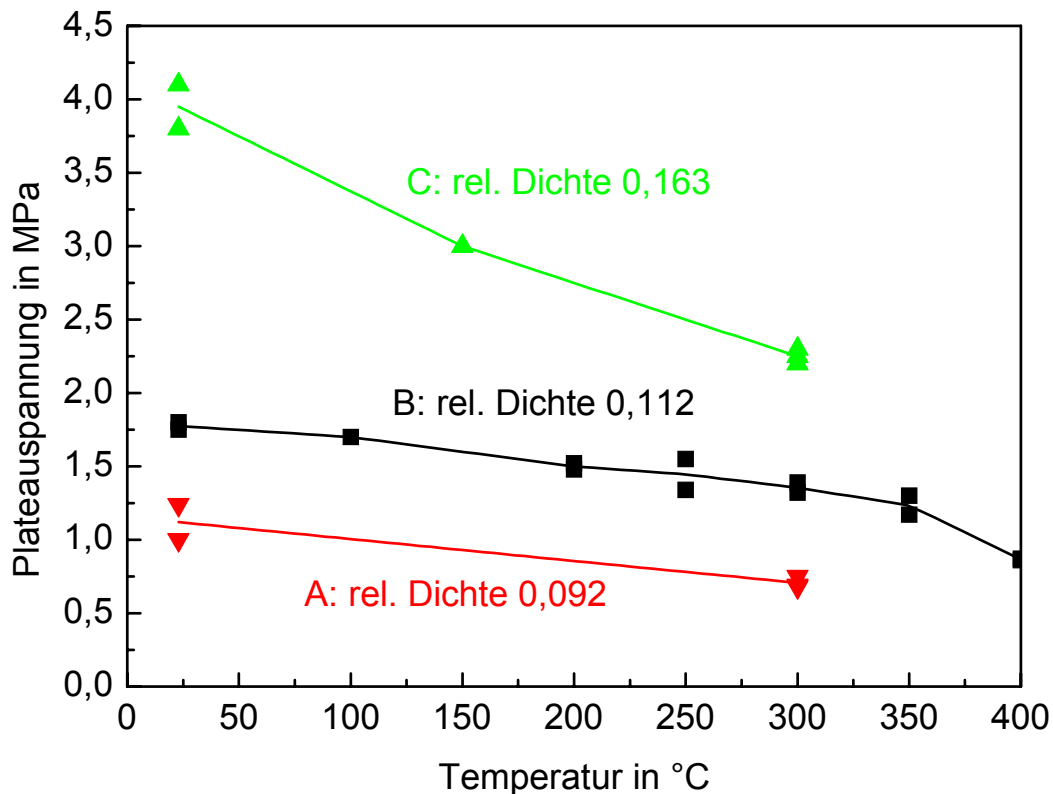


Abbildung 33: Abhängigkeit der Plateauspannung von der Versuchstemperatur und von der Schaumvariante.

In Abbildung 33 sind die Plateauspannungen, ermittelt aus allen Versuchen konstanter Stauchrate der drei Schaumvarianten A-C, gegen die Versuchstemperatur aufgetragen. Die Werte bei Raumtemperatur reichen von 1 MPa für Variante A bis zu 4 MPa für Variante C.

Die relative Abnahme der Plateauspannung zwischen Raumtemperatur und 300 °C liegt bei allen Varianten bei etwa 40 %.

5.3.2 Kriechversuche

Die Kriechversuche wurden bei Spannungen unterhalb der nach Abschnitt 5.3.1 ermittelten Plateauspannung entsprechender Temperatur durchgeführt. Es hätten sich sonst makroskopische Dehnraten der Proben überhalb $3,4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ eingestellt (siehe auch den durch Gleichung 4 hergestellten Zusammenhang zwischen Temperatur Spannung und Dehnraten), sodass nach wenigen Minuten mit Dehnungen von über 50 % hätte gerechnet werden müssen. Gemeinhin wird beim Vorliegen solcher Verformungsgeschwindigkeiten nicht mehr von einer Untersuchung des Phänomens Kriechen gesprochen. Eine untere Grenze wird in dieser Arbeit durch eine noch messbare Verformung an der Probe in einer Zeitspanne von ungefähr 2 Wochen gesetzt.

In Abbildung 34 sind exemplarisch Ergebnisse aus zwei Kriechversuchen am Schaum der Varianten A und C, durchgeführt bei 300 °C, dargestellt.). Es sind hier Belastungen angelegt worden, die eine makroskopisch sichtbare Verformung der Schaumproben innerhalb eines Tages zur Folge hatten, wobei diese Versuche erst nach einer Gesamtstauchung von ungefähr 10% abgebrochen wurden. Alle Messungen finden sich im Anhang (Abschnitt 9.2)

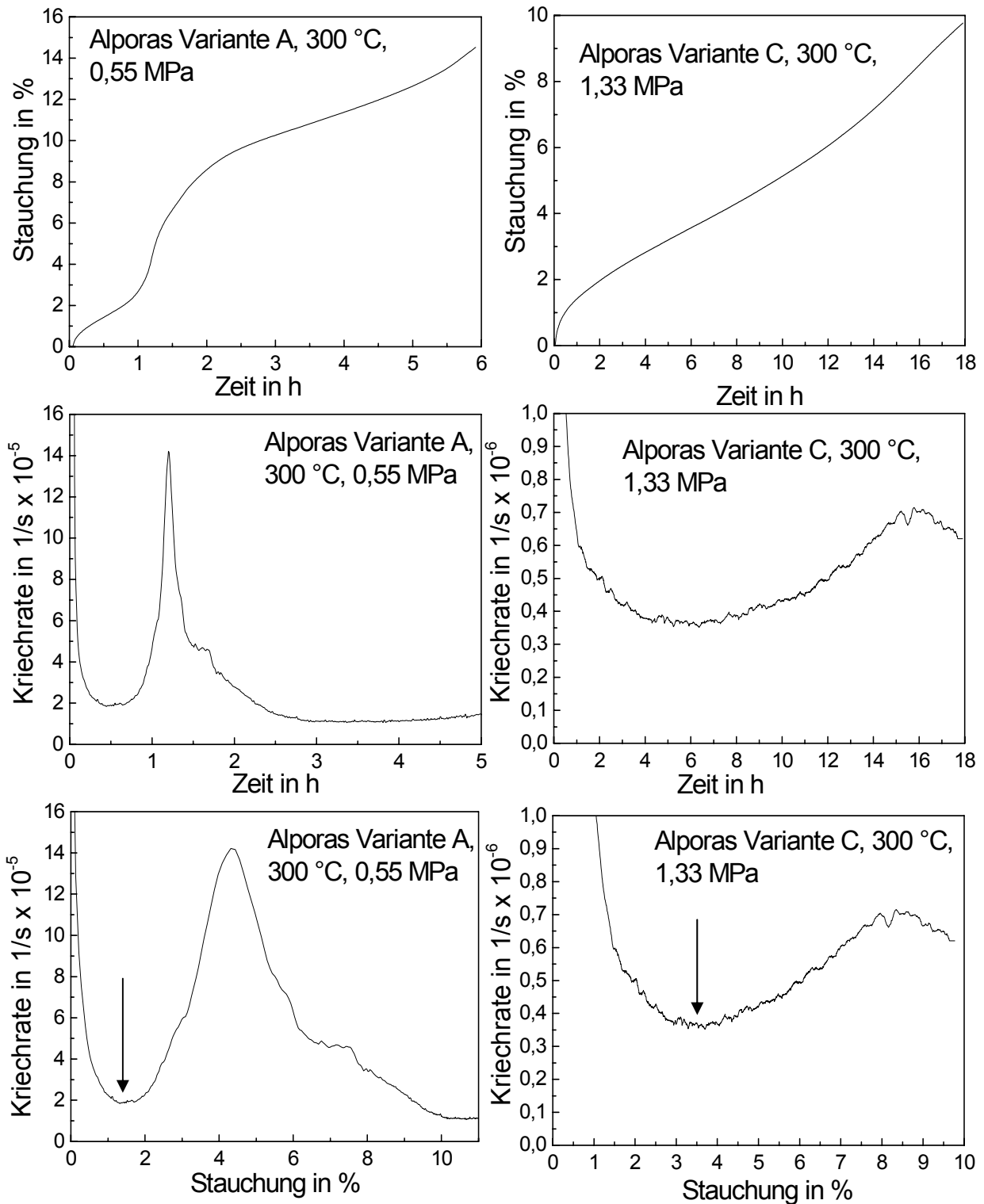


Abbildung 34: Linke Spalte: Ergebnisse eines Kriechversuchs an einem Schaum der Variante A, 300 °C, 0,55 MPa. Rechte Spalte: Kriechversuch an einem Schaum der Variante C, 300 °C, 1,33 MPa. Erste Zeile: Stauchung über Zeit. Zweite Zeile: Kriechrate über Zeit. Dritte Zeile: Kriechrate über Stauchung, Pfeile zeigen jeweils auf die verwendete minimale Rate.

Abbildung 34 zeigt das für das Kriechen von Schäumen typische Verhalten, so wie es im Rahmen dieser Arbeit, aber auch von Andrews et al. gemessen wurde (Andrews et al. 1999 close). Zu Belastungsbeginn wird eine stark sinkende Kriechrate beobachtet. Ein Minimum der Rate wird typischerweise bei einer Gesamtstauchung zwischen 1 und 4 % beobachtet. Im Anschluss nimmt die Kriechrate um bis zu eine Größenordnung zu, um mit fortschreitender Stauchung etwa wieder zur vorherigen minimalen Rate abzufallen. Dieses wellenartige Verhalten kann auf einen örtlich eng begrenzten Kollaps einer quer zur Belastungsrichtung liegenden Zelllage zurückgeführt werden. Abbildung 26 zeigt die Oberfläche einer Schaumprobe vor und nach einem Kriechversuch. Es ist offensichtlich, dass die makroskopische Verformung konzentriert an einer Zelllage rechtwinklig zur Belastungsrichtung erfolgt ist. Diese stark inhomogene Art der Verformung von Schäumen wurde bereits früher bei Raumtemperaturdruckverformung von Bastawros und Evans mittels digitaler Bildanalyse beobachtet und die strukturellen Veränderungen in der schwächsten Zelllage der Probe beschrieben (Bastawros und Evans 2000). Auch Andrews et al. haben bei ihren Druckkriechversuchen die Ausbildung einer lokalen Stauchung beschrieben (Andrews et al. 1999 close).

Bei Kriechversuchen an Vollmaterialien stellt sich die minimale Kriechrate im Bereich des sekundären Kriechen ein und wird dort ermittelt, siehe Abschnitt 5.4. Aufgrund der Einflüsse des oben beschriebenen Zellkollapses kann aber bei Schäumen ein derartig ausgeprägter Bereich nur bedingt festgelegt werden. Als minimale Kriechrate wurde daher diejenige vor dem ersten Zellkollaps bestimmt. In der letzten Spalte der Abbildung 34 deuten Pfeile auf die zur Auswertung herangezogene, minimale Kriechrate. Die in Abschnitt 3.3.2 beschriebene makroskopische Kriechknickung ist noch nicht eingetreten.

Zur Bestimmung des Spannungsexponenten wurden die durch die Schaumkriechversuche ermittelten minimalen Kriechraten aller drei Varianten gegen die angelegte Spannung in ein doppeltlogarithmisches Diagramm (Norton-Auftragung) eingetragen, siehe Abbildung 35. Die Plateauspannungen der drei Schaumvarianten, die bei den Versuchen bei 300°C und unter konstanter Stauchrate von $3,4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ermittelt wurden, sind ebenfalls eingetragen und mit schwarzen Ringen markiert.

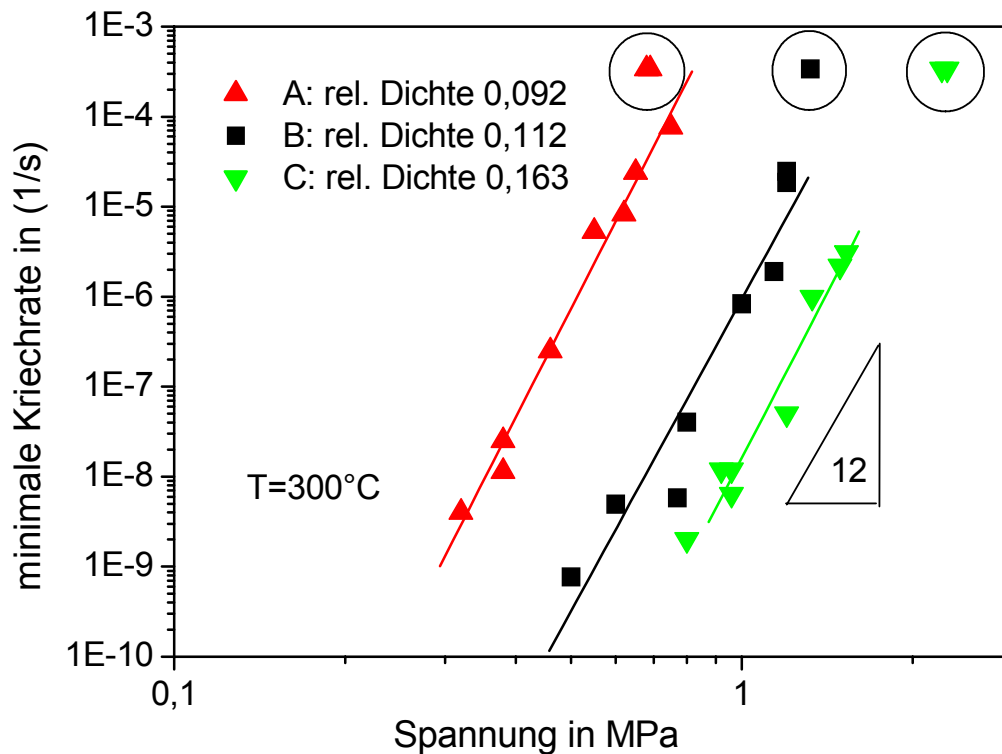


Abbildung 35: Norton-Auftragung der minimalen Kriechraten bei 300 °C gegen die angelegte Spannung für die drei Schaumvarianten A-C. Ebenso eingetragen sind die bei den Versuchen unter konstanter Stauchrate von $3,4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ermittelten Plateauspannungen (durch schwarzen Ring markiert).

Alle Varianten zeigen im untersuchten Dehnratenbereich einen mittleren Spannungsexponenten von $12,4 \pm 1,5$. Wie erwartet besitzt Variante C die höchste, Variante A die niedrigste und Variante B eine dazwischen liegende Kriechfestigkeit. Die beiden letzteren Schaumvarianten weichen unerwartet stark voneinander ab wenn man bedenkt, dass sie in ihrer relative Dichte nur geringfügig abweichen. Bei gleicher angelegter Spannung kriecht Variante A um drei Größenordnungen schneller als Variante B. Die Variante B im Vergleich zu Variante C hingegen unterscheiden sich nur um etwa eine Größenordnung in der Kriechgeschwindigkeit, obwohl ihre relativen Dichten weit auseinander liegen.

Alle durchgeführten Experimente liegen in einem engen Spannungsbereich der von konstant angelegten 0,3 MPa für die Kriechversuche am Schaum der Variante A zu 2,3 MPa für die Plateauspannung der Versuche unter konstanter Stauchrate an Variante C reicht.

5.3.3 Registrierende Nanohärteprüfung

An einem nach Abschnitt 4.3.1 präparierten Schnitt durch das Zellwandmaterial von Alporas[®]-Schaum im Lieferzustand und an einem Aluminiumeinkristall (Orientierung (001)) wurde mittels Nanoindentation der Einfluss der Härte von der Verformungsgeschwindigkeit und der Temperatur bestimmt. Abbildung 36 zeigt die als konstant vorgegebene Indentationsdehnrate der Indenterspitze (entspricht der Verformungsgeschwindigkeit) aufgetragen über der Härte bei Temperaturen zwischen 25 und 100 °C.

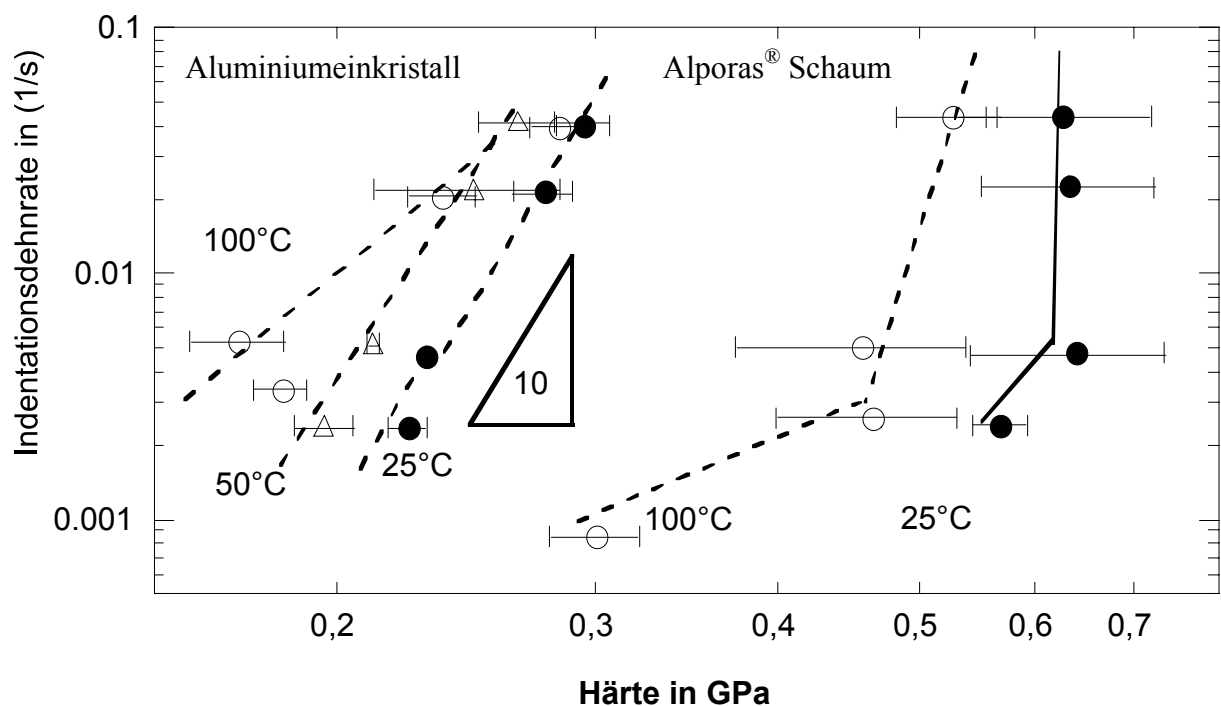


Abbildung 36: Indentationsdehnrate über Härte an Aluminiumeinkristall und an Alporas[®]-Zellwandmaterial bei Temperaturen zwischen 25 und 100 °C. Die Werte stellen Mittelungen aus 4-6 Eindrücken dar, wobei Fehlerbalken die jeweilige Standardabweichung angeben.

Verglichen mit dem Einkristall zeigen die Ergebnisse beim Schaum eine beträchtliche Streuung, was auf den Einfluss der inhomogenen Mikrostruktur zurückgeführt wird. Bei Raumtemperatur ist kaum eine Dehnratenabhängigkeit auszumachen, nur bei der geringsten Eindringrate zeigt sich einen leichter Abfall der Härte, was darauf hindeutet, dass thermisch aktivierte Prozesse bei Indentationsdehnraten überhalb 0.005 s^{-1} nicht mehr dominieren. Wie beim Einkristall kommt es bei einer Temperatur von 100 °C zu einer leicht erhöhten Dehnratenabhängigkeit.

Im Vergleich zum Aluminiumeinkristall zeigt das Zellwandmaterial ungefähr die doppelte Härte, was auf die gelösten Fremdatome im Aluminiummischkristall zurückgeführt wird.

5.4 Mechanische Eigenschaften des Vollmaterials

Abbildung 37 zeigt exemplarisch Ergebnisse aus drei Kriechversuchen an durch Umschmelzen gewonnenen Vollmaterialproben bei einer Versuchstemperatur 300°C. Bei allen drei Versuchen folgt nach einer anfänglichen Abnahme ein ausgedehnter Bereich annähernd konstanter Dehnrates.

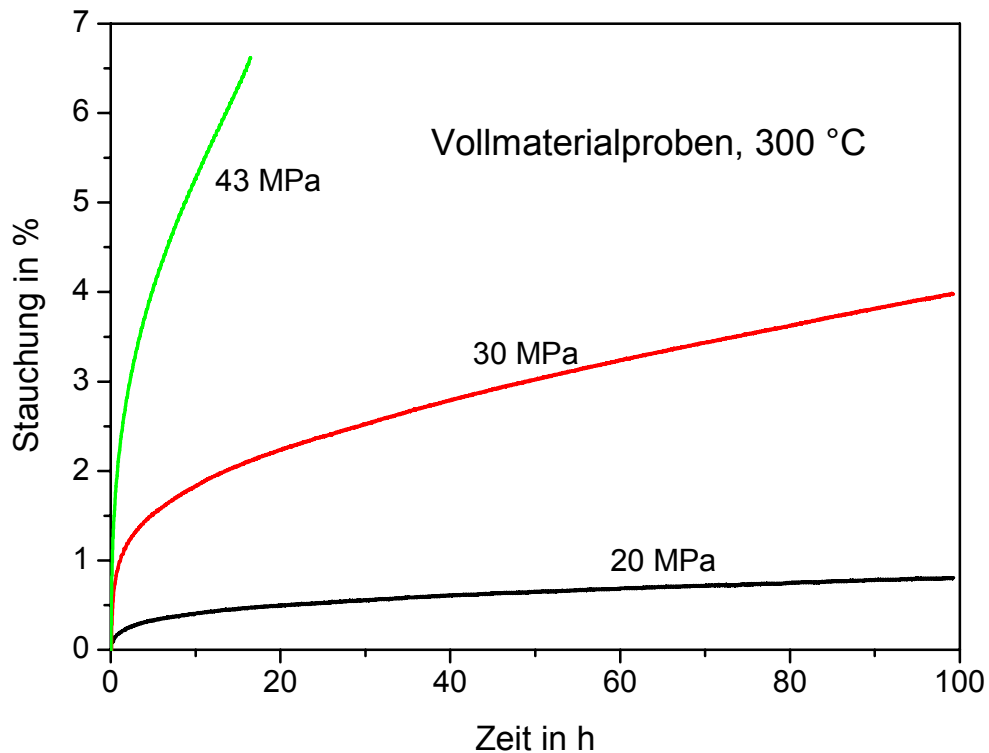


Abbildung 37: Ergebnisse aus Kriechversuchen an Vollmaterialproben gleicher chemischen Zusammensetzung wie Alporas[®]-Zellwandmaterial. Aufgetragen ist jeweils die Stauchung über der Zeit bei der angelegten Spannung von 20, 30 und 43 MPa.

Im Schaubild der Abbildung 38 ist die minimale Dehnrates gegen die angelegte Spannung doppellogarithmisch aufgetragen (Norton –Auftragung). Es zeigt sich ein Spannungsexponent von $6,45 \pm 0,75$ im Dehnratesbereich zwischen $1 \cdot 10^{-9}$ und $2,5 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

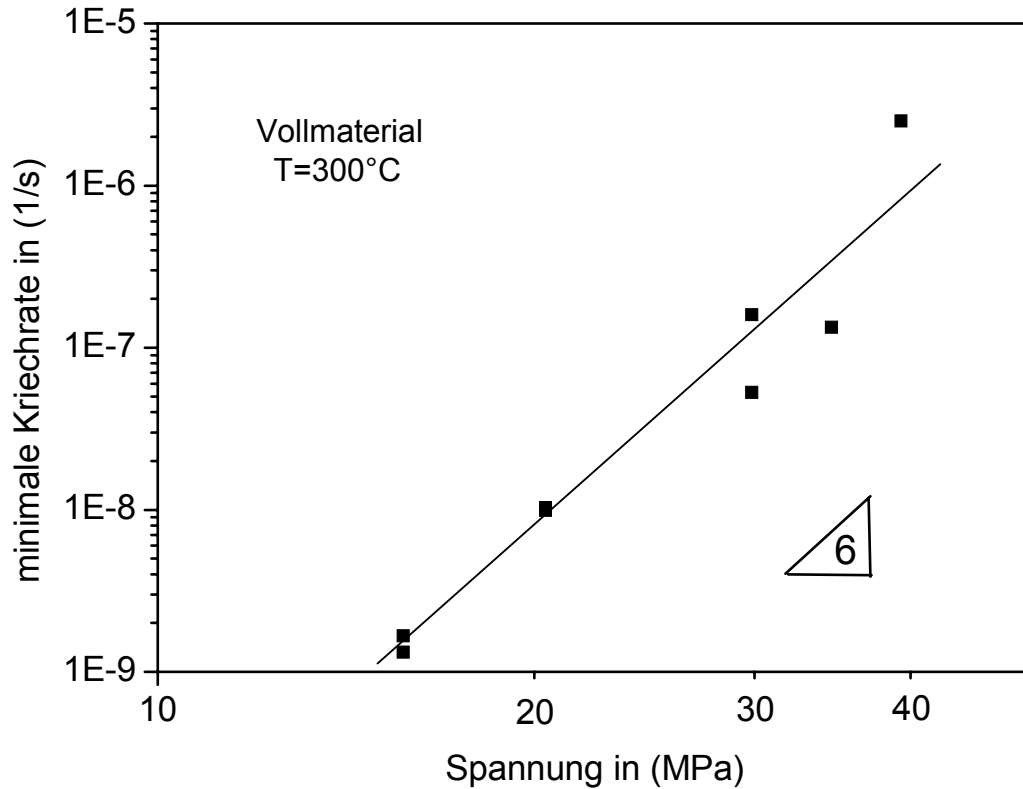


Abbildung 38: Norton-Auftragung der minimalen Kriechraten bei 300 °C gegen die angelegte Spannung für Vollmaterialproben gleicher chemischen Zusammensetzung wie Alporas[®]-Zellwandmaterial.

5.5 Zusammenfassung der Ergebnisse

Die Schaumstrukturen der drei Varianten wurden mittels eines selbst entwickelten Verfahrens an Schnittflächen analysiert. Die für die Modellierung des Kriechverhaltens geschlossenzelliger Schäume nach Gibson und Ashby notwendigen morphologischen Parameter Φ und ρ^*/ρ_s wurden nach eindeutiger Vorgehensweise bestimmt. Für die Ermittlung der Porengrößen schienen manuelle, und damit subjektiv beeinflusste, Eingriffe unumgänglich. Im besonderen Variante A zeigt hier eine eher breitere Verteilung aufgrund übergroßer Poren, die als Strukturfehler gewertet werden können. Das zur Bestimmung der Inhomogenität Ω entwickelte Verfahren mittels schrittweiser Bildpunktvergrößerung zeigt für alle Varianten, gegenüber einer idealisierten Zellstruktur, ähnlich erhöhte Schwankungen der relativen Dichte auf.

Die Mikrostruktur des Zellwandmaterials weist schon im Lieferzustand Subkornstrukturen der Aluminiummischkristalle mit Orientierungsunterschieden von etwa 1° und einer Größe von rund $1\ \mu\text{m}$ aus. Nach erfolgtem Kriechversuch erhöhen sich die Orientierungsunterschiede zwischen den Subkörnern, ihre Größe nimmt hingegen deutlich ab. Mit der entstandenen Subkorngröße sind Hinweise auf die während des Kriechversuchs örtlich aufgetretenen Spannungen gegeben.

Die Hochtemperaturfestigkeit der drei Varianten wurde sowohl unter konstanter Stauchrate als auch unter konstanter Last bei einer Versuchstemperatur von $300\ \text{°C}$ untersucht. Die sich ergebenden Plateauspannungen beziehungsweise minimalen Kriechraten wurden in einer Norton-Auftragung zusammengebracht. Alle Varianten weisen einen gemeinsamen, ungewöhnlich hohen Kriechexponenten von 12,4 aus.

Ein dem Zellwandmaterial chemisch wie mikrostrukturell ähnliches Vollmaterial wurde durch Umschmelzen gewonnen. Aus Druckkriechversuchen ergibt sich ein für Aluminiumbasiswerkstoffe üblicher Kriechexponent von 6,45.

Am Zellwandmaterial des Schaums durchgeführte Mikrohärteprüfungen bei erhöhten Temperaturen geben keinen Hinweis auf eine hohe Spannungsabhängigkeit der Dehnrates.

6 Diskussion

6.1 Vergleich der Ergebnisse

Die im Rahmen dieser Arbeit ermittelte Ergebnisse liegen im gleichen Kriechratenbereich, wie diejenigen von Andrews et al. 1999 close. Untersucht wurde dort eine Variante des Alporas[®]-Schaums mit einer relativen Dichte von 0,087. Druckkriechversuche wurden in einem Spannungsbereich durchgeführt, der zu minimalen Kriechraten $\dot{\epsilon}$ von 10^{-9} bis $10^{-4} s^{-1}$ führte.

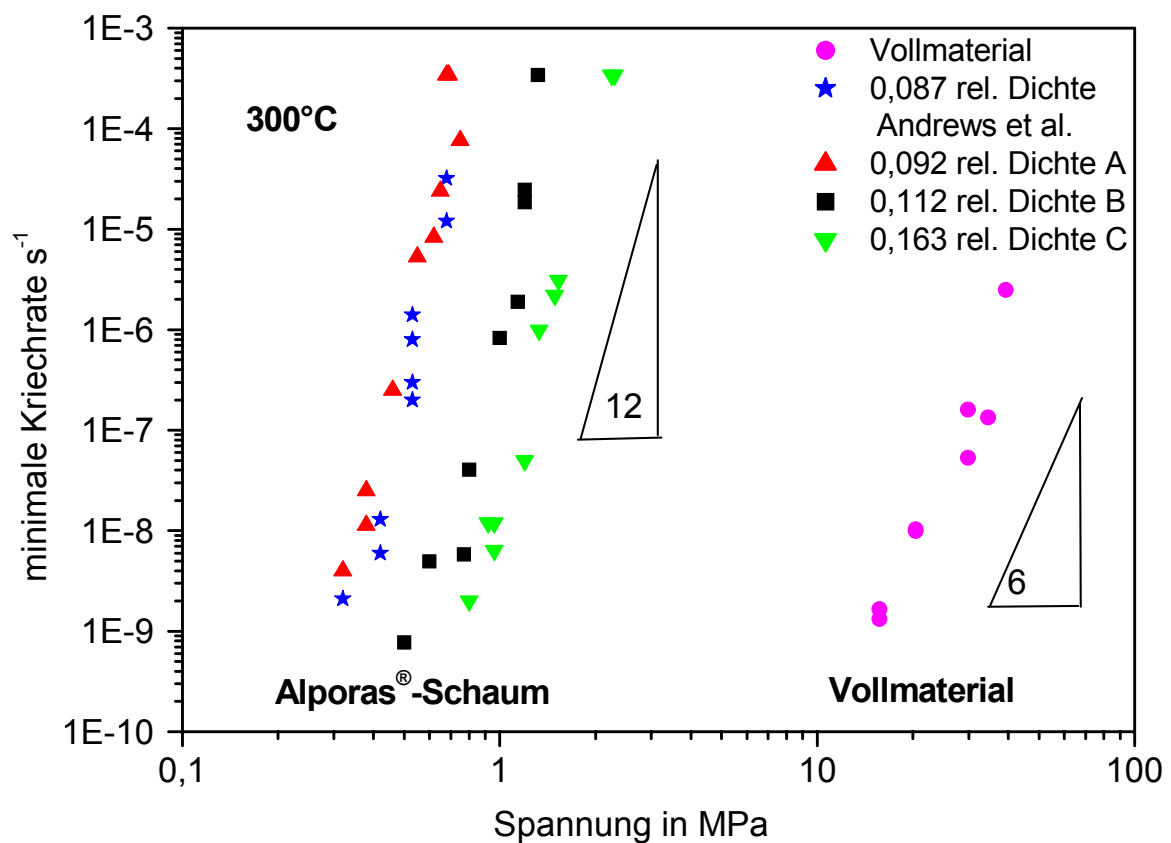


Abbildung 39: Norton-Auftragung der minimalen Kriechraten bei 300 °C, aus den Vollmaterialproben, aus den drei hier untersuchten Alporas[®]-Schaumvarianten und den von Andrews et al. veröffentlichten Variante mit relativer Dichte von 0,087 (Quelle: Andrews 1999 close).

In die Norton-Auftragung der Abbildung 39 sind sowohl die von Andrews et al. veröffentlichten Werte, als auch die hier gefundenen Ergebnisse, bei einer Versuchstemperatur von 300 °C, eingetragen. Letztere sind die minimalen Kriechraten und jeweils eine Plateauspannung (bei konstanter Stauchrate von $3,4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) der drei untersuchten Alporas[®]-Schaumvarianten (Abbildung 35), als auch die minimalen Kriechraten aus den Versuchen am selbst erstellten Vollmaterial (Abbildung 38).

In Abbildung 39 zeigen alle Schaumvarianten in untersuchten Kriechratenbereich eine gleiche hohe Spannungsabhängigkeit mit einem Exponenten von etwa 12. Gegenüber den vier Schaumvarianten sind die Werte aus den Versuchen am durch Umschmelzen hergestellten Vollmaterial um etwa 2 Zehnerpotenzen zu höheren Spannungen hin verschoben und zeigen im Gegensatz zu den Schäumen eine für Aluminiumlegierungen übliche Spannungsabhängigkeit mit einem Exponenten von 6 (Frost und Ashby 1982, Seite 27).

Beurteilt einzig nach den Dichteverhältnissen, wäre eine andere Reihenfolge der Kriechfestigkeiten der Schaumvarianten zu erwarten gewesen, da er Schaum der geringsten relativen Dichte demzufolge die schwächste Kriechfestigkeit hätte zeigen müssen. Neben der Dichte können aber zahlreiche andere morphologische Abweichungen zu einer Veränderung der Kriechfestigkeit einzelner Varianten führen. So zeigt beispielsweise der Schaum der Variante A Strukturschwächen in Form übergroßer Poren, siehe Abschnitt 5.1.3. Da die durchschnittliche Druckspannung in jedem Querschnitt senkrecht zur Belastungsrichtung gleich ist, führen solch übergroße Poren zu einem überdurchschnittlichen Spannungsniveau in den Schaumbereichen, die von den übergroßen Poren umgeben sind. Solche lokalen Spannungserhöhungen wirken sich auf die globalen mechanischen Eigenschaften aus. Da die Morphologie der von Andrews et al. untersuchten Schaumvariante nicht bekannt ist, könnten hier nur Vermutungen angestellt werden.

Wie im folgenden Abschnitt 6.2 gezeigt wird, weist das Modell von Gibson und Ashby einen hohen Einfluss des morphologischen Parameters Φ für eine Verschiebung der Vorhersage auf der Abszisse in der Norton-Auftragung aus. Von entscheidender Bedeutung ist, dass die Literaturdaten eine ähnlich hohe Spannungsabhängigkeit wie die im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Schaumvarianten zeigen.

6.2 Vorhersagen durch das Modell von Gibson und Ashby

In diesem Abschnitt wird angenommen, dass das Hochtemperaturverhalten des durch Umschmelzen hergestellten Vollmaterials demjenigen des Zellwandmaterials entspricht, sodass die am Vollmaterial gewonnenen Parameter als Eingangsgrößen für das Kriechmodell von Gibson und Ashby herangezogen werden können. Die Annahme gründet sich zum einen auf eine chemisch gleiche Zusammensetzung. Auch weisen alle durchgeführten mikrostrukturellen Untersuchungen eine weitgehende Übereinstimmung des Materials aus, siehe Abschnitt 4.3. Nach einem Vergleich der mit Hilfe der Vollmaterialdaten gewonnenen Modellvorhersage für ideal regelmäßige Schäume mit den entsprechenden experimentell gewonnenen Werten aus den Schaumkriechversuchen, soll aber noch diskutiert werden, ob diese Annahme haltbar bleibt, siehe Abschnitt 6.4.

In die Modellgleichung nach Gibson und Ashby (Gleichung 8a und 8b) gehen die Eigenschaften des Zellwandmaterials durch zwei Kriechparameter ein. Das sind die Konstante C_S und der Exponent n_S , so wie sie durch ein Exponentialgesetz für Versetzungskriechen von Zellwandmaterial nach Gleichung 7 bestimmt sind. In der Norton-Auftragung nach Abbildung 38 können die Werte, die am selbst erstellten Vollmaterial ermittelt wurden, durch eine Gerade mit der Steigung 6 angenähert werden, wobei die Steigung gleichzeitig den Wert des Exponenten angibt (siehe auch Abschnitt 3.2.2). Setzt man nun in Gleichung 7 ein beliebiges Wertepaar, das auf dieser Näherungsgeraden liegt, ein, so ergibt sich für die Konstante C_S der Gleichungen 7 und 8b ein Wert von $C_S = 5,6 \cdot 10^{-17} \text{ s}^{-1} \text{ MPa}^{-6,25}$.

Des Weiteren gehen in die Modellgleichung zwei morphologische Parameter der entsprechenden Schaumvariante ein, deren Kriechverhalten vorausgesagt werden soll. Das sind die relative Dichte ρ^*/ρ_S (durch wiegen und abmessen gewonnen 4.1.3) und der Parameter Φ , beschreibend den Anteil des Zellwandmaterials in den Streben, der mit Hilfe einer quantitativen Analyse nach Abschnitt 4.2.3.2 ermittelt wurde. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 eingetragen.

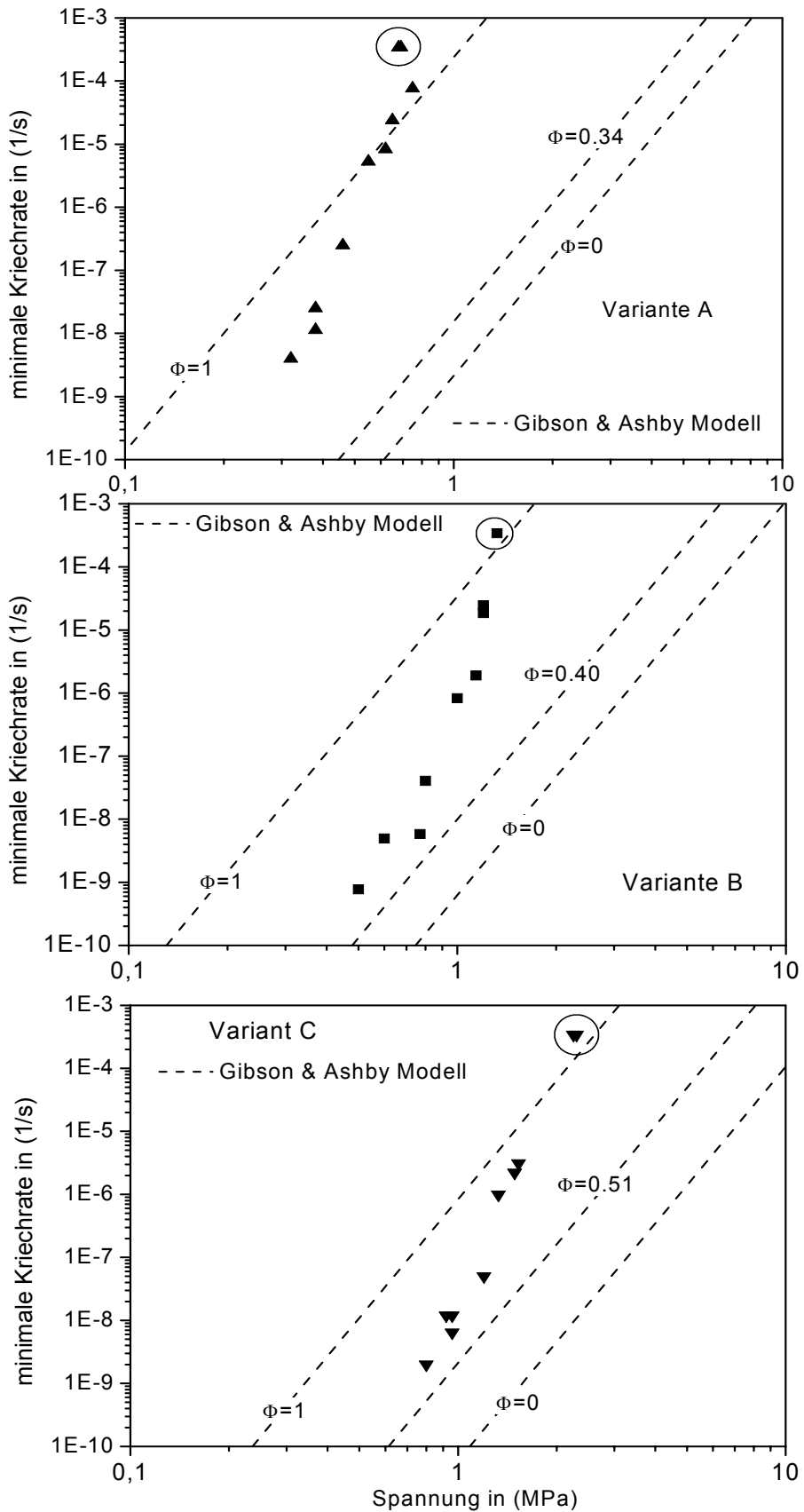


Abbildung 40: Norton-Auftragung der minimalen Kriechraten aller drei Schaumvarianten bei 300 °C. Gestrichelt jeweils Modellvorhersagen für verschiedene Werte des Parameters Φ .

Um die Auswirkung des morphologischen Parameter Φ zu verdeutlichen, wurde dieser bei der Berechnung der Modellvorhersagen noch wie folgt variiert:

- Der Schaum besteht ausschließlich aus Streben, womit Φ den Wert 1 annimmt. Dieser Extremfall steht für einen ideal offenzelligen Schaum.
- Der Schaum ist lediglich aus Membranen aufgebaut, womit Φ einen Wert 0 annimmt. Dieser Extremfall steht für einen ideal geschlossenzelligen Schaum.
Anmerkung: Es handelt sich hierbei um einen nur theoretisch möglichen Extremfall, da die Wandungen hierzu berührungsfrei im Raum stehen müssten. Werte für Φ sehr nahe 0 sind jedoch technisch möglich.

Der Schaum weist eine zwischen den oben genannten Extrema liegende Struktur auf. In dieser Arbeit wird Φ genau durch den Wert bestimmt, wie er durch die quantitative Analyse von Schaumschnitten ermittelt wurde.

Diese drei Fälle werden in den Norton-Auftragungen der Abbildung 40 jeweils durch 3 parallele, gestrichelte Linien dargestellt, wobei der Bereich der vorhergesagten Kriechfestigkeiten durch die beiden Linien für $\Phi = 1$ und $\Phi = 0$ begrenzt wird.

Offensichtlich hat der morphologische Parameter Φ einen sehr starken Einfluss auf die Vorhersage. Die Variation zwischen den Extremfällen „Schaum besteht nur aus Streben“ und „Schaum besteht nur aus Wandungen“ hat eine Änderung der vorhergesagten minimale Dehnrate je nach Schaumvariante um bis zu fünf Zehnerpotenzen zur Folge. Ein ideal geschlossenzelliger Schaum ist demnach extrem kriechfester als ein ideal offenzelliger Schaum.

6.3 Vergleich der Messungen mit den Modellvorhersagen

Die experimentell bestimmten Kriechdaten für die drei Varianten des Alporas[®]-Schaums liegen fast immer innerhalb des durch die beiden Linien für $\Phi = 1$ und $\Phi = 0$ begrenzten Kriechfestigkeitsbereiches, so wie er durch das Modell vorhergesagt wird, siehe Abbildung 40. Werden die gemessenen Kriechdaten mit der Vorhersage für den quantitativ bestimmten, strukturellen Parameter Φ verglichen, so zeigt sich zum einen, dass die Kriechfestigkeit durch das Modell generell überschätzt wird. Da das Modell

Idealisierungen vornimmt, die gegenüber realen Schaumstrukturen letztlich zu erhöhten Kriechfestigkeiten führen, konnte dies erwartet werden. Beispielhaft sei das Vernachlässigen des Einflusses der senkrechten Streben, das Vernachlässigen von Randerscheinungen wie sie durch angeschnittene Zellen auftreten können, sowie das über alle Zellen als gleich angenommene Spannungsniveau erwähnt. Zum anderen zeigt der Vergleich aber auch eine mit steigender Spannung zunehmende Abweichung zwischen Messung und Modellvorhersage, was damit gleich kommt, dass der reale Schaum im untersuchten Dehnratenbereich offensichtlich einen höheren Spannungsexponenten aufweist als er durch das entsprechende Modell mit den ihm zugrunde liegenden Kriechparametern für Vollmaterial vorhergesagt wird. Im folgenden Abschnitt 6.4 sollen mögliche Ursachen für diese Beobachtung erörtert werden.

6.4 Ursachen für die Abweichung zwischen Messungen und Modellvorhersagen

Es werden zwei fundamental verschiedene Möglichkeiten für die hohe Spannungsabhängigkeit des Schaums im Vergleich zum durch Umschmelzen hergestellten Vollmaterial in Erwägung gezogen und diskutiert:

- Spannungsabhängige geometrische Instabilitäten der Schaumstruktur, wirken sich mit zunehmender angelegter Spannung mehr und mehr aus und geben so eine erhöhte Spannungsabhängigkeit der Kriechrate vor, siehe Abschnitt 6.4.1.
- Im untersuchten Kriechratenbereich dominierten unterschiedliche Verformungs-mechanismen im Zellwandmaterial des Schaums und den durch Umschmelzen hergestellten Vollmaterialproben, siehe Abschnitte 6.4.2 und 6.4.3.

6.4.1 Instabilitäten der Schaumstruktur

Instabilitäten der Schaumstruktur werden durch lokal vorhandene geometrische Schwächen der tatsächlichen Morphologie hervorgerufen und können sich auf die mechanischen Eigenschaften der Gesamtstruktur auswirken, siehe auch Bastawros und Evans 2000. Beispielhaft seien ausknickende Zellwände, oder aber in Folge der Zusammenbruch ganzer Zelllagen erwähnt. Theoretische Betrachtungen zeigen, dass die Zeit bis zu einem

derartigen Versagen sowohl von der angelegten Spannung, als auch von der Größe der Vorschädigungen abhängt (Cocks und Ashby 2000, Ashby et al. 1998., Gibson und Ashby 1997, Seite 243). Bei erhöhten Temperaturen wurden die Auswirkungen lokaler Strukturschwächen auf die mechanischen Eigenschaften des Schaums von Andrews et al. untersucht, Andrews et al. 1999 close. Hierzu wurden Kriechversuche durchgeführt, bei denen die angelegte Spannung kurzzeitig erhöht wurde. Nach Rückkehr zur ursprünglich angelegten Spannung stellte sich in etwa wieder die gleiche Kriechrate wie vor der Erhöhung ein. Von den Autoren wurde gefolgert, dass im Falle lokaler Beschädigungen die Kriechrate von der Dehnung abhängig gewesen wäre. Auch wurden von den Autoren Kriechversuche sowohl unter Zug- als auch unter Druckbelastung vorgenommen. Beide Belastungsarten führten letztlich zu ähnlich hohen Spannungsabhängigkeiten, wobei das in Abschnitt 3.3.2 beschriebene Phänomen Kriechknicken voraussetzungsgemäß nur im Falle der Druckkriechversuche auftreten kann. Trotzdem können Auswirkungen subtil vorhandener Strukturschwächen realer Schaume nicht gänzlich ausgeschlossen werden.

Wie in den Diagrammen der Abbildung 34 dargestellt, zeigen die Schaumproben zu Versuchsbeginn eine mit zunehmender Dehnung sinkende Dehnrates, was mit primärem Kriechverhalten des Zellwandmaterials erklärt werden kann. Im weiteren Verlauf der Kriechversuche wurde eine Zunahme der Dehnrates ab einer Gesamtdehnung von etwa 2 % beobachtet und in Abschnitt 5.3.2 mit dem Kollabieren zumindest einer ganzen Zelllage quer zur Lastrichtung in Verbindung gebracht, siehe hierzu auch Abbildung 26.

In Abbildung 41 sind schematisch zwei verschiedenartige Verläufe der Dehnrates über der Dehnung beim Kriechen von Schäumen dargestellt. Ohne ein Auftreten von geometrischen Instabilitäten (unterer Kurvenverlauf in Abbildung 41) sinkt zunächst die durch das Zellwandmaterial vorgegebene Dehnrates aufgrund primärem Kriechens, bis sich, mit Erreichen des sekundären Kriechens, eine minimale Dehnrates einstellt. Das Modell von Gibson und Ashby ist nun definitionsgemäß in der Lage diese minimale Dehnrates des Schaums, vorgegeben durch das damit verbundene Versetzungskriechen von Zellwandmaterial, voraussagen. Beim Auftreten von geometrischen Instabilitäten (oberer Kurvenverlauf der Abbildung 41) wird der Verlauf der Dehnrates über einen begrenzten Bereich hinweg durch dieses Phänomen bestimmt. Unter der Annahme, dass geometrische Instabilitäten innerhalb der Schaumstruktur eine Rolle spielen, bevor sich ein sekundäres Kriechverhalten des Zellwandmaterials eingestellt hat, so wird bei den Kriechversuchen

eine minimale Dehnrate ausgewertet, die überhalb der Modellvorhersage zu liegen kommt (siehe die durch Pfeile markierten Bereiche der Kurvenverläufe in Abbildung 41).

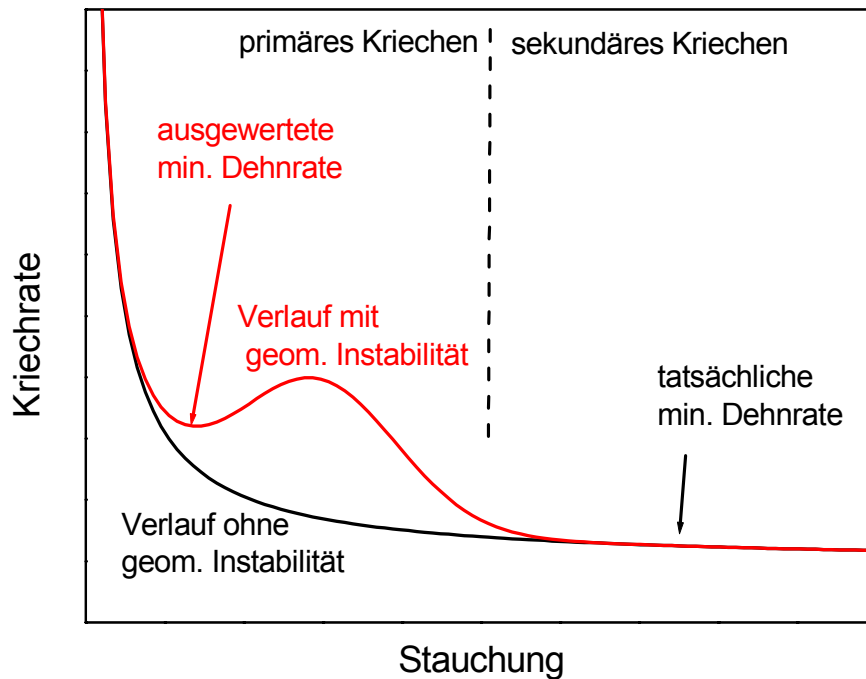


Abbildung 41: Zwei schematisch dargestellte Verläufe von Kriechraten über der Stauchung bei Schäumen. Dargestellt ein möglicher Verlauf beim Auftreten von geometrischen Instabilitäten im Bereich des primären Kriechens (oberer Kurvenverlauf) und ein möglicher Verlauf ohne Auftreten dieses Phänomens (unterer Kurvenverlauf).

Es kann argumentiert werden, dass, bedingt durch das Auftreten geometrischer Instabilitäten, die gemessene minimale Kriechrate systematisch höher ausfällt als durch das Modell von Gibson und Ashby vorausgesagt. Das ist dann der Fall wenn es zu einer Überlagerung der Auswirkung von geometrischen Instabilitäten mit der durch das primäre Kriechen von Zellwandmaterial vorgegebenen sinkenden Kriechrate kommt. Die gefundene Abweichung zwischen Modellvorhersage und den Messungen am Schaum kann demzufolge zumindest teilweise daher rühren, dass die Annahme des Potenzgesetzkriechens bei der ausgewerteten minimalen Kriechrate nicht erfüllt ist. Hängen die Auswirkungen geometrischer Instabilitäten von der Spannung ab, so wie es durch theoretische Betrachtungen von Cocks, Gibson und Ashby vorgegeben wird (Cocks und Ashby 2000, Ashby et al. 1998., Gibson und Ashby 1997, Seite 243), so ist damit eine erhöhte Spannungsabhängigkeit der Kriechrate verbunden.

6.4.2 Dispersionsverfestigung des Zellwandmaterials

Zu einem beträchtlichen Anstieg des Spannungsexponenten kann es durch Dispersionsverfestigung kommen (siehe Abschnitt 3.2.3.4). Bei dispersionsgehärteten Werkstoffen versagt die Beschreibung des Hochtemperaturverhaltens durch das Potenzgesetz in der Art von Gleichung 4, so wie es auch durch das Modell von Gibson und Ashby (Gleichung 7) vorausgesetzt wird. Charakteristisch für Dispersionshärtung ist eine anormal hohe Spannungsabhängigkeit über mehrere Größenordnungen der Dehnrates. Es ist zunächst nicht auszuschließen, dass bei der Herstellung der hier untersuchten Vollmaterialproben, bedingt durch das Einschmelzen des Schaums und den darauf folgenden Erstarrungsvorgang, vormals innerhalb der Kristalle eingeschlossene Dispersoide nun an Korngrenzen zu liegen kommen und dadurch ihre kriechverfestigende Wirkung verlieren. Diese Möglichkeit kann jedoch aufgrund folgender Tatsachen als sehr unwahrscheinlich angesehen werden:

- Dispersoide können üblicherweise mittels TEM-Untersuchungen nachgewiesen werden. Es wurden aber im Zellwandmaterial von Alporas[®]-Schaumproben weder Ausscheidungen noch Dispersoide entsprechend kleiner Dimension gefunden, siehe auch Zhang et al. 2002 sowie die Abbildungen 25 und 29.
- Die Nanoindentationsversuche haben für den Einkristall wie auch für das Zellwandmaterial des Alporas[®]-Schaums bei einer Temperatur von 100 °C eine ähnliche Dehnratesabhängigkeit gezeigt, siehe auch Kraft et al. 2001. Wäre das Zellwandmaterial hingegen dispersionsverstärkt, so wären abweichende Dehnratesabhängigkeiten zu erwarten gewesen, siehe Abbildung 36.
- Die im Abschnitt 6.2 getroffenen Modellvorhersagen stützen sich auf Kriechparameter die mit Hilfe von Versuchen am Vollmaterial gewonnen wurden. Das Vollmaterial zeigt eine für Aluminiumbasiswerkstoffe übliche Spannungsabhängigkeit sowie Warmfestigkeit, sodass eventuell vorhandene Dispersoide hier keine kriechverfestigende Auswirkung mehr zu haben scheinen. Unter der Annahme, dass das Zellwandmaterial der Schäume aber Dispersionsverfestigung zeigt, so wäre nicht nur ein erhöhter Kriechexponent die

Folge, vielmehr sollte der Schaum auch eine der Modellvorhersage beträchtlich überlegene Kriechfestigkeit zeigen. Das ist aber offensichtlich nicht der Fall.

6.4.3 Änderung des kriechgeschwindigkeitsbestimmenden Mechanismus

Die mit der Spannung zunehmende Diskrepanz zwischen Messung und Modellvorhersage, kann auch durch lokale Spannungsüberhöhungen in der Schaumstruktur erklärt werden. Erreicht die Spannung in den Zellwänden die Streckgrenze, so findet dort eine Verformung unter hohen Dehnraten statt. Der damit verbundene Übergang vom Versetzungskriechen zum Versetzungsgleiten kann nicht mehr mit dem für das Modell von Gibson und Ashby vorausgesetzten Potenzgesetz nach Gleichung 7 beschrieben werden. Bei der Untersuchung der Vollmaterialproben im gleichen globalen Dehnratenbereich wie dem Schaum, wurden derartig hohe Spannungen hingegen nicht erreicht. Im Folgenden soll dieser Ansatz erläutert werden:

6.4.3.1 Lokale Spannungsverteilung

Selbst eine nach dem Modell von Gibson und Ashby idealisierte, homogen aufgebaute Schaumstruktur weist unter Belastung eine Verteilung der auftretenden Spannungen über das Zellwandmaterial auf. Dies ist durch die auf Biegung beanspruchten Streben quer zur Belastungsrichtung bedingt. Bei realen Schaumstrukturen ist auf Grund von Inhomogenitäten davon auszugehen, dass eine solche Verteilung eine weitaus höhere Streuung zeigt, da das Zellwandmaterial der Bereiche geringer relativer Dichte tendenziell unter höherer Belastung steht, als das Zellwandmaterial der Bereiche höherer relativer Dichte. Geht man bei inhomogenen Schäumen von einer statistisch verteilten Anordnung von Bereichen höherer und niederer Dichte aus, so werden die globalen mechanischen Eigenschaften durch die Bereiche geringerer relativer Dichte überproportional beeinflusst (siehe hierzu auch die Abhängigkeit der relativen Dichte in den Gleichungen 1 und 2). Modellvorhersagen, die auf eine regelmäßige Anordnung identischer Zellen zurückgehen, werden die Eigenschaften inhomogener Schäume folglich überschätzen. In Abschnitt 5.1.4 ist ein erheblicher Grad an Inhomogenität aller drei untersuchten Alporas[®]-Schaumvarianten gegenüber einer regelmäßigen Struktur ähnlicher mittlerer Porengröße und relativer Dichte festgestellt worden.

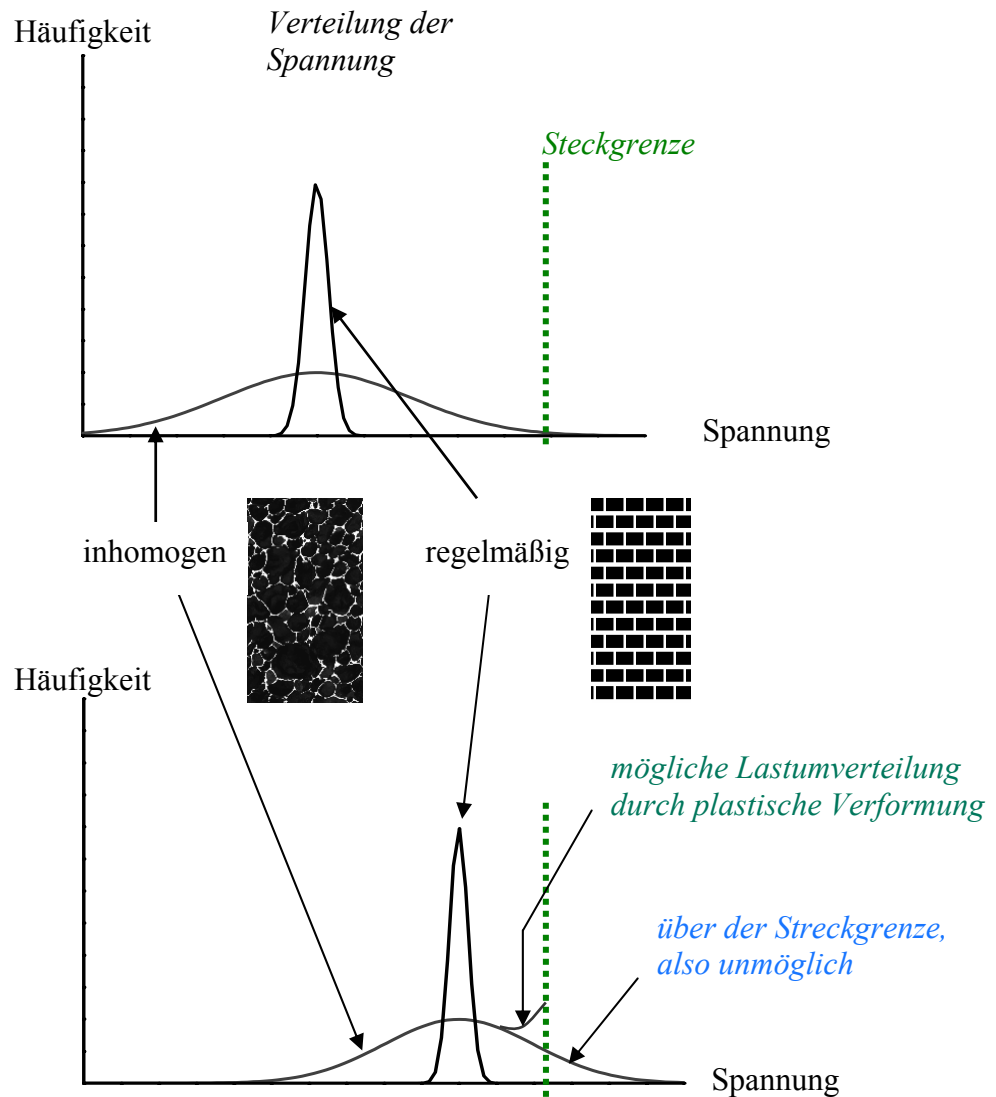


Abbildung 42: Schematisch dargestellte Verteilungen (Histogramme) der Spannungen im Zellwandmaterial sowohl für einen regelmäßig aufgebauten Schaum als auch für einen inhomogenen Schaum. Oben für den Fall geringer globaler Spannung unten für den Fall erhöhter globaler Spannung.

In Abbildung 42 wird ein homogener Schaum in der Art des geometrischen Modells von Gibson und Ashby (geringe Streuung der Spannungen) mit einem makroskopisch inhomogenen Schaum (ausgeprägte Streuung der Spannungen) bei unterschiedlicher globaler Belastung verglichen. Bei der geringen Belastung (obere Darstellung der Abbildung 42) liegen alle lokal auftretenden Spannungen, sowohl für den homogenen wie auch für den inhomogenen Schaum unterhalb der Streckgrenze. Hingegen bei höherer Belastung (untere Darstellung der Abbildung 42) kommen Anteile hoher Spannungen des

inhomogenen Schaums an die Streckgrenze. Es kann geschlossen werden, dass sich derart überlastete Bereiche spontan plastisch verformen. In Abbildung 42 ist eine Möglichkeit angedeutet, wie dieser Anteil der Gesamtbelastung mit zunehmender Verformung auf andere Bereiche geringerer Belastung umverteilt werden könnte.

6.4.3.2 Übergangverhalten zum Versetzungsgleiten im Zellwandmaterial

Bei erhöhten Temperaturen kann es aufgrund von örtlich eng begrenzten, jedoch sehr hohen Belastungen zu einem Übergang der kriechgeschwindigkeitsbestimmenden Mechanismen im Zellwandmaterial kommen. Zur Veranschaulichung siehe Abbildung 43.

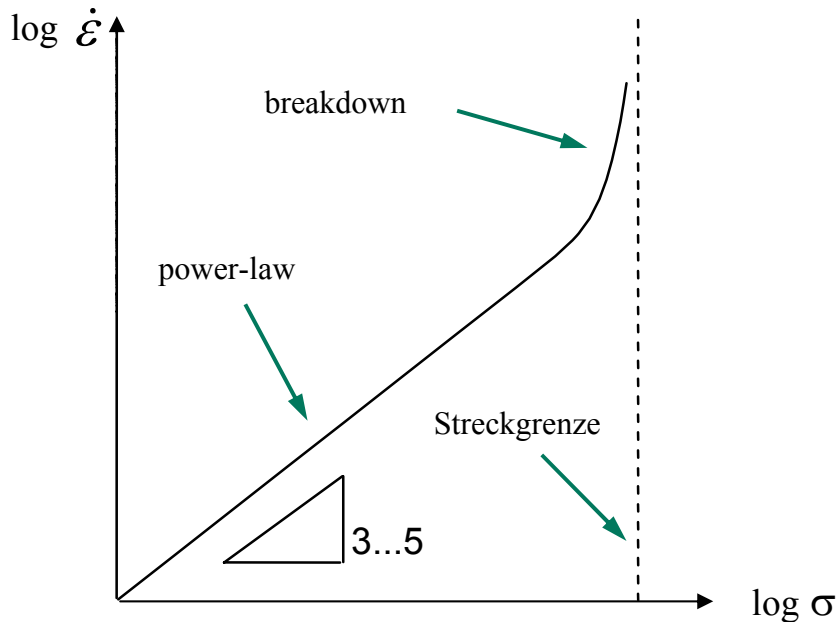


Abbildung 43: Norton-Auftragung mit idealisiert dargestelltem Verhalten der Kriechmechanismen vom kletterkontrollierten Versetzungskriechen (power-law) zum Übergangverhalten zum Versetzungsgleiten (power-law breakdown).

Mit steigender Spannung tritt anstelle des Versetzungskletterns (power-law creep,) als geschwindigkeitsbestimmender Mechanismus das Versetzungsgleiten (power-law breakdown PLB), was mit einer mit der Spannung zunehmenden Spannungsabhängigkeit verbunden ist, siehe auch Abschnitt 3.2.3.2. Für ein homogen belastetes Material kann dieser Übergang an einer Änderung der Steigung in der Norton-Auftragung identifiziert

werden (Knick in der Steigungsgeraden). Der Umkehrschluss gilt jedoch nicht: Aufgrund dessen, dass sich im Dehnratenbereich der durchgeführten Schaumkriechversuche, siehe Abbildungen 35, 39 und 40, keine Änderung der Spannungsabhängigkeit findet, darf nicht abgeleitet werden, dass die Kriechgeschwindigkeit nicht durch das Übergangsverhalten zum Versetzungsgleiten (power-law breakdown) bestimmt wird. Vielmehr ist es denkbar, dass es aufgrund der in realen Schaumstrukturen vorherrschenden, breiten Spannungsverteilung (siehe Abbildung 42) zu einem weichen Übergangsverhalten kommt. Mit weichem Übergangsverhalten ist gemeint, dass sich beim Schaum, beginnend schon bei kleinen makroskopischen Dehnraten, das Übergangsverhalten der kriechgeschwindigkeitsbestimmenden Mechanismen über viele Größenordnungen hin erstreckt und daher nicht als ausgeprägter Knick in den Steigungsgeraden der Norton-Auftragung identifiziert werden kann.

6.4.3.3 Aus Subkorngröße ermittelte Spannungen

Um den Bereich des Spannungsniveaus an verschiedenen Stellen der Schaumstruktur abschätzen zu können, wurden die Subkorngrößen sowohl innerhalb als auch außerhalb offensichtlich stark verformter Bereiche der Schaumstruktur nach erfolgtem Kriechversuch bestimmt. TEM-Untersuchungen des Zellwandmaterials für unverformte Bereiche der Probe zeigen eine mittlere Subkorngröße von mehreren Mikrometern, wohingegen an den stark verformten Bereichen die mittlere Subkorngröße zu $\lambda = 0,4 \mu\text{m}$ geschätzt worden ist, siehe Abbildungen 25 und 29. In Abschnitt 3.2.4 wurde die von Blum und Singer gefundene Abhängigkeit der Größe von Subkörnern mit der angelegten (Kriech-)spannung dargelegt, siehe auch Abbildung 6, (Blum und Singer 1980). Für unverformte Bereiche des Schaums wird in diesem Diagramm eine Spannung von 12,5 MPa abgelesen, was im Bereich eines durchschnittlichen Spannungsniveaus für das Zellwandmaterial liegt. Im Gegensatz dazu ergibt sich für Spannungen, die zu einer sichtbaren Verformung des Zellwandmaterials geführt haben, ein Wert von 250 MPa, siehe hierzu auch Zhang et al. 2002. Eine so hohe Spannung überschreitet diejenige der globalen angelegten Spannungen der Kriechexperimente bei weitem.

Abbildung 4 zeigt das nach Frost und Ashby (Frost und Ashby 1982) abgeleitete Schaubild der dominierenden Verformungsmechanismen in Abhängigkeit von Spannung und Temperatur für Reinaluminium. Es ist offensichtlich, dass eine Spannung von 250 MPa hier im Bereich des Versetzungsgleiten (power-law breakdown) zu liegen käme. In diesem

Bereich werden generell Spannungsabhängigkeiten beobachtet, die überhalb derjenigen des kletterkontrollierten Versetzungskriechens liegen.

Von Blum und Singer (Blum und Singer 1980) wurden sowohl Versuche bei Raumtemperatur als auch Versuche an dispersionsverfestigten Werkstoffen berücksichtigt, um die sich einstellenden Subkorngrößen auch bei sehr hohen Spannungsniveaus aufnehmen zu können. Ob die von den Autoren gefundene Abhängigkeit zwischen Korngröße und angelegter Spannung, siehe Diagramm der Abbildung 6, auch beim Auftreten von Versetzungsgleiten Gültigkeit behält, konnte nicht endgültig geklärt werden.. Doch selbst wenn die durch Versetzungsgleiten ausgebildeten Subkorngrößen nicht mehr mit den hier angelegten Spannungen korrelierbar sind, so können doch Spannungsniveaus begründet werden, die an den Übergang vom Versetzungskriechen zum Versetzungsgleiten heranreichen.

6.4.3.4 Mögliche Auswirkungen

Die hohe Grad an Inhomogenität realer Schaumstrukturen im Vergleich zu den ideal regelmäßig aufgebauten Strukturen einer Modellbetrachtung legt nahe, dass die Belastung realer Schaume eine ausgeprägte Spannungsverteilung zur Folge hat. Untersuchungen der Subkorngröße nach erfolgtem Kriechversuch weisen auf ein örtlich sehr hohes Spannungsniveau hin.

Die nach dem Modell von Gibson und Ashby bestimmten Vorhersagen für Schaum sind nur für den Bereich des Versetzungskriechens bestimmt. Eine Extrapolation in den Bereich wo es zu einem Übergangsverhalten zum Versetzungsgleiten (power-law breakdown) kommt, führt sowohl zu einer Überschätzung der Kriechfestigkeit als auch gleichzeitig zu einer Unterschätzung des Spannungsabhängigkeit, so wie es ein Vergleich der Modellvorhersagen mit den Versuchsergebnissen auch zeigt. Die makroskopische Kriechrate, bei der es zu einem Übergang vom Versetzungskriechen zum Versetzungsgleiten kommt, kann folglich für Schaum viel niedriger zu liegen kommen ist als für Vollmaterial.

6.4.4 Schlussfolgerungen für die Anwendbarkeit des Modells von Gibson und Ashby

Aus den Überlegungen des Abschnitts 6.4.3 können folgende Schlussfolgerungen gezogen werden:

- Das Modell von Gibson und Ashby ist in der Lage eine untere Grenze für die Dehnrate von Schäumen vorherzusagen. Diese Aussage ist besonders wichtig, da so eine verlässliche Grenze der Warmfestigkeit metallischer Schäume gegeben ist.
- Es ist notwendig Einschränkungen für die Vorhersagen durch das Modell von Gibson und Ashby zu machen, da in vielen praktischen Fällen nicht von vornherein klar ist, ob das makroskopische Verhalten des Schaums einzig durch das Versetzungskriechen seines Zellwandmaterials bestimmt wird oder nicht.

Zum gegebenen Zeitpunkt gibt es kein Modell das die Auswirkungen primären Kriechens, des Übergangsverhaltens zum Versetzungsgleiten oder aber eventuell vorhandene geometrische Instabilitäten der Schaumstruktur einbeziehen kann. Von daher, wird nach verlässlichen Kriechdaten für Schäume verlangt, so scheinen Hochtemperaturversuche am Schaum unausweichlich. Wie im Folgenden gezeigt wird, kann der experimentelle Aufwand aber auf ein Minimum reduziert werden.

6.5 Erweitertes Kriechmodell

Es wird gezeigt, dass die Ergebnisse aus den Schaumkriechversuchen mit Hilfe einer empirischen Ratengleichung, so wie sie für das Übergangsverhalten vom Versetzungskriechen zum Versetzungsgleiten bei Vollmaterial vorgeschlagen wird (Gleichung 5), sehr gut beschrieben werden können (obwohl, wie in den Abschnitten 6.3 und 6.4 erläutert, oben genanntes Übergangsverhalten unter Umständen nicht der einzig wirkende Verformungsmechanismus ist). Hierzu bedarf es der Anpassung eines einzigen Parameters α , siehe Gleichung 9 :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{A}{\alpha^n} \left[\sinh \left(\alpha \frac{\sigma}{E} \right) \right]^n \quad \text{Gleichung 9}$$

In Gleichung 9 stellt E den Elastizitätsmodul, A und n Kriechkonstanten für das Kriechen nach dem Potenzgesetz dar und α ist ein zusätzlicher dimensionsloser Parameter der der Anpassung des Übergangsverhaltens dient. Für kleine Spannungen kann die hyperbolische Sinusfunktion durch ihr Argument ersetzt werden, womit Gleichung 9 auf das Potenzgesetz nach Gleichung 10 zurückgeführt ist, siehe auch Abschnitt 3.2.3.2.

$$\dot{\varepsilon} = A \cdot \left(\frac{\sigma}{E} \right)^n \quad \text{Gleichung 10}$$

Zur besseren Übersicht seien im Folgenden die Gleichungen 8a und 8b, beschreibend das Modell von Gibson und Ashby für das Kriechverhalten von Schäumen, nochmals angegeben:

$$\dot{\varepsilon}^* = C^* \cdot (\sigma^*)^{n_s} \quad \text{Gleichung 8a}$$

wobei

$$C^* = C_s \cdot \left[\frac{1}{1,7} \left(\frac{n_s + 2}{0,6} \right)^{1/n_s} \left(\frac{n_s}{2n_s + 1} \right) \left(\Phi \frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{3n_s + 1/2n_s} + \frac{2}{3} (1 - \Phi) \frac{\rho^*}{\rho_s} \right]^{-n_s} \quad \text{Gleichung 8b}$$

Im Folgenden wird die an den Schaum angelegte Spannung mit dem Elastizitätsmodul für Aluminium Vollmaterial ($E_S = 70000 \text{ Gpa}$) normiert und angenommen, dass die Gleichungen 8a und 8b das Kriechverhalten für sehr kleine angelegte Spannungen richtig voraussagen. Es gelten folglich Gleichungen 11 und 12

$$n = n_s \quad \text{Gleichung 11}$$

$$A = C^* (E_S)^{n_s} \quad \text{Gleichung 12}$$

und Gleichung 10 kann für die Bestimmung der Parameter A und n herangezogen werden. Der einzige anzupassende Parameter bleibt α , welcher gewonnen wird, indem die Gleichung 9 an das Ergebnis eines einzigen Hochtemperaturversuchs angepasst wird. Vorzuziehen sind hier Werte aus Versuchen, bei denen anzunehmen ist, dass sie durch das Modell von Gibson und Ashby vorgegebenen Potenzgesetz nicht mehr beschrieben werden können. Dies ist vor allem bei hoher makroskopischer Dehnrates der Fall, wo das Dominieren eines anderen kriechgeschwindigkeitsbestimmender Mechanismus vermutet werden muss. Im Rahmen dieser Arbeit bietet sich an, die Ergebnisse der durchgeführten Versuche konstanter Stauchrate zu nutzen. Die Stauchrate wo die Plateauspannung ermittelt wurde liegt bei $\dot{\epsilon}_{plateau} = 3,4 \cdot 10^{-4} s^{-1}$, was zu folgender Gleichung 13 führt.

$$\dot{\epsilon}_{plateau} \alpha^{n_s} = C^* (E_S)^{n_s} \left[\sinh \left(\frac{\alpha \cdot \sigma_{plateau}^*}{E_S} \right) \right]^{n_s} \quad \text{Gleichung 13}$$

Gleichung 13 kann sowohl graphisch als auch numerisch gelöst werden um α zu ermitteln. Die Werte wurden für die drei Schaumvarianten bestimmt und sind in Tabelle 2 zusammen mit den Werten für n_s und C^* und A eingetragen.

Alporas [®] -Schaumvariante	A	B	C
n_s [-] (aus den Kriechversuchen an Vollmaterial)	6,25	6,25	6,25
C^* [$s^{-1} MPa^{-6,25}$] (aus Gibson & Ashby Modellgleichung 8b)	$1,5 \cdot 10^{-8}$	$1,0 \cdot 10^{-8}$	$2,2 \cdot 10^{-8}$
α [-] (einziger fit Parameter, bestimmt mittels Gleichung 9)	406000	175000	85400
A [s^{-1}] (errechnet mittels Gleichung 12)	$4,2 \cdot 10^{22}$	$1,9 \cdot 10^{22}$	$4,0 \cdot 10^{21}$

Tabelle 2: Parameter zur Beschreibung des Kriechverhaltens der drei Schaumvarianten mittels der empirischen Ratengleichung für das Übergangsverhalten vom Versetzungskriechen zum Versetzungsgleiten.

Für Vollmaterial mit kubisch flächenzentrierter Kristallstruktur liegt der Wert für α in der Größenordnung von 1000, siehe Frost und Ashby 1982, Seite 26. Wie Tabelle 2 zeigt, liegen aber die für die Schaumvarianten bestimmten Werte für α weit höher, was darauf zurückzuführen ist, dass die Dehnraten von der Vorhersage durch das Potenzgesetz bereits bei wesentlich kleineren angelegten Spannungen abweichen.

Die sich aus Gleichung 9, und den Werten der Tabelle 2 ergebenden Funktionen für die drei Schaumvarianten sind in den Norton- Auftragungen der Abbildung 44 als durchgezogene Linien eingetragen und nähern voraussetzungsgemäß das Übergangsverhalten idealisierter Schäume vom kletterkontrollierten Versetzungskriechen zum Versetzungsgleiten an.

Für die untersuchten Varianten beschreiben die so erhaltenen Funktionen die experimentell gefundenen Ergebnisse über den gesamten zur Untersuchung gekommenen Dehnratenbereich sehr gut.

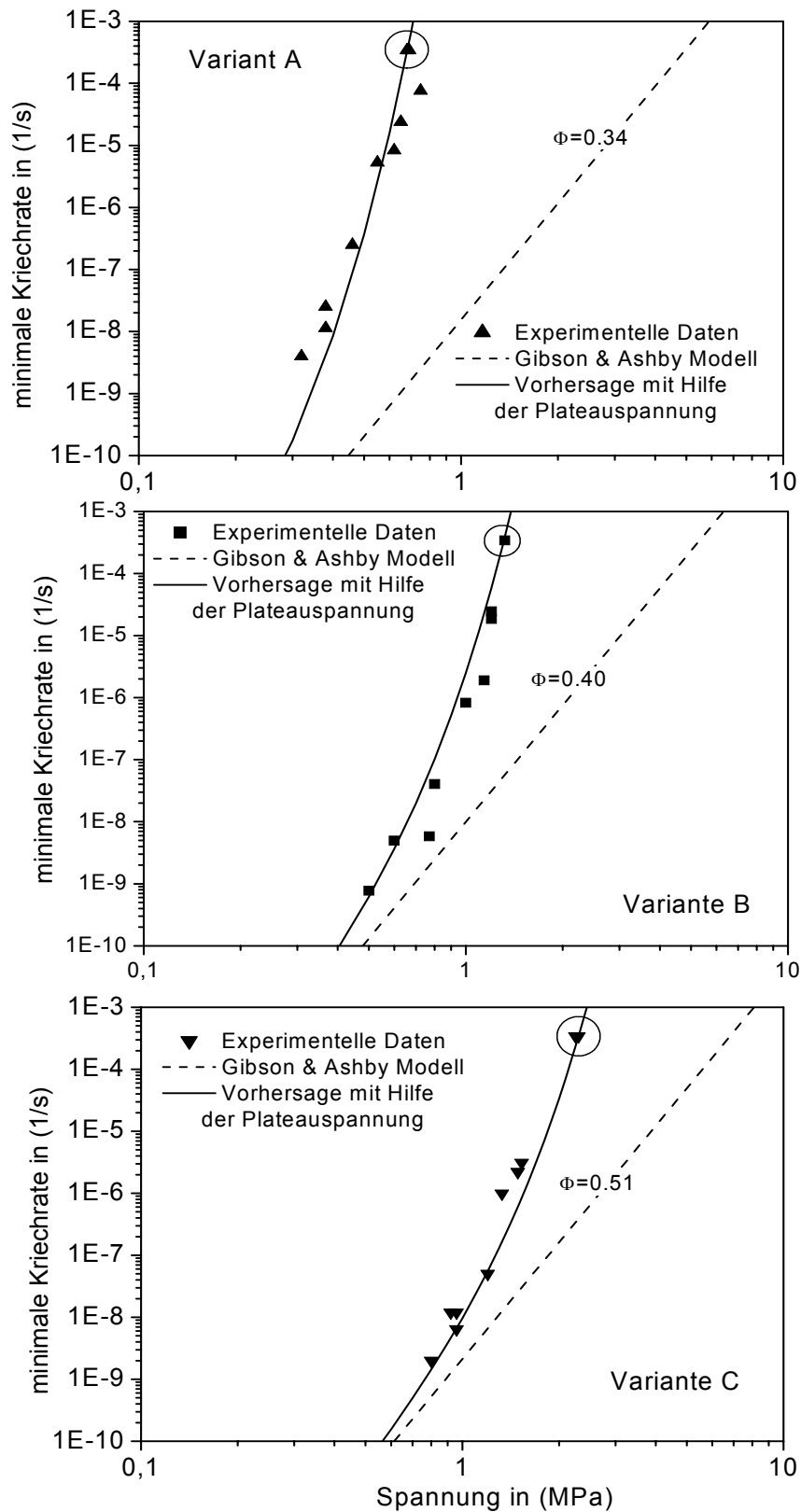


Abbildung 44: Norton-Auftragung der minimalen Kriechraten aller drei Schaumvarianten. Gestrichelte Linie: Modellvorhersage nach Gibson und Ashby. Durchgezogene Linie: Erweitertes Modell, angepasst jeweils mittels dem Wert der Plateauspannung (umringt). Einziger Fit Parameter ist α in Gleichung 9.

Es sei betont, dass es sich bei den in Abbildung 44 eingetragenen Kurven (durchgezogene Linien in Abbildung 44) nicht einfach um eine Näherung an alle durchgeführten Kriechexperimente handelt. Vielmehr wurde vorausgesetzt, dass für sehr kleine Spannungen das Versetzungskriechen tatsächlich geschwindigkeitsbestimmend ist und durch das nach dem Modell von Gibson und Ashby erweiterte Potenzgesetz beschrieben werden kann (gestrichelte Linien in Abbildung 44). Die für das Übergangsverhalten von Versetzungskriechen zum Versetzungsgleiten vorgeschlagene Ratengleichung wurde mittels des Ergebnisses eines einzigen Versuchs konstanter Stauchrate bei entsprechender Temperatur angepasst und in Abbildung 44 durch einen schwarzen Ring um den eingetragenen Wert gekennzeichnet.

Im Besonderen wegen der guten Übereinstimmung zwischen dem in diesem Abschnitt erweiterten Modell und den durchgeführten Schaumkriechversuchen sei darauf hingewiesen, dass bisher nicht bewiesen werden konnte, ob das Übergangsverhalten vom Versetzungskriechen zum Versetzungsgleiten im Zellwandmaterial tatsächlich einzig kriechgeschwindigkeitsbestimmend ist oder nicht, lediglich stellt die ursprünglich für Vollmaterial vorgeschlagene Formel offensichtlich ein gutes Hilfsmittel zur Beschreibung der gefundenen Ergebnisse dar.

Auf Basis der hier gefundenen Ergebnisse kann folgende Vorgehensweise für den anwendungsorientierten Ingenieur empfohlen werden:

Das Kriechverhalten metallischer Schäume unter kleinen angelegten Spannungen sollte mit dem Modell nach Gibson und Ashby abgeschätzt werden, wobei die Kriechdaten eines Referenzwerkstoffes und morphologische Informationen über den Schaum verwendet werden.

Das Kriechverhalten bei hohen angelegten Spannungen sollte mittels einer Kopplung der Vorhersage nach Gibson und Ashby mit dem Ergebnis eines einzelnen Hochtemperaturverformungstests entsprechender Temperatur mit Hilfe der empirischen Gleichung beschreibend das Übergangsverhalten vom Versetzungskriechen zum Versetzungsgleiten vorgenommen werden, so wie es in diesem Kapitel vorstellt wurde.

6.6 Schlussfolgerungen

Die experimentellen Ergebnisse stehen in keinem Widerspruch zu den Modellvorhersagen von Gibson und Ashby, da es sich bei der in Abschnitt 6.5 getroffenen Vorhersage lediglich um eine Ergänzung zu hohen angelegten Spannungen hin handelt. Das von Gibson und Ashby vorausgesetzte Versetzungskriechen bleibt also Grundlage, wird als geschwindigkeits-bestimmender Mechanismus zu geringen Spannungen hin vorausgesetzt und stellt somit eine obere Basis der Festigkeitsvorhersage dar. Lediglich konnten die sehr geringen Dehnraten, die sich bei einer dem Modell vorausgesetzten Dominanz des Versetzungskriechens unter entsprechend geringer Belastung eingestellt hätten, im Rahmen dieser Arbeit nicht gemessen werden. Spannungen, die zu einer mittels vorhandener Apparatur messbaren Verformung führten, liegen offensichtlich bereits in einem Bereich, wo andere kriechgeschwindigkeitsbestimmende Mechanismen zu dominieren, zumindest zu beeinflussen scheinen. Diese Tatsache unterstreicht die Gefahr, die eine Vorhersage des Hochtemperaturverhaltens metallischer Schäume zu nicht untersuchten Dehnratenbereichen hin birgt. So könnte es beispielsweise ein folgenschwerer Fehler sein, die gefundenen Kriechergebnisse nach Abbildung 35 mit dem scheinbar hohen Spannungsexponenten linear zu den technisch wichtigen geringen Dehnraten hin zu extrapolieren. Dies Vorgehensweise würde sowohl die Überlegungen von Gibson und Ashby ignorieren als auch fälschlicherweise zu verschwindend geringen Dehnraten führen.

7 Zusammenfassung

Durchgeführt wurden Druckkriechversuche an drei Varianten eines geschlossenzelligen Aluminiumbasisschaums (Alporas[®]) bei einer Temperatur von 300 °C, wobei sich Kriechraten im Bereich von 10^{-9} bis 10^{-4} s^{-1} einstellten. Vollmaterial gleicher chemischer Zusammensetzung wie das Zellwandmaterial wurde hergestellt und bei gleicher Temperatur und im selben Kriechratenbereich untersucht.

Die Ergebnisse wurden im Hinblick auf das von Gibson und Ashby vorgeschlagene Modell beschreibend das Kriechverhalten von idealisierten Schäumen gleicher relativer Dichte aber idealisierten Aufbaus analysiert. Demnach weist der untersuchte Schaum eine geringere Kriechfestigkeit, aber auch einen höheren Spannungsexponenten als vorhergesagt auf.

Es konnte gezeigt werden, dass das Modell von Gibson und Ashby eine untere Grenze für die Dehnraten von Schäumen definiert, was für Vorhersagen zu den technisch wichtigen geringen Dehnraten hin wichtig ist.

Prinzipiell können die Unterschiede zwischen gemessener und vorhergesagter Spannungsabhängigkeit von den Auswirkungen des primären Kriechens (1), dem Einfluss geometrischer Instabilitäten in Verlauf der Deformation (2) und dem lokalem Übergangsverhalten vom Versetzungskriechen zum Versetzungsgleiten (3) herrühren. Untersuchungen zeigen aber, dass an hochbelasteten Stellen der inhomogenen Schaumstruktur tatsächlich nicht mehr einzig vom Versetzungskriechen als kriechgeschwindigkeitsbestimmendem Mechanismus auszugehen ist.

Die Versuchsergebnisse werden durch eine für Vollmaterial bekannte empirische Gleichung, die das Übergangsverhalten vom Versetzungskriechen zum Versetzungsgleiten beschreibt, sehr gut genähert, wobei zwei der drei notwendigen Parameter mit Hilfe des Modells von Gibson und Ashby gewonnen werden. Der dritte, einzige zur Anpassung notwendige Parameter kann mit Hilfe des Ergebnisses jeweils eines einzigen Hochtemperaturverformungsversuchs entsprechender Temperatur gefunden werden. Dem anwendenden Ingenieur kann somit eine Vorgehensweise an die Hand gegeben werden mit

Hilf mir, unter minimalem experimentellem Aufwand, das Kriechverhalten metallischer Schäume vorhergesagt werden kann.

8 Anhang: Entwicklung kriechbeständiger Aluminiumbasischäume

Im allgemeinen zeichnen sich Aluminiumbasiswerkstoffe durch eine relativ geringe Warmfestigkeit aus. Durch den Einsatz ausscheidungsgehärteter Legierungen kann die Festigkeit von Aluminium zwar erheblich gesteigert werden, jedoch bleibt die Einsatztemperatur aufgrund der Anfälligkeit zum Überaltern eingeschränkt. Mittels des in den 70er Jahren des letzten Jahrhunderts entwickelten mechanischen Legierens (durch Hochenergiemahlen) wurde ein reproduzierbares pulvermetallurgisches Herstellungsverfahren geschaffen, das eine bisher unerreicht gleichmäßige Verteilung der Dispersoide ermöglicht (Benjamin 1970). Unter anderem werden so heute hochwarmfeste Aluminiumbasiswerkstoffe hergestellt, die bedingt durch ihre wesentlich verlangsamte Kriechgeschwindigkeit einen maßgeblich erhöhten Temperatureinsatzbereich ermöglichen (Clauer und Hansen 1980). Bei der Dispersionshärtung ist der metallische Grundwerkstoff zu einem geringen Volumenanteil mit feindispers verteilten, keramischen Partikeln (Dispersoide) durchsetzt, die auch bei hohen homologen Temperaturen von schlechter Löslichkeit und geringer Diffusionsneigung sind. Solche inkohärenten Partikel im Gefüge, meist von der Größe weniger Nanometer, stellen daher auch bei Temperaturen, wo Ausscheidungshärtung oder Lösungshärtung ihre Effizienz verlieren, noch starke Hindernisse für Versetzungen dar und sind somit in der Lage die Hochtemperaturfestigkeit des Werkstoffes maßgeblich zu verbessern. Die Möglichkeit alternativer Härtungsmethoden bleibt gegeben.

Nicht nur bei der Herstellung dispersionsverfestigter Aluminiumbasiswerkstoffe wird die Flexibilität der möglichen Legierungszusammensetzung in der Pulvermetallurgie genutzt, auch die Vorstufe zu metallischen Schäumen, schäumbare Halbzeuge genannt, kann durch das Einbringen von Treibmittel in Metallpulver verwirklicht werden, näheres zum Herstellungsverfahren mittels Pulvermetallurgie siehe Abschnitt 3.1.4.2. Aufgrund ein und des selben Herstellungsverfahrens für Metallschäume und dispersionsverfestigte Werkstoffe wurde angedacht, im Zuge der Herstellung von schäumbaren Halbzeugen, gleichzeitig kriechverfestigende Dispersoide in das zukünftige Zellwandmaterial einzubringen. Hierzu wurde zunächst mechanisch legiertes Aluminiumpulver (Produktname: Dispal, Fa. Peak Werkstoff GmbH, Velbert Deutschland) zur Vermischung mit dem Treibmittel TiH_2 (0,5 gew.%) und anschließenden Kompaktieren beim

Leichtmetall-Kompetenzzentrum Ranshofen, Österreich bereitgestellt (siehe Abbildung 45).



Abbildung 45: Edukte eines dispersionsverfestigten Aluminiumbasisschaums: Links: mechanisch legiertes Aluminumpulver. Rechts: Treibmittel TiH_2 .

Leider ist es nicht gelungen die Mischung durch Strangpressen zu einem schäumbaren Halbzeug weiterzuverarbeiten, da das vorkompaktierte Material beim Extrudieren in der Matrize der Strangpressmaschine stecken blieb. Dies ist wohl vor allem auf den nicht ausreichenden Pressdruck der verwendeten Anlage zurückzuführen gewesen. Die Prozess-temperatur bei der Herstellung schäumbaren Halbzeugs ist, bedingt durch die Zersetzungstemperatur des Treibmittels TiH_2 (etwa 470 °C in Atmosphäre), eingeschränkt. Ausschließlich vorkompaktiertes Material weist eine hohe Restporosität auf (siehe Abbildung 46).

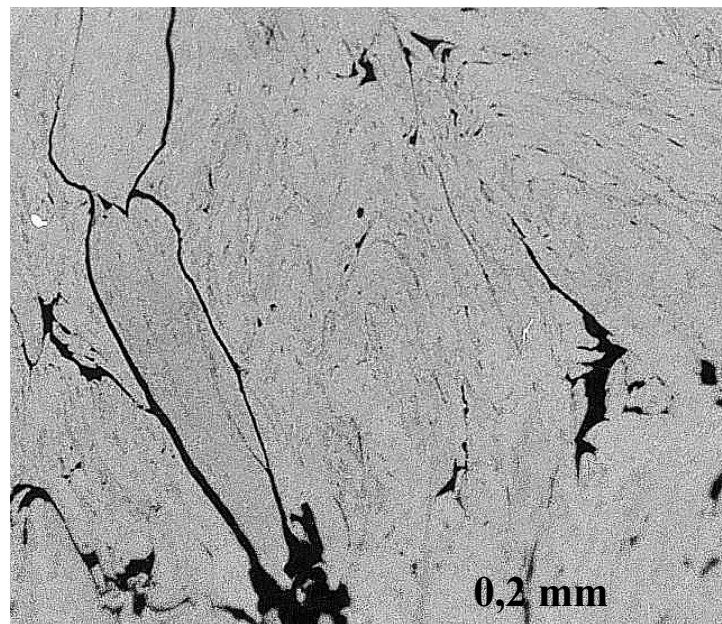


Abbildung 46: Metallographischer Schliff des ausschließlich vorkompaktierten mechanisch legierten Pulvers mit noch unvollständiger Verfestigung.

Das Material im vorkompaktierten Zustand ist nicht schäumbar, da der Wasserstoff des eingebrachten Treibmittels TiH_2 beim Erhitzen entweichen würde, bevor das Aluminium zum Schmelzen kommt.

Offensichtlich macht sowohl die einzuschränkende Prozessstemperatur, als auch das mechanisch legierte Aluminiumpulver einen Prozessdruck notwendig, der weit über denjenigen hinausgeht, der sich zum Erstellen von schäumbaren Halbzeugen bisher bewährt hatte. Üblich sind Drücke von rund 120 MPa.

Um nun trotzdem herauszufinden, ob eine vollständige Verfestigung des mechanisch legierten Pulvers trotz eingeschränktem Temperaturbereich überhaupt möglich ist, wurde eine axiale Heisspresseinrichtung hoher Druckfestigkeit angefertigt und am Fraunhofer Institut für Fertigungstechnik und angewandte Materialforschung (IFAM) in Bremen an einer Presse mit einer Leistung von 400 kN zum Einsatz gebracht. Abbildung 47 zeigt die Einrichtung, bei der aufgrund der verwendeten Nickelbasislegierung Drücke von 400 MPa bei einer Temperatur von 600 °C realisierbar sind.

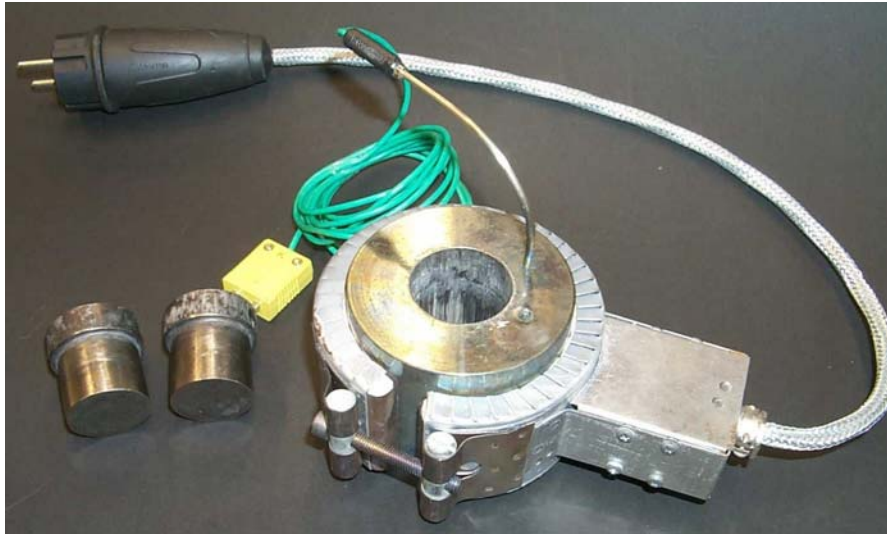


Abbildung 47: Axiale Heisspresseinrichtung mit beheiztem Zylinder, Druckstempeln und Temperaturmesseinrichtung.

Um sowohl die Reaktion des Treibmittels, die Funktionstüchtigkeit der Versuchseinrichtung als auch die richtige Wahl der Prozessparameter des an den Pressvorgang anschließenden Aufschäumvorgangs sicherzustellen, wurde zunächst ein Halbzeug aus der Gusslegierung AlSi7 hergestellt. Versuchsparameter waren hier 120 MPa bei 500 °C für 5 min. Abbildung 48 zeigt die Porenstruktur dieser geschäumten, sodann aufgesägten Referenzprobe.



Abbildung 48: Aufgesägte Referenzprobe aus der Gusslegierung AlSi7 zur Überprüfung der Herstellungsparameter.

Leider war es trotz schrittweiser Erhöhung des Prozessdruckes unter Variation von Temperatur (zwischen 500 und 600 °C) und Haltezeit (zwischen 5 und 30 min) nicht möglich das mechanisch legierte Pulver in der Weise zu verfestigen, dass ein anschließendes Aufschäumen möglich war. Selbst die Verwendung feiner Fraktionen (Partikelgröße bis 40 µm) des Pulvers führten lediglich zu einer geringen Volumenvergrößerung nach Temperaturbehandlung zum Aufschäumen. Abbildung 49, linkes Bild, zeigt ein Halbzeug aus mechanisch legiertem Pulver nach dem Schäumversuch.



Abbildung 49: Halbzeuge nach dem Aufschäumversuch Linkes Bild: Mechanisch legiertes Pulver nach Pressung und Schäumversuch (520 °C, 300 MPa, 10 min). Rechtes Bild: Mischung mit 50 % Reinaluminium-Pulver (520 °C, 300 MPa, 10 min).

Durch Zugabe von Reinaluminiumpulver zum mechanisch legierten Pulver wurde ein Aufschäumen der Halbzeuge beobachtet. Die Volumenzunahme geht jedoch offensichtlich nur von einem geringen Materialanteil aus, sodass sich die Morphologie des entstandenen Schaumes als ausgeprägt heterogen und grobporig darstellt, siehe Abbildung 49, rechtes Bild.

Die pulvermetallurgische Herstellungsrouten macht ein kurzzeitiges Überschreiten des Schmelzpunkts des schäumbaren Halbzeugs notwendig. Im viskosen Zustand der Schmelze kann dann die Volumenzunahme, bedingt durch das sich zersetzende Treibmittel, stattfinden. Im allgemeinen muss durch Schmelzen dispersionsverfestigter Werkstoffe erwartet werden, dass die Wirkung der Dispersoide auf die mechanischen Eigenschaften des Werkstoffes verloren geht. Eine Kriechverfestigung wird nämlich nur dann erzielt, wenn eine fein verteilte Anordnung der Dispersoide innerhalb eines verhältnismässig groben Korngefüges vorliegt. Nach dem Aufschäumvorgang ist folglich zu erwarten, dass sich die kriechverfestigende Wirkung der Dispersoide aufgrund ihrer Koagulation oder aber dem zu liegen kommen an Korngrenzen reduziert. Andererseits wird der Aufschäumvorgang möglichst immer in der Art vollzogen, dass das Halbzeug nur kurzzeitig und knapp an den Schmelzbereich seiner Legierung herankommt, diesen nicht überschreitet, womit das daraus entstehende Zellwandmaterial möglichst hoch viskos bis zum abschließenden Erstarren gehalten wird.

Um abzuschätzen ob das Zellwandmaterial der Schaumproben mit eingebrachten Dispersoiden eine verbesserte Warmfestigkeit zeigt, wurde eine aus Reinaluminium erstellte Schaumprobe mit einer Schaumprobe verglichen, die aus einer Mischung von mechanisch legiertem Pulver mit Reinaluminiumpulver (Mischungsverhältnis 50:50) besteht. Hierzu wurden beide Schaumproben bei einer Temperatur von 300 °C mit einer konstanten Geschwindigkeit des Prüfmachinenquerhaupts von $1,7 \cdot 10^{-5}$ m/s um etwa 40% verformt, sodann die Geschwindigkeit auf 0 m/s reduziert. Da es aufgrund der hohen Inhomogenität und der über die Höhe der Proben änderlichen Querschnittsfläche nicht möglich ist die Spannung über der Dehnung anzugeben, wird im Graph der Abbildung 50 die gemessene Druckkraft über der Zeit dargestellt. Der dabei durch die Maschinensteuerung vorgegebene Weg ist ebenfalls eingetragen.

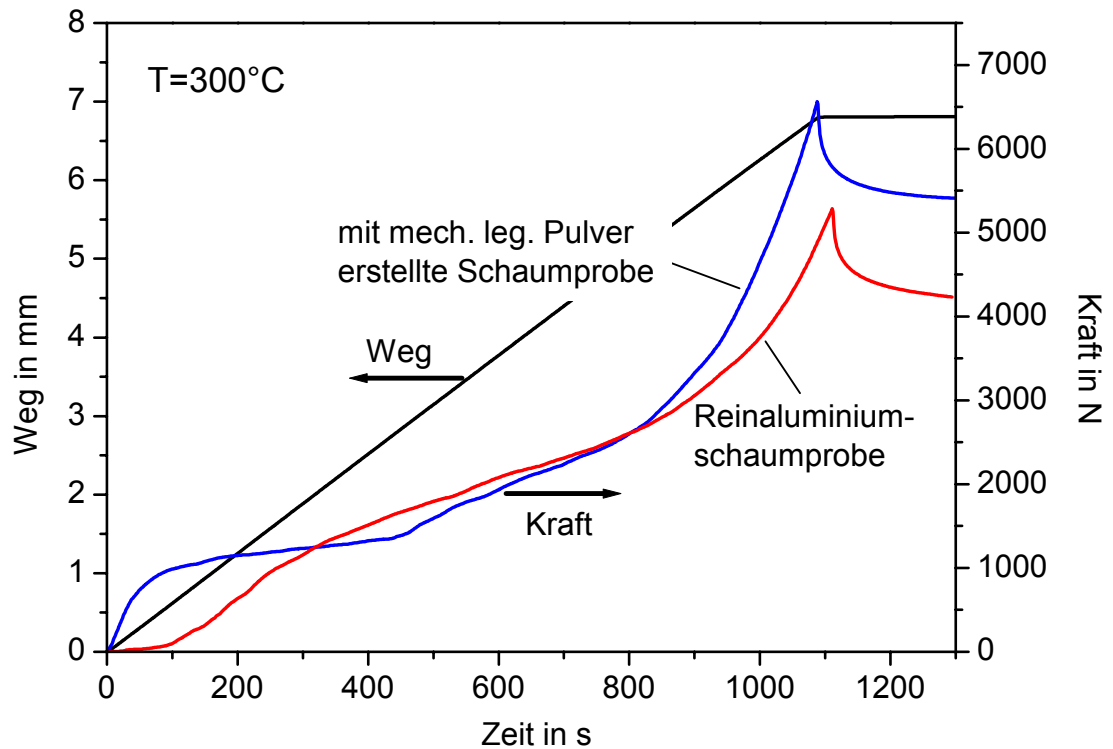


Abbildung 50: Ergebnisse aus Stauchversuchen bei 300 °C an einer Reinaluminium-schaumprobe und an einer aus 50% mechanisch legiertem Pulver erstellten Schaumprobe.

Mit Hilfe der in Abbildung 50 dargestellten Versuchsergebnisse ist ein bedingter Vergleich der Warmfestigkeiten der beiden Schaumproben ermöglicht. Bedingt daher, da angenommen werden muss, dass die Schaumproben trotz ihrer ausgeprägt heterogenen Morphologie die gemessene Kraft in vergleichbarer Weise beeinflussen. Unter dieser Voraussetzung wird aus den Verläufen der Kraft über der Zeit in Abbildung 50 festgestellt, dass bei der mit mechanisch legiertem Pulver erstellten Schaumprobe gegenüber der aus Reinaluminium erstellten Schaumprobe keine nennenswerte Verbesserung der Warmfestigkeit ersichtlich ist.

Aufgrund der gefundenen Ergebnisse können folgende Hinweise für die zukünftige Herstellung und Entwicklung von Schäumen gegeben werden:

Das Erreichen eines porenfreien Gefüges des schäumbaren Halbzeugs stellt eine Voraussetzung für dessen Schäumbarkeit dar, da die Wasserstoffmoleküle des Treibmittels TiH_2 sonst vor Erreichen der Schmelztemperatur entweichen. Dies ist bei den

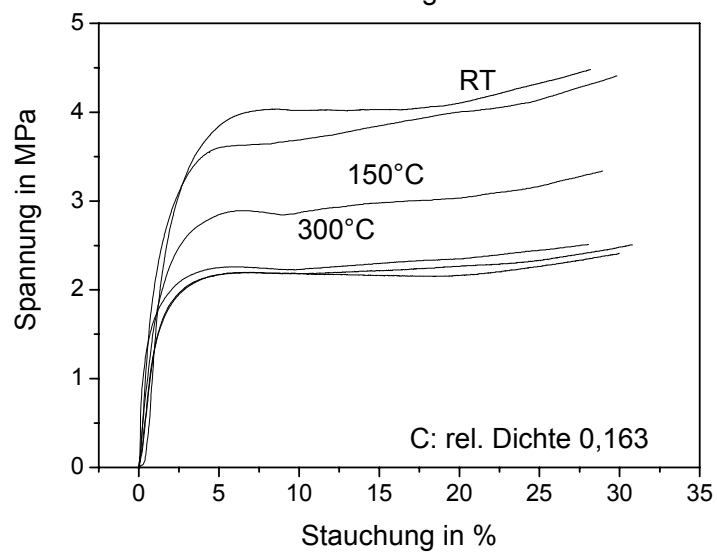
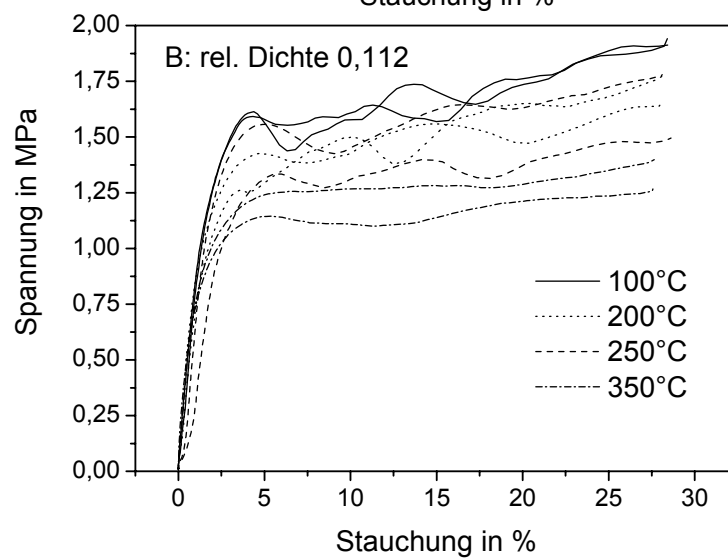
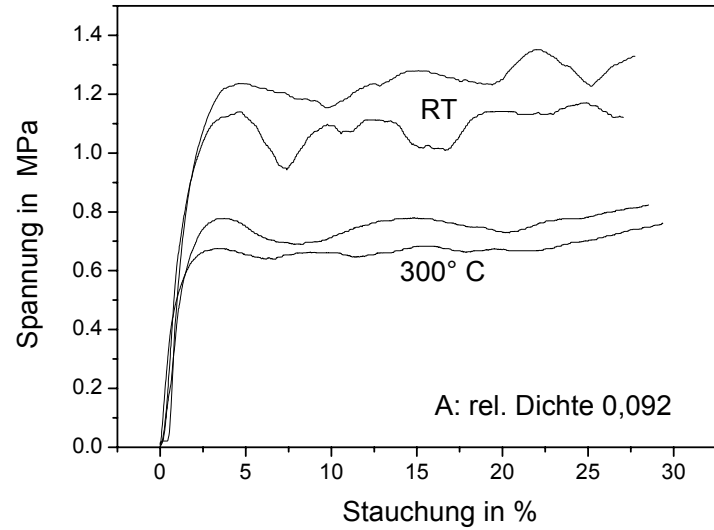
Aufschäumversuchen durch Funkenbildung an der Oberfläche des Halbzeugs noch lange vor dem Schmelzen beobachtet worden. Für mechanisch legiertes Pulver bedarf es offensichtlich höherer Drücke und Temperaturen als es im Rahmen dieser Arbeit erreicht werden konnte.

Die Wahl einer geeigneten Legierung stellt auch bei der pulvermetallurgischen Herstellung metallischer Schäume eine wichtige Voraussetzung dar. So wird festgestellt, dass ein geringer Schmelzpunkt den Schäumprozess offensichtlich begünstigt (siehe gutes Schäumergebnis der Gusslegierung in Abbildung 48). Beim Aufschäumen des Halbzeugs muss ein Temperaturbereich durchfahren werden, bei dem zwar die Zersetzungstemperatur des TiH_2 , nicht aber die Schmelztemperatur der Legierung erreicht ist. Dieser Umstand kann zur Folge haben, dass sich ein hoher Druck um die Treibmittelpartikel bildet, der sich mit dem Erschmelzen des Halbzeugs spontan durch Bildung von Gas abbaut. Beim freien Schäumen von Reinaluminiumhalbzeug im Ofen wurde eine gegenüber der Gusslegierung zeitlich versetzte, dafür aber sehr spontane Reaktion beobachtet, die eher mit einem Zerreißen als mit einem Aufschäumen des Halbzeugs beschrieben werden kann. Leider stehen momentan keine Treibmittel höherer Zersetzungstemperatur zur Verfügung. Ein geringer Schmelzpunkt des Zellwandmaterials steht der Kriechfestigkeit entgegen.

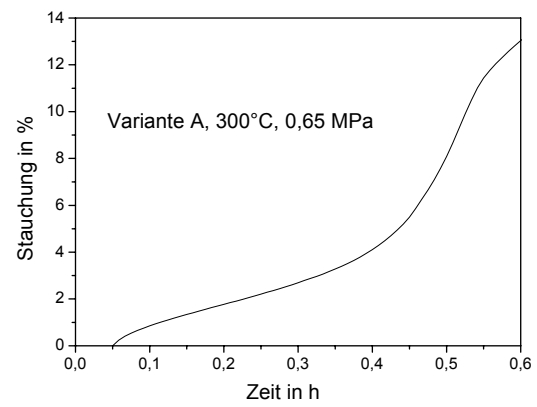
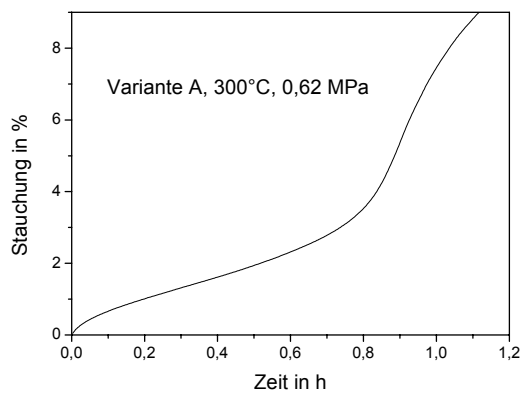
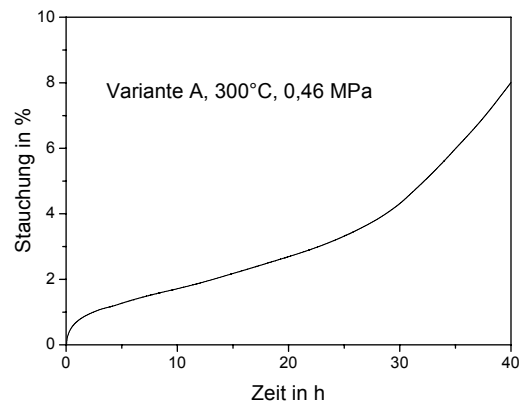
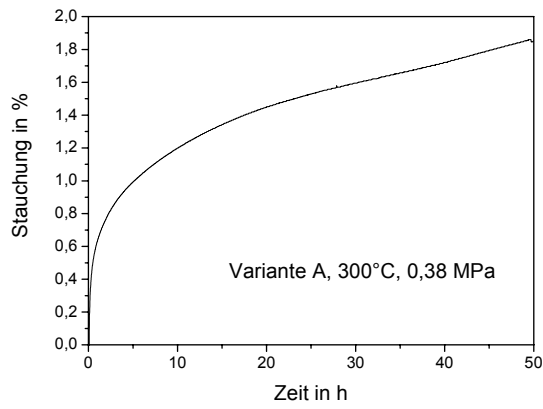
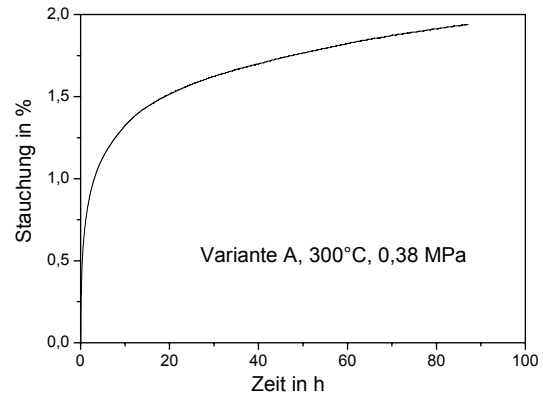
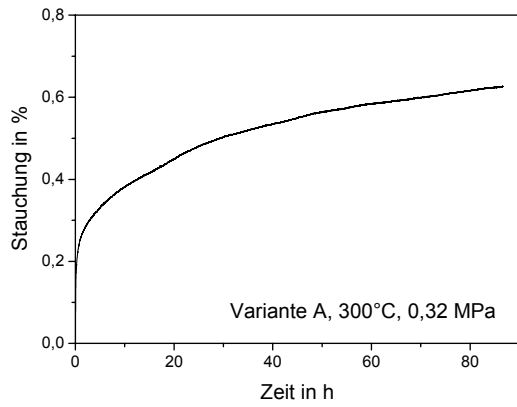
Die Viskosität der Schmelze beim Schäumvorgang steht in engem Zusammenhang mit der nach Aushärten erhaltenen Schaumqualität. Bleibt mit Erreichen der Schmelztemperatur das Zellwandmaterial noch hoch viskos, so reduziert sich der negative Einfluss der Schwerkraft (Drainageeffekt) und die Temperaturführung beim Schäumvorgang stellt sich als weniger kritisch dar. Eine Legierung mit ausgeprägtem Zweiphasengebiet, also hoher Temperaturdifferenz zwischen Solidus- und Liquiduslinie ist somit günstig.

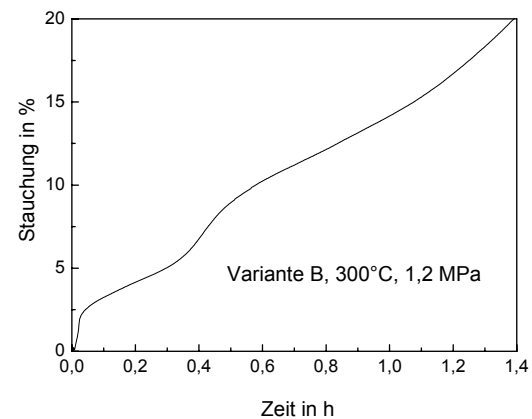
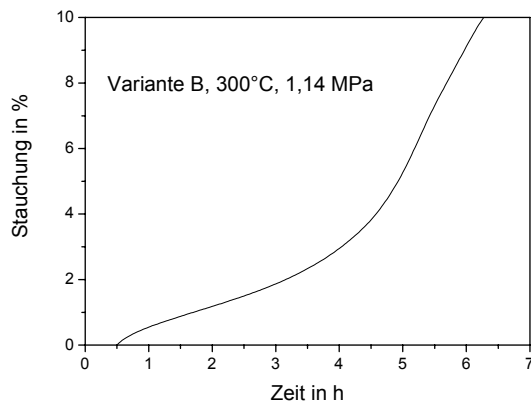
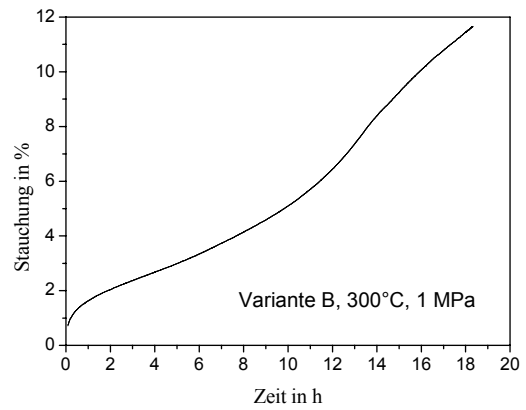
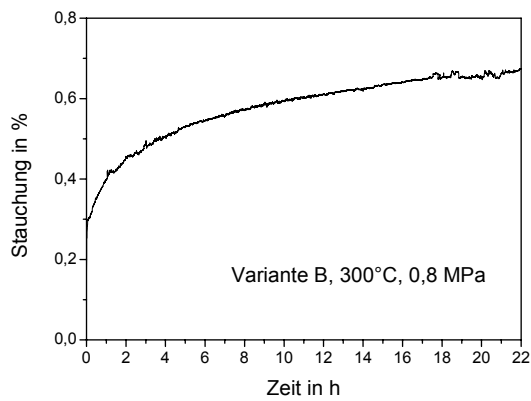
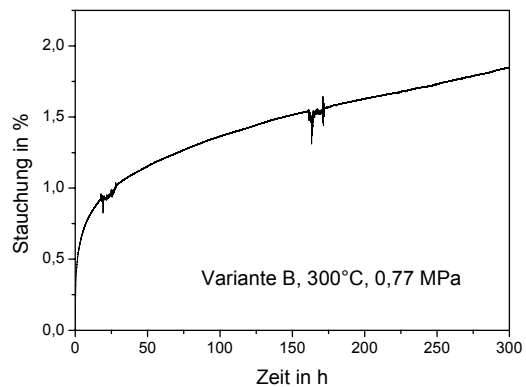
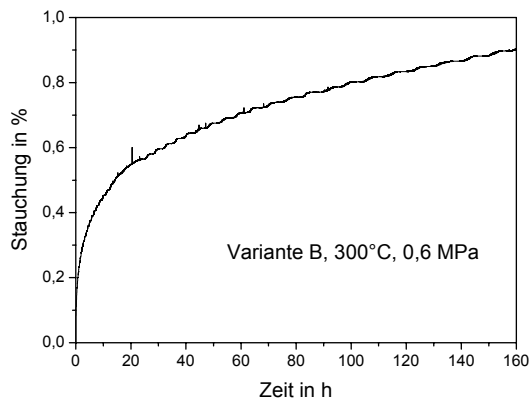
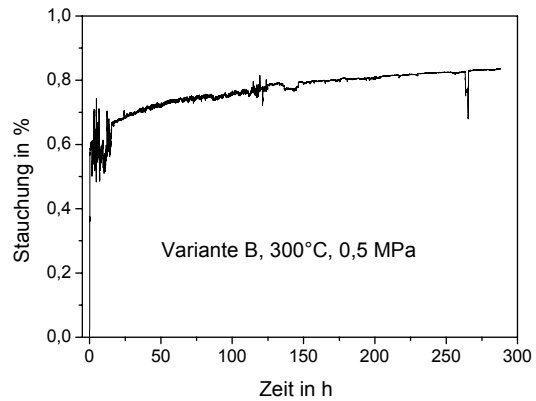
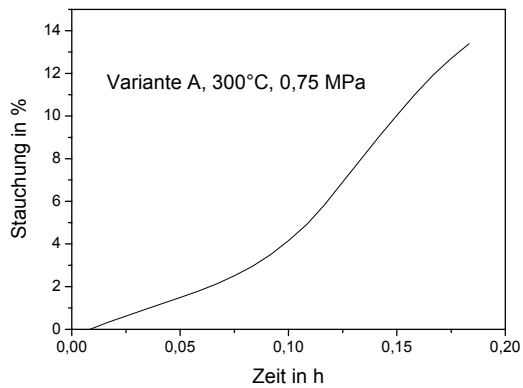
9 Anhang: Messungen

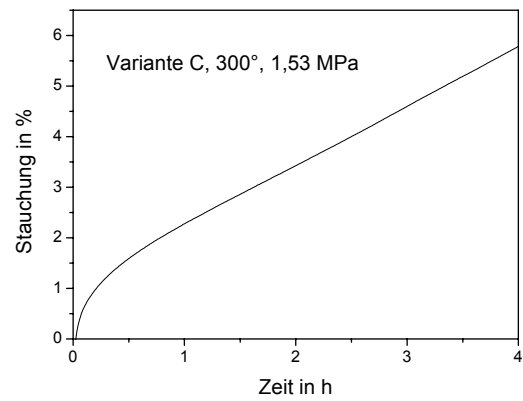
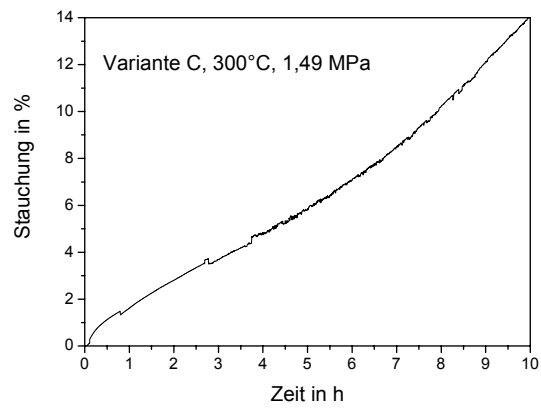
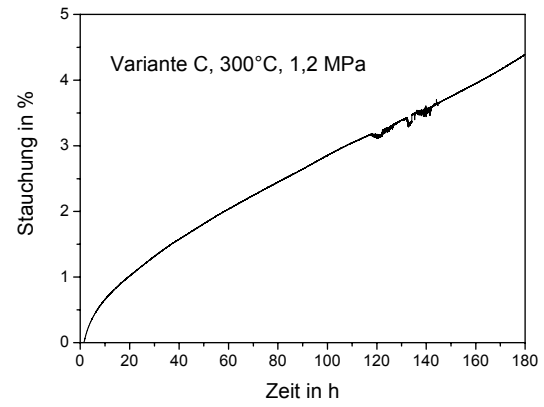
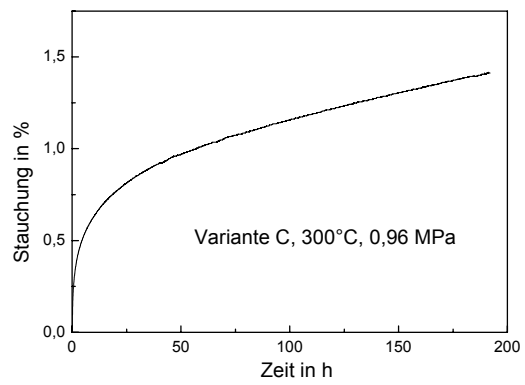
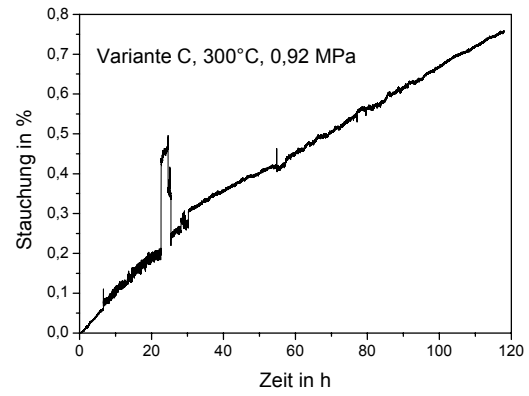
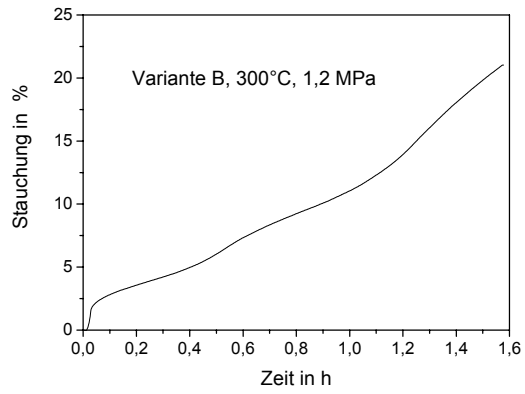
9.1 Versuche unter konstanter Stauchrate



9.2 Kriechversuche







10 Literatur

- Akiyama et al. 1987 Akiyama, S., Imagawa, K., Kitahara, A., Nagata, S., Morimoto, K., Nishikawa, T., Itoh, M, US Patent Nr. 4,712,277, (1987).
- Alcan 1994 Produktinformation der Firma Alcan Int., Ltd. ,Kingston Research and Development Center, Ontario, Kanada, (1994).
- Andersen et al. 1999 Andersen, O., Waag, U., Scheider, L., Stephani, G., Kieback, B., Novel Metallic Hollow Sphere Structures: Processing and Properties, in: Cellular Materials and Metal Foaming Technology, Tagungsband, Bremen, Herausgeber: Banhart, J. Ashby, M. F., Fleck, A., Metall Innovation Technologie (MIT), Bremen, Seiten 183-188, (1999).
- Andrews et al. 1999 close Andrews, E. W, Huang, J. S., Gibson, L. J., Creep Behaviour of a Closed-Cell Aluminum Foam, Acta Mater., Vol. 47, No.10, Seiten 2927-2935, (1999).
- Andrews et al. 1999 open Andrews, E. W., Gibson, L. J., Ashby, M. F., The Creep of Cellular Solids, Acta Mater., Vol. 47, No.10, Seiten. 2853-2863, (1999).
- Andrews et al. 2001 Andrews, E. W., Gibson, L. J., The Role of Cellular Structure in Creep of Two Dimensional Cellular Solids, Mater. Sci. Eng. A, A303, Seiten 120-126, (2001).
- Arzt 1991 Arzt, E., Creep of Dispersion Strengthened Materials: A Critical Assessment, Res Mechanica, Vol.31, Seiten. 399- 453, (1991).
- Arzt und Rösler 1988 Arzt, E., Rösler, J., in: Dispersion Strengthened Aluminium Alloys, Herausgeber: Kim. Y.-W., Griffith, W. M., TMS, Seite 31, (1988).

- Ashby et al. 1998 Ashby, M. F., Cocks, A. C. F., Gibson, L. J., The Creep of Cellular Solid, Department of Engineering, Technical Report, Cued/C-Micormech/TR.7, University of Cambridge, (1998).
- Ashby et al. 2000 Ashby, M. F., Evans, A., Fleck, N. A., Gibson, L. J., Hutchinson, J. W., Wadley, H. N. G., Metal Foams: A Design Guide, Butterworth-Heinemann, Boston, USA, (2000).
- Åsholt 1999 Åsholt, P., Aluminum Foam Produced by the Melt Foaming Route Process, Properties and Application in: Cellular Materials and Metal Foaming Technology, Tagungsband, Bremen, Herausgeber: Banhart, J., Ashby, M.F., Fleck, A., Metall Innovation Technologie (MIT), Bremen, Seiten 133-140, (1999).
- Banhart et al. 1993 Banhart, J., Baumeister, J., Weber, M., Geschäumte Metalle als neue Leichtbauwerkstoffe, VDI Verlag, Düsseldorf; VDI Berichte Nr.1021, Seiten 277-284, (1993).
- Banhart et al. 1996 Banhart, J., Baumeister, J., Weber, M., Aluminium Foams for Automotive Applications, in : Tagungsband des 29th International Symposium on Automotive Technology and Automation, Florenz, Herausgeber : Roller, D., Seiten 611ff., (1996).
- Banhart und Baumeister 1997 Banhart, J., Baumeister, J., Das Verformungsverhalten geschäumter Metalle, Metall, 51.Jahrgang, Seiten 19-24, (1997).
- Bastawros und Evans 2000 Bastawros, A. F., Evans, A. G., Deformation Heterogeneity in Cellular Al Alloys, Advanced Engineering Materials, 2, Nr. 4, Seiten 210-214, (2000).

- Baumeister 1990 Baumeister, J., Deutsches Patent Nr. 40 18 360 (1990).
- Baumeister 1997 Baumeister, J., Überblick: Verfahren zur Herstellung von Metallschäumen in: Beiträge zum Symposium Metallschäume, Bremen, Herausgeber: Banhart, J., Metall Innovation Technologie (MIT), Bremen, Seiten 3-13, (1997).
- Benjamin 1970 Benjamin, J.S., Met Trans., 1, Seite 2943ff., (1970).
- Blum und Reppich 1985 Blum, W., Reppich, B., Creep of Particle-Strengthened Alloys. In: Creep Behavior of Crystalline Solids, Herausgeber: Wilshire, B., Evans, R. W., Prineridge Press, Swansea (GB), Seiten 83-135, (1985).
- Blum und Singer 1980 Blum, W., Singer, R., Zeitschrift f. Metallkunde 71, Seiten 312ff., (1980).
- Clauer und Hansen 1980 Clauer, A., Hansen, N., Acta met., 32 Seiten 269ff., (1980).
- Cocks und Ashby 2000 Cocks, A. C. F., Ashby, M. F., Creep-Buckling of Cellular Solids, Acta Mater. 48, Seiten 3395-3400, (2000).
- Courtney 2000 Courtney, T., H., Mechanical Behavior of Materials, 2.Auflage, McGraw-Hill, (2000).
- Davies und Zhen 1993 Davies, G. J., Zhen, S., Metallic Foams: Their Production, Properties and Applications, Journal of Material Science, 18, Seiten 1899-1911, (1993).

- Degischer et al. 1999 Degischer, H. P., Kottar, A., Foroughi, B., Determination of Local Mass Density Distribution in Heterogeneous Materials, in: Tagungsband Application of X-Ray Tomography in Material Science, Lyon, Oct. 28-29, (1999).
- ERG 1999 Produktinformation der Firma Energy Research and Generation (ERG), Inc. 900 Stanford Avenue, Oakland (USA), (1999).
- Evans et al. 1998 Evans, A. G., Hutchinson, J. W., Ashby, M. F., Multifunctionality of Cellular Metal Systems, in: Progress in Material Science Herausgeber: Ashby, M. F., Cantor, B., Christian, J. W., Massalski, T. B., Vol. 43, Nr.3 (1998).
- Frost und Ashby 1982 Frost, H. J., Ashby, M. F., Deformation Mechanism Maps, Pergamon Press, Oxford, (1982).
- Gibson und Ashby 1997 Gibson, L. J., Ashby, M. F., Cellular Solids: Structure and Properties, 2. Auflage, Cambridge University Press, Cambridge (GB), (1997).
- Goretta et al. 1990. Goretta, K. C., Brenzny, R., Dam, C. Q., Green, D. J., High Temperature Mechanical Behavior of Porous Open-Cell Al_2O_3 , Materials Science and Engineering, A124, Seiten 151-158, (1990).
- Hagen und Beck 1998 Von Hagen, H., Bleck, W.: Compressive, Tensile and Shear Testing of Melt-Foamed Aluminium in: Porous and Cellular Materials for Structural Applications, Herausgeber: Schwartz, D.S., Shih, D.S., Evans, A.G., and Wadley, H.N.G., MRS Symposium Proceedings Vol. 521, Materials Research Society, Pittsburgh (USA), (1998).
- Hansen 1936 Hansen, M: Der Aufbau der Zweistoffsysteme, Verlag von Julius Springer, Berlin, (1936).

- Hartmann und Singer 1997 Hartmann, M., Singer, R.F., Herstellung und Eigenschaften syntaktischer Magnesiumschäume, in: Beiträge zum Symposium Metallschäume Bremen, Herausgeber: Banhart, J., Metall Innovation Technologie (MIT), Seiten 39-57, (1997).
- Hertel 1960 Hertel, H., Leichtbau- Flugzeuge und andere Leichtbauwerke, Springer Verlag, Berlin, (1960).
- Hintz et al. 1999 Hintz, C., Wagner, I., Sahn, P. R., Stoyanov, P., Investment Cast Near-Net Shape Components on Cellular Metal Materials, in : Cellular Materials and Metal Foaming Technology, Tagungsband, Bremen, Herausgeber : Banhart, J., Ashby, M. F., Fleck, A., Metall Innovation Technologie (MIT), Bremen, Seiten 153-158, (1999).
- Huschka 1998 Huschka, S., Modellierung eines Materialgesetzes zur Beschreibung der mechanischen Eigenschaften von Aluminiumschaum, Fortschzr.-Ber. VDI, Reihe 5, Nr. 525, VDI Verlag, Düsseldorf, (1998).
- Hutzler 1997 Hutzler, S., The Physics of Foam, Department of Physics, Trinity College, University of Dublin, Metall Innovation Technologie, (MIT), Bremen, (1997).
- Ko 1965 Ko, W. L., Deformation of Foamed Elastomers, Journal of Cellular Plastics, Seiten45-50, (1965).
- Kraft et al. 2001 Kraft, O., Saxa, D., Haag, M., Wanner, A., The Effect of Temperature and Strain Rate on the Hardness of Al and Al-Based Foams as Measured by Nanoindentation, Z. für Metallkunde, 92, Seiten 1068-1073, (2001).
- Kunze et al. 1993 Kunze, H.-D., Baumeister, J., Banhart, J., Weber, M., P/M Technology for the Production of Metal Foams, PMI, Vol. 25, Nr.4, (1993).

- Lakes 1993 Lakes, R., Metals with Structural Hierarchy. Nature 361, Seite: 511 (1993).
- Lucas und Oliver 1992 Lucas, B. N., Oliver, W. C. in: Thin Film – Stresses and Mechanical Properties III, Herausgeber: Nix, A., Braveman, J. C., Arzt, E., Freund, L. B., MRS Proc. Vol 239 Pittsburg:337 (1992).
- Maurer und Lugscheider 2001 Maurer, M., Lugscheider, E., Surface Refinement of Metal Foams, in: Cellular Materials and Metal Foaming Technology, Tagungsband, Bremen, Herausgeber: Banhart, J., Ashby, M. F., Fleck, A., Metall Innovation Technologie (MIT), Bremen, Seiten 467-472, (2001).
- Menges und Knipschild 1975 Menges, G., Knipschild, F., Estimation of Mechanical Properties for Rigid Polyurethane Foams; Polymer Engineering and Science,; Vol. 15; No.8, Aug., (1975).
- Mepura 1995 Produktinformation der Firma Mepura Metallpulver GmbH, Braunau-Ranshofen (A), (1995).
- Mijoshi et al. 1999 Mijoshi, T., Itoh, M., Akiyama, S., Kitahara, A., Aluminum Foam “Alporas” : The Production Process, Properties and Application in : Cellular Materials and Metal Foaming Technology, Tagungsband, Bremen, Herausgeber : Banhart, J., Ashby, M. F., Fleck, A., Metall Innovation Technologie (MIT), Bremen, Seiten 125-132, (1999).
- Murphy et al. 1997 Murphy, A. M., Ashby, M. F., Fleck, N. A., Metallography and Image Analysis of Metallic Foams, CUED/C-Micromech/TR.1 December (1997).

- Otsuka et al. 1993 Otsuka, M., Abe, Y., Horiuchi, R., in: Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures, Herausgeber: Wilshire, B., Evans, R. W., The Institute for Metals, London, S.307 (1993).
- Petzow 1994 Petzow, G., Metallographisches, keramographisches und plastographisches Ätzen, 2. Ausgabe, Gebr. Bornträger, Berlin, Seite 235, (1994).
- Saltykov 1974 Saltykov, S. A., Stereometrische Metallographie, 1. Auflage, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, Kapitel 4.1, (1974).
- Sedliakova et al. 1997 Sedliakova, N., Simancik, F., Kovcacik, J., Minar. P., Joining of Aluminum Foams, in: Beiträge zum Symposium Metallschäume, Bremen, Herausgeber: Banhart, J., Metall Innovation Technologie (MIT), Bremen, Seiten 177-185, (1997).
- Shinko Wire 1997 Produktinformation der Firma Shinko Wire Co., Ltd, Amagsaki-shi (Japan) (1997).
- Simone und Gibson 1998 A Simone, A. E., Gibson, L. J., Aluminum Foams Produced by Liquid-State Processes, Acta Mater., Vol. 46, No 9, Seiten 3109-3123, (1998).
- Simone und Gibson 1998 B Simone, A. E., Gibson, L. J., The Effects of Cell Face Curvature and Corrugations on the Stiffness and Strength of Metallic Foams, Acta mater., Vol. 46, No. 11, Seiten 3929-3935, (1998).
- Simone und Gibson 1998 C Simone, A. E., Gibson, L. J., Effects of Solid Distribution, Acta Mater., Vol. 46, No 6, Seiten 2139-2150 (1998).
- Sosnik 1948 A. Sosnik, US Patent Nr. 2434775 (1948).

- Sugimura et al. 1997 Sugimura, Y., Meyer, J., He, M. Y., Barth-Smith, H., Grenstedt, J., Evans, A. G., On the Mechanical Performance of Closed-Cell Al Alloy Foams
Acta Mater. Vol. 45, No. 12, Seiten 5245-5259, (1997).
- Walker et al. 1996 Walker, J. F., Moore, D. F., Whitney, J.T., Focused ion beam processing for microscale fabrication, *Microelectronic Engineering* 30 Seiten 517-522 (1996).
- Walstra 1993 Walstra, P., Principles of Foam Formation and Stability in: *Foam Physics: Chemistry and Structure*, Herausgeber: Wilson, A.J., Springer Verlag, Berlin, (1993).
- Zhang 1989 Zhang, J., *The Mechanics of Foams and Honeycombs*; University of Cambridge; Okt. (1989).
- Zhang et al. 2002 Zhang, P., Haag, M., Kraft, O., Wanner, A., Arzt, E., Microstructural Changes in a Closed-Cell Aluminum Foam During Creep, to be published in *Phil. Mag. A*, (2002).

English Summery

Introduction

At elevated temperatures, metal foams offer a better mechanical stability than polymer-based foams or adhesively assembled light-weight constructions. For long-term structural applications, however, the susceptibility to creep deformation must be taken into consideration. Gibson and Ashby have developed a creep model for cellular solids based on a cubic cell. It is assumed that the major contributions to macroscopic creep stem from the creep bending of transversely loaded struts and occasionally the creep stretching of the cell membranes. Using a power-law (PL) for the cell wall material:

$$\dot{\varepsilon} = C_S \cdot \sigma^{n_S} \quad (1)$$

where $\dot{\varepsilon}$ is the creep rate, σ the applied stress, and C_S and n_S are the creep constants of the cell wall material, the creep rate $\dot{\varepsilon}^*$ of a cellular material can be written as follows (Gibson 1997):

$$\dot{\varepsilon}^* = C^* \cdot (\sigma^*)^{n_S} \quad \text{where} \quad (2a)$$

$$C^* = C_S \cdot \left[\frac{1}{1.7} \left(\frac{n_S + 2}{0.6} \right)^{1/n_S} \left(\frac{n_S}{2n_S + 1} \right) \left(\Phi \frac{\rho^*}{\rho_S} \right)^{3n_S + 1/2n_S} + \frac{2}{3} (1 - \Phi) \frac{\rho^*}{\rho_S} \right]^{-n_S} \quad (2b)$$

σ^* is the stress applied on the foam, ρ^*/ρ_S is the relative density and Φ the fraction of solid in the struts (for an open cell foam, Φ is equal to 1). According to Equation 2a the stress exponent of the foam is the same as that of the cell wall material.

To assess the validity of this model Andrews et al. have performed creep experiments on closed-cell aluminum-based foam (Alporas[®]) with a relative density of 0,087. The creep resistance was considerably lower than predicted, and an unusually strong stress dependence with a stress exponent reaching up to 15 was observed. The authors considered several possible explanations for the high value: (1) Localized damage, (2) dispersion strengthening and (3) power-law breakdown. They argue that (3) is the most likely

explanation: Some highly stressed cell walls enter the breakdown regime, deform at very high rates and shed their load to neighboring cell walls.

Up to date quantitative prediction of the creep behavior of metal foams is not straight forward: (1) the existing theoretical models are based on simplified, regular structures which do not include all relevant features of the real foam, and (2) the parameters describing the creep behavior of the cell wall material are in many cases not known and not easily determined.

The aim of the present study is to further the understanding of creep of real foams for applications at elevated temperatures. The study consists of creep tests as well as microstructural investigations on commercially produced Alporas[®] foams. Special efforts were made to produce and characterize a bulk reference material with the same chemical composition, making it possible to compare model and experiment quantitatively for the first time.

Experimental Procedures

Plate material of commercially produced closed-cell aluminum-based foam (Alporas[®]) in three different variants was provided by Shinco Wire Co. LTD, Japan. Rectangularly-shaped specimens with dimensions $25 \times 25 \times 50\text{mm}^3$ were cut from plate material by electric-discharge machining (EDM). In the following, the variants are designated by the letters A (for relative density 0.092), B (for relative density 0.112), and C (for relative density 0.163). The relative densities were obtained by weight and dimension measurements.

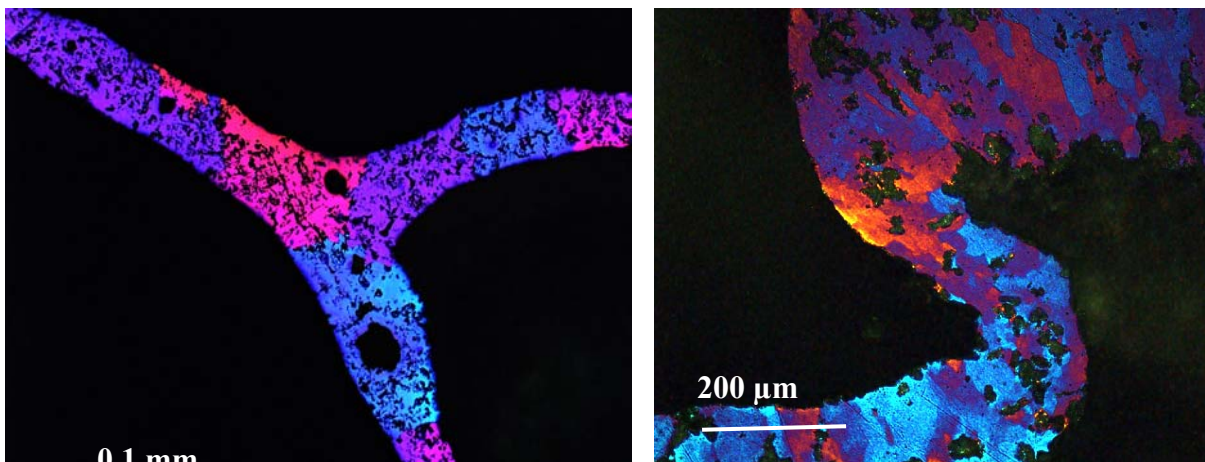
To study the foam morphology the EDM cut surfaces were colored and then grinded and scanned. The fraction of solid in the cell struts (corresponding to the parameter Φ) was estimated using an image processing algorithm: The cell wall material was first “eroded” until the cell faces disappeared. The residual structure, consisting of the cores of the struts, was then “dilatated” by the same amount until the cell edges reached approximately their former size. The fraction of solid in the struts was obtained by relating the area density of the image extracted in this way to the original value. Φ was found to be 0.34 for variant A, 0.40 for variant B and 0.51 for variant C.

The microstructure of the cell wall material (and the bulk reference material) was examined in the initial state as well as after the creep experiments. The grain structure was made visible by etching with Barker's reagent (5 ml HBF_4 (48%) + 200 ml H_2O) and observed under polarized light optical microscopy (LOM). Also electron back-scatter diffraction (EBSD) and transmission electron microscopy (TEM) has been performed on the cell wall material.

All mechanical tests were carried out using an electro-mechanical testing machine, equipped with a furnace. Deformation tests were carried out at a crosshead displacement velocity of 1.7×10^{-5} m/s. For the creep tests load was raised to the desired level within 2 minutes and then kept constant. The creep tests were usually stopped at a total strain of 5%. For small applied stresses the test was terminated as soon as the creep rate was constant for at least 48 h. For comparison creep tests on bulk specimens (9 mm in diameter, 18 mm high) with the same chemical composition were performed.

Results

In Figures 1 the microstructures of cell walls in the as-received condition and after creep test are shown. In these bright-field polarized-light LOM micrographs, grains with orientation mismatch greater than about 3° exhibit different color.



*Figure 1: Left picture: Microstructure of a cell wall in as-received condition (variant B).
Right picture: Strongly deformed cell wall after creep test (0.8 Mpa, 300°C, 70 h).*

The grain size in the as-received condition is of the order of 100 μm (see Figure 1, left picture). The grains exhibit a dendritic microstructure, surrounded by small cavities which are the traces of Ti and Ca aluminides etched out during the Barker preparation process. Also, spherical micro pores up to 30 μm in diameter are visible. The microstructure of the bulk reference material (no picture) is quite similar to that of the cell wall material. The strongly deformed cell wall of crept foam shows a refined subgrain structure, which has developed during creep deformation (see Figure 1, right picture). The presence of this subgrain structure suggests that locally stresses of over a magnitude higher than the average stress on the cell wall were present. By TEM studies no evidence was found of precipitates or oxide dispersoids in cell walls lying in the size range required to cause significant dispersion strengthening.

In the left diagram of Figure 2 results from deformation tests with foams-typical plateau-like behavior are shown. The right diagram of Figure 2 indicates trends found for all creep tests where a total strain of 10% was reached. Upon loading, a sharp decrease in creep rate is observed. A minimum is reached at a strain in the range of 1 to 4%. Then the creep rate increases significantly by up to one order of magnitude and falls off again. This wave-like strain evolution is caused by localized cell collapse. The analysis of creep behavior is usually based on the creep rates observed in the steady-state creep regime. However, since an extended steady-state regime has not been observed, the analysis is based on the minimum creep rates even though these values could be affected by the onset of a geometric or material weakening effect.

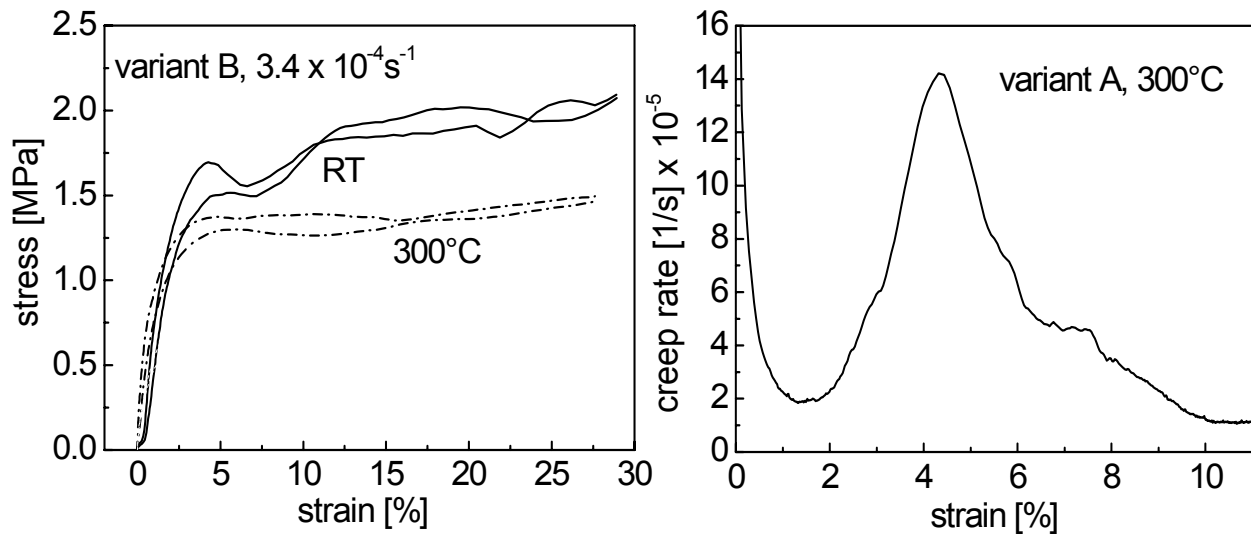


Figure 2: Left diagram: Deformation tests at room temperature (RT) and at 300°C performed on variant B at a constant strain rate of $3.4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Right diagram: Creep test on variant A, 300 °C, 0.55 MPa.

In Figure 3, the minimum strain rates are plotted against the applied nominal stresses in log-log fashion. The plateau stresses determined from the deformation tests at 300 °C with a constant strain rate of $3.4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ are also induced in the diagram. All foam variants exhibit an apparent power-law stress dependence with a stress exponent of 12.4 ± 1.5 . As expected, the variant C exhibits the highest, the variant A the lowest and the variant B an intermediate creep strength. The minimum creep rates for the bulk reference material indicate a stress exponent of 6.45 ± 0.75

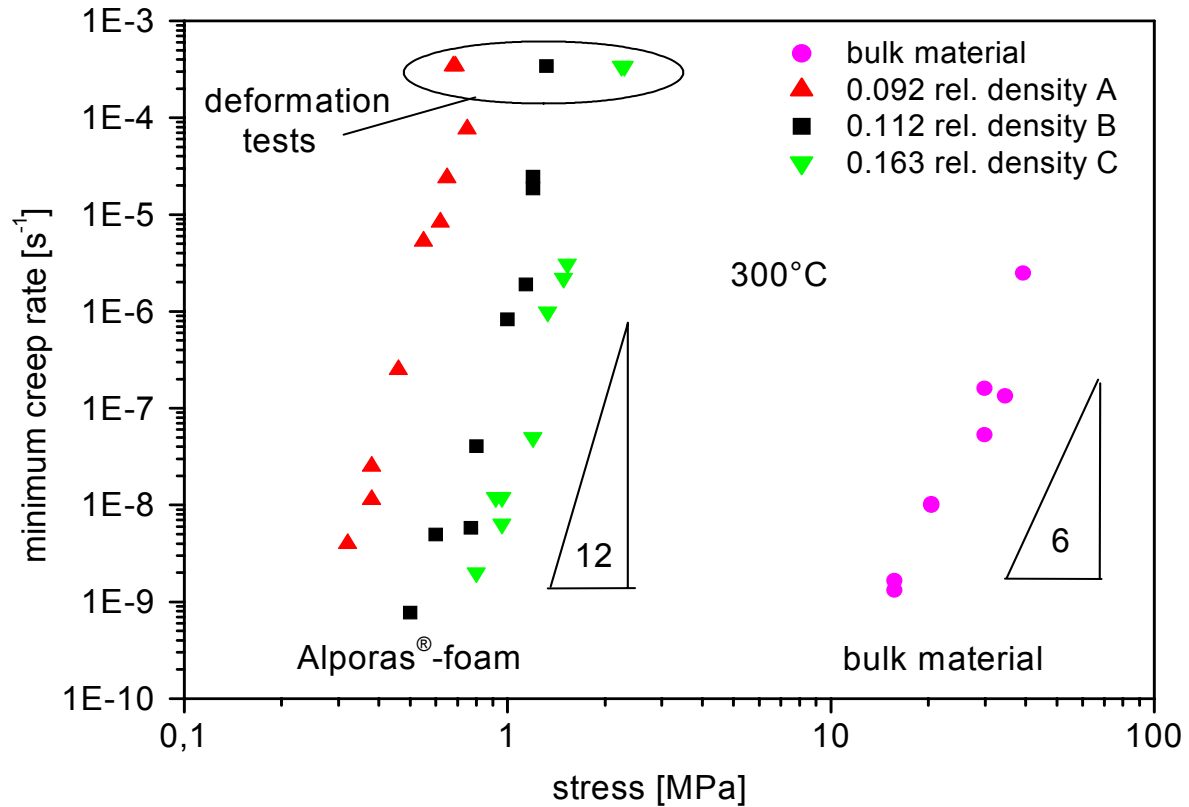


Figure 3: Norton-plot with results of creep and deformation tests on the three foam variants and on bulk reference material at 300°C. The foams show a high stress dependency compared to the bulk material in the same strain rate range.

Discussion

It is instructive to compare the high-temperature mechanical properties of the foam variants to those predicted by the Gibson and Ashby creep model. The creep parameters of the cell wall material, which were obtained by fitting a straight line to the creep data of the bulk reference material (see Figure 3), are $C_S = 5.6 \times 10^{-17} \text{ s}^{-1} \text{ MPa}^{-6.25}$ and $n_S = 6.25$ (Equation 1). These parameters and the Φ -values, measured via quantitative metallography, were used to compute the creep rates expected for foams exhibiting the same relative densities as the three real foam variants (see Equation 2) C^* has been calculated to $1.5 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1} \text{ MPa}^{-6.25}$ for variant A, $1.0 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1} \text{ MPa}^{-6.25}$ for variant B and $2.2 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1} \text{ MPa}^{-6.25}$ for variant C. In Figure 4 the Gibson and Ashby model predictions (dashed lines) are plotted together with corresponding measurement (scatter). It can be seen that the creep strength is generally overestimated by the model, what has been

expected due to several model idealizations, but also the deviation increases with increasing strain rate (different stress exponent).

Two fundamentally different mechanisms can in principle be responsible for the higher than expected stress exponent: (1) The dominating deformation mechanism in the cell wall material is different from that acting in the bulk reference material at the investigated strain rate range, and (2) the minimum creep rate observed in the creep tests are affected by stress-dependent geometric instabilities which are only present in the foam.

A well-known mechanism leading to a significant increase in the stress exponent is dispersion strengthening. However, this possibility can be ruled out. No precipitates or oxide dispersoids of sufficiently small size could be found in cell walls of the investigated foam by TEM. Also, if the cell walls were dispersion strengthened and hence more creep resistant than the remelted fully dense material, the investigated foams should be stronger and not weaker than predicted by the model.

The Gibson and Ashby creep model is based on the steady-state creep law and does not include geometric instabilities such as cell wall buckling and cell collapse. Consequently, the model can only predict the steady-state creep behavior of a foam when geometric instabilities play no significant role. The discrepancy observed between experimental results and model predictions may in part be due to the fact that the model assumptions are not always fulfilled. As shown in Figure 2 (right graph), the foam does exhibit primary creep at small strains and geometrical instabilities at large strains. It can be argued that the minimum creep rates are systematically higher than the steady-state creep rate if geometrical instabilities come into play before the steady-state is reached.

It is, however; conceivable that the stress in the cell walls locally approaches the yield stress, resulting in power-law breakdown (PLB). In a homogenous material, the transition from PL to PLB can usually be identified as a slope change in the Norton plot. From the absence of a distinct slope change (see Figure 3) cannot be concluded that PLB does not take place. It is possible that the broad stress distribution existing in a mechanically loaded foam leads a to smooth transition, beginning at very small microscopic strain rates and stretching over many orders of magnitude.

One can summarize as follows: The Gibson and Ashby creep model is only capable of predicting a lower bound for the creep rate of foams. At present no quantitative model is available which describes the combined weakening effects of primary creep, PLB, and geometrical instabilities. Therefore, if reliable creep predictions of a foam are required, it seems that high-temperature testing of foam samples is inevitable.

The experimental data can very well be described using the empirical rate equation frequently used for PLB (even though, as discussed above, PLB is probably not the only mechanism leading to a deviation from the PL):

$$\dot{\varepsilon} = \frac{A}{\alpha^n} \left[\sinh \left(\alpha \frac{\sigma}{E} \right) \right]^n \quad (3)$$

where E is the Young's modulus, A and n are the creep constants and α is an additional dimensionless parameter governing the breakdown. For small stresses, the sinh-function in this equation can be replaced by its argument and a standard PL equation is obtained:

$$\dot{\varepsilon} = A \left(\frac{\sigma}{E} \right)^n \quad (4)$$

The stress applied to the foam is normalized to the Young's modulus of fully dense Aluminum ($E_S = 70$ GPa) and it is assumed that the Gibson and Ashby creep model accurately predicts the creep behavior of a foam for very small stresses. Consequently the parameters in Equation 4 can be chosen in such a way that full agreement with Equation 2a is obtained ($n = n_s$ and $A = C^*(E_S)^{n_s}$). The parameter α is found by fitting Equation 3 to the result of a single high deformation experiment at the temperature of interest, preferably performed at a high strain rate. Within this study the plateau stress at the temperature of interest, $\sigma_{plateau}^*$, and the deformation rate at which this plateau stress was measured, $\dot{\varepsilon}_{plateau}^*$, is used, leading to the following implicit equation

$$\dot{\varepsilon}_{plateau}^* \alpha^{n_s} = C^* (E_S)^{n_s} \left[\sinh \left(\alpha \frac{\sigma_{plateau}^*}{E_S} \right) \right]^{n_s} \quad (5)$$

which can be solved graphically or numerically to obtain α . The α values determined this way for the three foam variants are 406000 for variant A, 175000 for variant B and 85400 for variant C. α is typically of the order of 1000 for fully dense fcc metals. Greater values reflect that the creep rates deviate from PL at small applied stresses. The resulting rate functions for PLB are plotted as solid lines in the diagram shown in Figure 4.

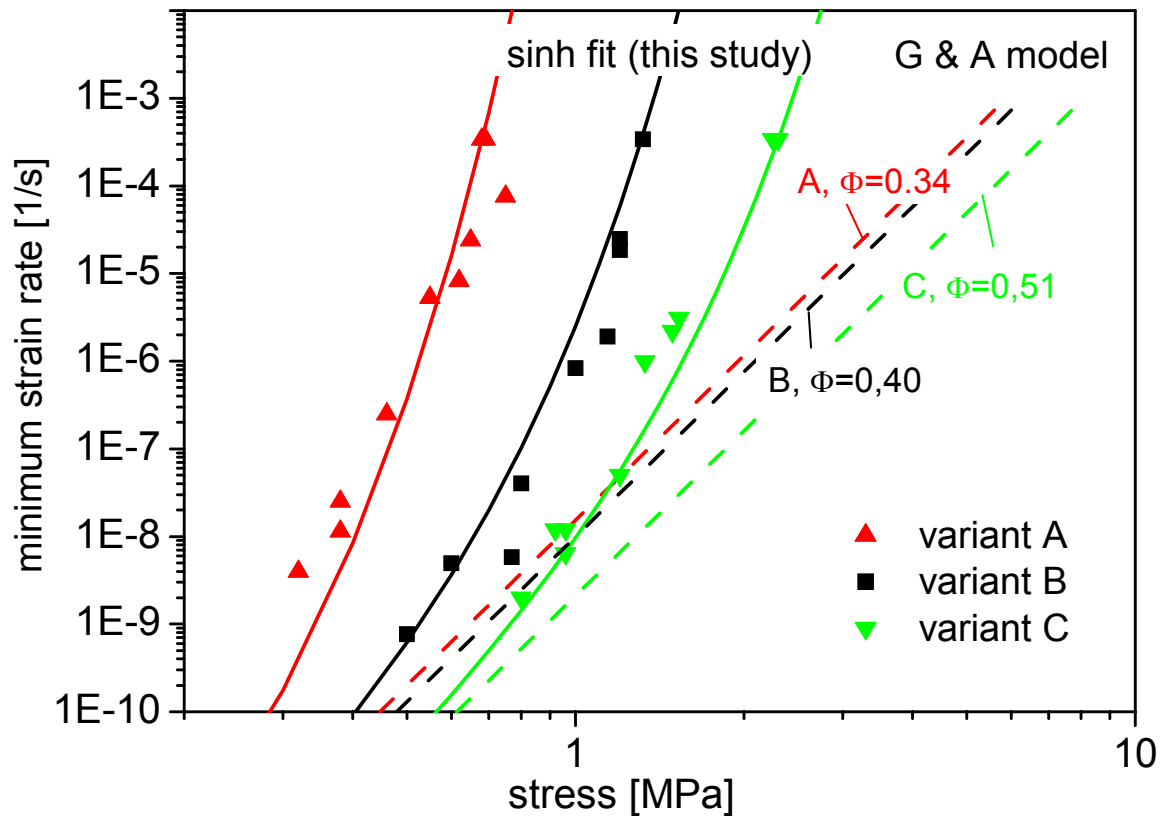


Figure 4: *Norton-plot of the minimal strain rate plotted against the stress. Dashed lines: Prediction from Gibson and Ashby model. Strait line: Extended model using the rate equation for power-law breakdown.*

For all three foam variants, the sinh-fit curves describe the experimentally observed creep behavior remarkably well over the entire range of strain rates investigated. The experimental results are not in conflict with the Gibson and Ashby creep model, since the considerations suggest that the PL behavior does indeed occur. However, it is expected only at strain rates below those covered by the creep tests. This also underlines the fact that foams exhibit complex extrapolation behavior. It would be grossly misleading to extrapolate the experimental creep data to smaller applied stresses using linear fit lines. This means that the predictive power of the Gibson and Ashby creep model is restricted, since in many practical cases it is not clear beforehand whether or not the macroscopic

creep behavior of the foam is dominated by the PL creep mechanism observed for the fully dense material in the same strain-rate range.

Based on the present study the following guideline for an application-orientated engineer can be given: The creep behavior of a foam under small applied stresses should be estimated based on the Gibson and Ashby creep model using creep data of bulk reference material and structural information about the foam (relative density, parameter Φ). The creep behavior at higher applied stresses should be estimated by coupling the Gibson and Ashby prediction with the result of a single high-temperature (deformation) test via the empirical rate equation for PLB as demonstrated in this study.

Summary

Compressive creep tests were performed on three variants of an aluminum-based closed-cell foam (Alporas[®]) at 300°C and at strain rates ranging from 10^{-9} to 10^{-4} s⁻¹. Bulk reference material exhibiting the same chemical composition was produced and creep tested at the same temperature and strain rates. The experimental results were analyzed in light of the Gibson and Ashby model for creep of foams, correlating the creep behavior of a foam to the power-law (PL) creep parameters of bulk reference material and to structural information about the foam. The main results and conclusions are summarized as follows:

In the strain-rate range covered by the creep experiments, the foams exhibit a lower creep strength and a higher stress exponent than predicted by the Gibson and Ashby creep model. These discrepancies are probably due to the combined effects of primary creep and localized power-law breakdown (PLB) within the cell walls as well as geometric instabilities developing in the course of deformation.

The experimental results are well described by the widely used semi-empirical rate equation for PLB. Two of the three parameters in this equation are obtained from the Gibson and Ashby model. The third one is the only fitting parameter, which can be obtained by including the result of a single deformation test at the temperature of interest in the analysis.

The foams exhibit complex extrapolation behavior. A guideline for assessing the creep behavior of metal foams with minimum experimental effort has been established.